



Desarrollo de una nueva tecnología a partir de un asfalto natural para su aplicación  
en infraestructura vial

Denier Javier Yela Jaramillo

Tesis Doctoral presentada para optar al título de:

Doctor en Ingeniería de Materiales

Directora:  
Dra. Gloria Restrepo

Universidad de Antioquia

Facultad de ingeniería

Doctorado en ingeniería de materiales

Medellín, Antioquia, Colombia

2022

---

|                            |  |
|----------------------------|--|
| <b>Cita</b>                | (Yela Jaramillo, 2022)   |
| <b>Referencia</b>          | Yela Jaramillo, D. (2022). <i>Desarrollo de una nueva tecnología a partir de un asfalto natural para su aplicación en infraestructura vial</i> [Tesis doctoral]. |
| <b>Estilo APA 7 (2020)</b> | Universidad de Antioquia, Medellín, Colombia.  |

---



Doctorado en Ingeniería de Materiales, Cohorte IX  
Grupo de Investigación Procesos Físicoquímicos Aplicados (PFA).  
Centro de Investigación Ambientales y de Ingeniería (CIA).



Centro de Documentación Ingeniería (CENDOI)

**Repositorio Institucional:** <http://bibliotecadigital.udea.edu.co>

Universidad de Antioquia - [www.udea.edu.co](http://www.udea.edu.co)

**Rector:** John Jairo Arboleda Céspedes.

**Decano/Director:** Jesús Francisco Vargas Bonilla.

**Jefe departamento:** Francisco Bolívar Osorio.

El contenido de esta obra corresponde al derecho de expresión de los autores y no compromete el pensamiento institucional de la Universidad de Antioquia ni desata su responsabilidad frente a terceros. Los autores asumen la responsabilidad por los derechos de autor y conexos.

**DEDICATORIA**

*A Rosario Jaramillo Andrade, mi madre*

*A Kevin Yela Jaramillo, mi hermano*

## **AGRADECIMIENTOS**

Muy especialmente a la profesora Gloria Restrepo directora del grupo de investigación Procesos Físicoquímicos Aplicados. Por sus enseñanzas continuas en mi formación. Coincidir con ella significó poder trabajar por mis sueños, anhelos y objetivos. Por su apoyo incondicional, desinteresado y el impacto positivo en mi vida, mil gracias.

No fue fácil llegar a este punto, pero gracias a sus aportes y compañerismo el camino se hizo más ameno. A todos y cada uno de los integrantes del equipo de Procesos Físicoquímicos Aplicados, docentes, colegas, estudiantes y amigos, todos indispensables para llevar a cabo este proyecto, muchas gracias.

A las miles de voluntades que en el camino me regalaron tiempo y espacio para transmitirme su conocimiento y brindarme apoyo en todos los aspectos.

A Dios por darme vida y salud para enfrentar esta etapa de mi vida.

## TABLA DE CONTENIDO

|   |    |
|---|----|
| Capítulo 1. Introducción.....                                   | 22 |
| Antecedentes .....  | 28 |
| <i>Uso de la Gilsonita en Infraestructura Vial</i> .....        | 28 |
| <i>Modificación de Asfaltos con Polímeros</i> .....             | 31 |
| <i>Modificación de Asfaltos con Aceites</i> .....               | 33 |
| Estructura de la Tesis .....                                    | 36 |
| Capítulo 2. Marco Conceptual.....                               | 37 |
| Asfaltos.....   | 37 |
| <i>Estructura Química de los Asfaltos</i> .....                 | 37 |
| Asfaltenos.....   | 39 |
| Resinas. ....   | 40 |
| Saturados. ....   | 40 |
| Aromáticos. ....  | 41 |
| <i>Estructura Coloidal del Asfalto</i> .....                    | 42 |
| Asfalto Tipo Sol. ....  | 42 |
| Asfalto Tipo Gel.....   | 42 |
| Asfaltos Naturales .....  | 43 |
| <i>Clasificación</i> .....                                      | 44 |
| <i>Ocurrencia de la Gilsonita</i> .....                         | 48 |
| Emulsiones Asfálticas .....                                     | 49 |
| Asfaltos Modificados con Polímeros .....                        | 52 |
| Modificación de Asfaltos con Aceites.....                       | 54 |
| Capítulo 3. Materiales y Métodos .....                          | 56 |
| Materiales .....  | 56 |
| <i>Gilsonita</i> .....  | 56 |
| <i>Aceite Base</i> .....  | 56 |
| <i>Aceite Vegetal</i> .....                                     | 57 |
| <i>Aditivo Comercial</i> .....                                  | 57 |
| <i>Agregados Pétreos</i> .....                                  | 58 |
| Métodos.....  | 58 |
| Capítulo 4. Caracterización Fisicoquímica de la Gilsonita ..... | 64 |
| Caracterización Física .....                                    | 64 |

|   |     |
|---|-----|
| <i>Penetración, Punto de Ablandamiento y Punto de Inflamación</i> .....   | 64  |
| Caracterización Química .....   | 65  |
| <i>Análisis Elemental por Espectrometría de Fluorescencia de Rayos X (XRF)</i> .....                            | 67  |
| <i>Fraccionamiento SARA</i> .....   | 68  |
| Dilución en n-heptano. ....   | 68  |
| <i>Análisis por AFM</i> .....   | 70  |
| <i>Análisis por Espectrometría Infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR/ATR)</i> .....                      | 70  |
| <i>Análisis Termogravimétrico TGA</i> .....   | 71  |
| Capítulo 5. Reducción de Tamaño de la Gilsonita .....   | 73  |
| Capítulo 6. Formulación del Lodo Asfáltico .....  | 84  |
| Ensayos Preliminares .....  | 84  |
| Formulación del Lodo Asfáltico.....   | 89  |
| <i>Aceite Base</i> .....  | 90  |
| <i>Aceite Vegetal</i> .....   | 91  |
| <i>Solvente de Petróleo</i> .....   | 92  |
| <i>Aditivo</i> .....  | 94  |
| <i>Primer Diseño Experimental Para Determinar la Dosificación de los Componentes en el Lodo Asfáltico</i> ..... | 95  |
| Análisis Estadístico Para Determinar la Formulación Óptima.....   | 100 |
| <i>Análisis Descriptivo Para Flujo</i> .....  | 100 |
| Pruebas de Normalidad para Flujo. ....  | 100 |
| Homocedasticidad para Flujo por Gilsonita. ....   | 102 |
| Independencia.....  | 102 |
| <i>Análisis Descriptivo Para Estabilidad</i> .....  | 104 |
| Pruebas de Normalidad para Estabilidad.....   | 104 |
| Transformación de Estabilidad.....  | 105 |
| <i>Análisis Descriptivo Para Estabilidad Transformada</i> .....   | 105 |
| Prueba de Normalidad para estabilidad transformada .....  | 105 |
| Homocedasticidad. ....  | 107 |
| Independencia.....  | 107 |
| Optimización del Diseño de Mezclas .....  | 108 |
| <i>Optimización de Múltiples Respuestas Cuando se Analiza Flujo y Relación Est trans/flujo</i> .....            | 108 |
| <i>Optimización de Múltiples Respuestas Cuando se Analiza Flujo y Est Transformada</i> .....                    | 109 |

|  |     |
|--|-----|
| Formulaciones Propuestas .....   | 110 |
| <i>Viscosidad rotacional de los componentes y de las dos formulaciones propuestas</i> .....  | 111 |
| <i>Destilación del lodo asfáltico</i> .....  | 112 |
| Transformación del Lodo en Ligante Asfáltico y Modificación con Polímero SBS.....  | 113 |
| <i>Punto de Ablandamiento de los Ligantes</i> .....  | 114 |
| <i>Penetración de los Ligantes</i> .....   | 115 |
| <i>Punto de Inflamación Cleveland de los Ligantes</i> .....  | 116 |
| <i>Viscosidad Rotacional Para Determinar Temperatura de Mezclado y Compactación en la Mezcla Asfáltica Dosificada con Ligante</i> .....                    | 117 |
| <i>Determinación del Grado de Desempeño de los Ligantes</i> .....  | 118 |
| Formulación de Una Emulsión Asfáltica .....  | 127 |
| Capítulo 7. Mezclas Asfálticas.....  | 129 |
| Granulometría MDC-19 y MSC-19 .....  | 129 |
| Elaboración de Mezclas Asfálticas.....   | 131 |
| <i>Análisis Volumétrico</i> .....  | 133 |
| <i>Gravedad Específica del Lodo Asfáltico</i> .....  | 134 |
| <i>Gravedad Específica Bulk del Agregado Fino, Grueso y Llenante Mineral</i> .....   | 135 |
| Gravedad Específica del Agregado Fino en las Granulometrías MDC-19 y MSC-19.....   | 135 |
| Gravedad Específica del Agregado Grueso en las Granulometrías MDC-19 y MSC-19.....   | 137 |
| Gravedad Específica del Llenante Mineral o Filler.....   | 138 |
| <i>Cálculo de la Gravedad Específica Bulk del Agregado Combinado</i> .....   | 139 |
| <i>Gravedad Específica de la Mezcla</i> .....  | 140 |
| <i>Gravedad específica bulk y densidad de mezclas asfálticas compactadas no absorbentes empleando especímenes saturados y superficialmente secos</i> ..... | 143 |
| <i>Determinación de Va, VAM y VFA</i> .....  | 146 |
| Análisis TSR .....   | 149 |
| Análisis Ambiental.....  | 152 |
| Análisis de Intemperismo Acelerado .....   | 156 |
| <i>Factor de Aceleración</i> .....   | 159 |
| Capítulo 8. Análisis Económico: Estudio de Caso Puerto Caicedo, Putumayo, Colombia.....  | 160 |
| Capítulo 9. Análisis de Resultados.....  | 168 |
| Lodo y ligantes asfálticos .....   | 168 |
| Mezclas asfálticas.....  | 172 |
| Análisis ambiental e intemperismo acelerado .....  | 173 |

Análisis Económico: Estudio de Caso Puerto Caicedo, Putumayo, Colombia ..... 175

Capítulo 10. Conclusiones..... 176

Bibliografía..... 181

ANEXOS..... 193

## LISTA DE TABLAS

|  |     |
|--|-----|
| <b>Tabla 1</b> Resultados del fraccionamiento SARA en una muestra de gilsonita .....   | 25  |
| <b>Tabla 2</b> Resumen de antecedentes citados.....  | 34  |
| <b>Tabla 3</b> Características de las fracciones asfálticas .....  | 41  |
| <b>Tabla 4</b> Composición atómica de gilsonita en diferentes países .....   | 48  |
| <b>Tabla 5</b> Porcentajes típicos para formulación de emulsiones asfálticas .....   | 52  |
| <b>Tabla 6</b> Parámetros fisicoquímicos del aceite base .....   | 56  |
| <b>Tabla 7</b> Parámetros fisicoquímicos del aceite vegetal comercial .....  | 57  |
| <b>Tabla 8</b> Parámetros fisicoquímicos del aditivo comercial.....  | 57  |
| <b>Tabla 9</b> Métodos, normas y técnicas utilizadas en esta investigación.....  | 58  |
| <b>Tabla 10</b> Resultados caracterización física de la gilsonita .....  | 65  |
| <b>Tabla 11</b> Análisis elemental y composición química de la gilsonita.....  | 66  |
| <b>Tabla 12</b> Análisis elemental de la gilsonita empleando XRF.....  | 67  |
| <b>Tabla 13</b> Resultados fraccionamiento SARA de la gilsonita.....   | 69  |
| <b>Tabla 14</b> Temperaturas características y pérdida de masa de la gilsonita en el procesamiento de ligantes asfálticos..... | 72  |
| <b>Tabla 15</b> Diámetro y peso de las partículas de gilsonita .....   | 74  |
| <b>Tabla 16</b> Análisis granulométrico de la gilsonita en masa .....  | 76  |
| <b>Tabla 17</b> Resultados del coeficiente de uniformidad y curvatura de la gilsonita en masa .....                            | 77  |
| <b>Tabla 18</b> Dimensiones del molino de bolas.....   | 78  |
| <b>Tabla 19</b> Diámetros medidos y diámetro promedio de cuerpos moledores.....  | 78  |
| <b>Tabla 20</b> Porcentajes relativos de cada bola.....  | 79  |
| <b>Tabla 21</b> Cálculo del número de cuerpos moledores de cada tamaño .....   | 79  |
| <b>Tabla 22</b> Diámetros características de las muestras analizadas.....  | 82  |
| <b>Tabla 23</b> Resultados del consumo energético y costos asociados .....   | 83  |
| <b>Tabla 24</b> Porcentajes en masa de los constituyentes para formulación preliminar del lodo asfáltico .....                 | 84  |
| <b>Tabla 25</b> Límites granulométricos para una MDC-19.....   | 85  |
| <b>Tabla 26</b> Resultados de estabilidad, flujo y relación estabilidad/flujo .....  | 87  |
| <b>Tabla 27</b> Rango de los componentes para diseño de mezclas en Statgraphics®.....  | 97  |
| <b>Tabla 28</b> Composición en porcentaje del lodo asfáltico dado por el diseño de mezclas en Statgraphics®                    | 98  |
| <b>Tabla 29</b> Composición en masa del lodo asfáltico para una base de cálculo de 756 gramos .....                            | 98  |
| <b>Tabla 30</b> Resultados ensayo Marshall diseño de mezclas .....   | 99  |
| <b>Tabla 31</b> Resultados del estadístico de prueba de normalidad para flujo.....   | 101 |
| <b>Tabla 32</b> Prueba de Levene para verificación de varianza .....   | 102 |
| <b>Tabla 33</b> Tabla ANOVA para flujo .....   | 103 |
| <b>Tabla 34</b> Resultados del estadístico de prueba de normalidad para estabilidad .....                                      | 104 |
| <b>Tabla 35</b> Resultados del estadístico de prueba de normalidad para estabilidad <sup>-2,725</sup> .....                    | 105 |
| <b>Tabla 36</b> Prueba de Levene para verificación de varianza .....   | 107 |
| <b>Tabla 37</b> Tabla ANOVA para Est transformada .....  | 107 |
| <b>Tabla 38</b> Valores óptimo de los componentes en la mezcla.....  | 108 |
| <b>Tabla 39</b> Respuesta esperada de las variables de interés según la formulación óptima .....                               | 109 |
| <b>Tabla 40</b> Valores óptimos de los componentes en la mezcla .....  | 109 |
| <b>Tabla 41</b> Respuesta esperada de las variables de interés según la formulación óptima .....                               | 109 |
| <b>Tabla 42</b> Formulación definitiva del lodo asfáltico.....   | 110 |

|   |     |
|---|-----|
| <b>Tabla 43</b> Viscosidad a 25 °C de cada uno de los componentes involucrados en la formulación .....                | 111 |
| <b>Tabla 44</b> Evolución de la viscosidad a 25 °C del lodo asfáltico en el tiempo .....                              | 112 |
| <b>Tabla 45</b> Pérdida de masa del lodo en ensayo de destilación .....   | 113 |
| <b>Tabla 46</b> Punto de ablandamiento de ligantes formulados .....   | 115 |
| <b>Tabla 47</b> Valores de penetración de ligantes formulados .....   | 116 |
| <b>Tabla 48</b> Puntos de inflamación por copa abierta Cleveland para los ligantes formulados .....                   | 117 |
| <b>Tabla 49</b> Valores de la curva de viscosidad rotacional.....   | 118 |
| <b>Tabla 50</b> Resultados RTFO en ligante 11 .....   | 120 |
| <b>Tabla 51</b> Resultados RTFO en ligante 11+SBS .....   | 120 |
| <b>Tabla 52</b> Condiciones para envejecimiento PAV en todas las muestras .....                                       | 120 |
| <b>Tabla 53</b> Resultados reológicos para temperatura máxima en ligante 11 virgen, envejecido a RTFO y PAV .....     | 121 |
| <b>Tabla 54</b> Resultados reológicos para temperatura máxima en ligante 11+SBS virgen, envejecido a RTFO y PAV ..... | 122 |
| <b>Tabla 55</b> Resultados ensayo BBR para temperatura mínima en ligante 11 .....                                     | 122 |
| <b>Tabla 56</b> Resultados ensayo BBR para temperatura mínima en ligante 11+SBS .....                                 | 123 |
| <b>Tabla 57</b> Resultados grado de desempeño en ligante .....  | 125 |
| <b>Tabla 58</b> Resultados grado de desempeño en ligante 11+SBS.....  | 126 |
| <b>Tabla 59</b> Condiciones de formulación para el proceso de emulsión .....  | 128 |
| <b>Tabla 60</b> Tipo de mezclas y codificación de las mismas según el diseño de experimentos .....                    | 131 |
| <b>Tabla 61</b> Resultados de estabilidad y flujo del ensayo Marshall.....  | 132 |
| <b>Tabla 62</b> Densidad relativa de los diferentes ligantes formulados .....   | 135 |
| <b>Tabla 63</b> Resultados gravedad específica agregados finos de las series granulométricas .....                    | 136 |
| <b>Tabla 64</b> Resultados gravedad específica agregados gruesos de las series granulométricas.....                   | 138 |
| <b>Tabla 65</b> Resultado gravedad específica del llenante mineral.....   | 139 |
| <b>Tabla 66</b> Resultados de la gravedad específica Bulk de los agregados combinados.....                            | 140 |
| <b>Tabla 67</b> Resultados obtenidos para las gravedades específicas máxima de las mezclas .....                      | 141 |
| <b>Tabla 68</b> Resultados de la gravedad $G_{se}$ de las diferentes mezclas .....                                    | 142 |
| <b>Tabla 69</b> Resultados de gravedad específica bulk $G_{mb}$ de las mezclas asfálticas compactadas .....           | 144 |
| <b>Tabla 70</b> Valores calculados de los términos relacionados con el análisis volumétrico .....                     | 147 |
| <b>Tabla 71</b> Resultados del ensayo TSR .....   | 151 |
| <b>Tabla 72</b> Resultados del análisis de lixiviados .....   | 154 |
| <b>Tabla 73</b> Resultados para estabilidad y flujo de probetas sometidas a envejecimiento acelerado .....            | 157 |
| <b>Tabla 74</b> Costos relacionados con la carpeta asfáltica por m <sup>3</sup> empleando emulsión en frío.....       | 162 |
| <b>Tabla 75</b> Cálculo estimado de lodo asfáltico para el proyecto .....   | 163 |
| <b>Tabla 76</b> Costos asociados a los componentes para la producción de 1 kg de lodo.....                            | 163 |
| <b>Tabla 77</b> Costos de los procesos de reducción de tamaño y mezclado de la gilsonita .....                        | 164 |
| <b>Tabla 78</b> Cantidad de componentes necesaria para la producción del lodo requerida en el proyecto.....           | 164 |
| <b>Tabla 79</b> Cantidad de lodo requerido para reemplazar asfalto residual y cemento de la emulsión .....            | 165 |
| <b>Tabla 80</b> Costos totales por componentes y procesos .....   | 165 |
| <b>Tabla 81</b> Cantidad y costo de combustible requerido para la mezcla asfáltica en caliente .....                  | 166 |
| <b>Tabla 82</b> Lodo requerido en galones .....   | 166 |
| <b>Tabla 83</b> Resumen comparativo de costos entre el uso de emulsión en frío y el lodo asfáltico desarrollado ..... | 167 |

## LISTA DE FIGURAS

|   |     |
|---|-----|
| <b>Figura 1</b> Principales depósitos de asfaltos naturales en Colombia.....  | 27  |
| <b>Figura 2</b> Grado de desempeño de asfaltos rejuvenecidos.....   | 33  |
| <b>Figura 3</b> Estructura química de los asfaltos.....   | 38  |
| <b>Figura 4</b> Clasificación de los asfaltos en relación con su solubilidad en CS <sub>2</sub> .....                             | 45  |
| <b>Figura 5</b> Apariencia de la gilsonita .....  | 47  |
| <b>Figura 6</b> Modelo de los principales componentes de la estructura de gilsonita .....   | 47  |
| <b>Figura 7</b> Emulsiones según el tipo de carga, catiónica izquierda y aniónica derecha .....                                   | 50  |
| <b>Figura 8</b> Diagrama emulsión asfáltica.....  | 51  |
| <b>Figura 9</b> Determinación de penetración, punto de ablandamiento y punto de inflamación de la gilsonita                       | 64  |
| <b>Figura 10</b> Determinación de humedad y cenizas.....  | 66  |
| <b>Figura 11</b> Digestión de gilsonita en n-heptano y separación de las fracciones malténicas y asfálticas .                     | 68  |
| <b>Figura 12</b> Montaje experimental para realizar el fraccionamiento SARA .....   | 69  |
| <b>Figura 13</b> Micrografías de gilsonita y asfalto convencional .....   | 70  |
| <b>Figura 14</b> Espectro FTIR de la gilsonita .....  | 71  |
| <b>Figura 15</b> Termograma de la gilsonita desde temperatura ambiente hasta 600°C .....  | 72  |
| <b>Figura 16</b> Metodología para estimar el consumo energético y costos asociados a la reducción de tamaño de la gilsonita ..... | 74  |
| <b>Figura 17</b> Determinación del diámetro promedio de las partículas de gilsonita .....   | 75  |
| <b>Figura 18</b> Curva granulométrica de la gilsonita .....   | 76  |
| <b>Figura 19</b> Cuerpos molidores y molino de bolas utilizados .....   | 77  |
| <b>Figura 20</b> Equipo y muestras para determinar el tamaño de partícula .....   | 80  |
| <b>Figura 21</b> Distribución de los tamaños de partícula de las muestras sometidas al proceso de molienda...                     | 81  |
| <b>Figura 22</b> Curvas de distribución del material pasante para las muestras a tres tiempos de residencia....                   | 82  |
| <b>Figura 23</b> Proceso de mezclado de los componentes del lodo asfáltico .....  | 85  |
| <b>Figura 24</b> Proceso de elaboración de mezclas asfálticas en caliente .....   | 86  |
| <b>Figura 25</b> Ensayo de deformación y flujo en máquina universal .....   | 87  |
| <b>Figura 26</b> Fases del desarrollo experimental.....   | 89  |
| <b>Figura 27</b> Diagrama de análisis térmico del aceite base.....  | 90  |
| <b>Figura 28</b> Espectro infrarrojo del aceite base .....  | 91  |
| <b>Figura 29</b> Diagrama de análisis térmico del aceite vegetal .....  | 91  |
| <b>Figura 30</b> Espectro infrarrojo del aceite vegetal .....   | 92  |
| <b>Figura 31</b> Diagrama de análisis térmico del solvente de petróleo.....   | 92  |
| <b>Figura 32</b> Espectro infrarrojo del solvente de petróleo .....   | 94  |
| <b>Figura 33</b> Diagrama del análisis térmico del aditivo comercial .....  | 94  |
| <b>Figura 34</b> Espectro infrarrojo del aditivo comercial .....  | 95  |
| <b>Figura 35</b> Serie de tamices para separar los rangos granulométricos y materiales para las mezclas asfálticas .....          | 96  |
| <b>Figura 36</b> Proceso de elaboración de las mezclas asfálticas.....  | 96  |
| <b>Figura 37</b> Análisis de estabilidad y flujo en mezclas asfálticas .....  | 97  |
| <b>Figura 38</b> Gráfico de probabilidad normal para flujo.....   | 101 |
| <b>Figura 39</b> Histograma para flujo .....  | 102 |
| <b>Figura 40</b> Gráfico de residuos para flujo.....  | 103 |
| <b>Figura 41</b> Gráfico de probabilidad normal para estabilidad.....   | 104 |

|   |     |
|---|-----|
| <b>Figura 42</b> Histograma para estabilidad.....   | 105 |
| <b>Figura 43</b> Gráfico de probabilidad normal para estabilidad <sup>-2,725</sup> .....  | 106 |
| <b>Figura 44</b> Histograma para estabilidad <sup>-2,725</sup> .....  | 106 |
| <b>Figura 45</b> Gráfica de residuos para Est transformada .....  | 108 |
| <b>Figura 46</b> Determinación de la viscosidad en viscosímetro Brookfield.....   | 111 |
| <b>Figura 47</b> Destilación del lodo asfáltico formulado .....   | 112 |
| <b>Figura 48</b> Ensayos de agitación y calentamiento para la conversión del lodo en ligante.....   | 114 |
| <b>Figura 49</b> Determinación del punto de ablandamiento del ligante 11 y ligante 11+SBS.....  | 115 |
| <b>Figura 50</b> Acondicionamiento de muestras y determinación de penetración.....  | 116 |
| <b>Figura 51</b> Montaje para punto de inflamación por copa abierta Cleveland .....   | 117 |
| <b>Figura 52</b> Determinación de las curvas de viscosidad rotacional en los ligantes.....  | 118 |
| <b>Figura 53</b> Reómetro DSR TA Instruments DHR1 .....   | 119 |
| <b>Figura 54</b> Molino coloidal utilizado en el proceso de emulsificación.....   | 127 |
| <b>Figura 55</b> Tipos de agregados: tamizados, lavados y preparados para elaborar las mezclas asfálticas ...                                 | 129 |
| <b>Figura 56</b> Curva granulométrica MDC-19 .....  | 130 |
| <b>Figura 57</b> Curva granulométrica MSC-19.....   | 131 |
| <b>Figura 58</b> Marco metodológico para el análisis volumétrico .....  | 134 |
| <b>Figura 59</b> Determinación de la densidad de las formulaciones, picnómetro y baño de agua.....  | 135 |
| <b>Figura 60</b> Cono, pisón y matraz para prueba de arena superficialmente seca.....   | 136 |
| <b>Figura 61</b> Condición superficie saturada seca y montaje para medir peso de la muestra sumergida.....                                    | 137 |
| <b>Figura 62</b> Procedimientos para calcular la gravedad específica del llenante mineral .....   | 138 |
| <b>Figura 63</b> Procedimiento para determinar la gravedad específica de la mezcla asfáltica .....  | 140 |
| <b>Figura 64</b> Determinación de gravedad específica bulk y densidad de las mezclas asfálticas compactadas .....                             | 143 |
| <b>Figura 65</b> Elaboración de probetas para ensayo TSR.....   | 150 |
| <b>Figura 66</b> Procedimiento para realizar el análisis TSR .....  | 151 |
| <b>Figura 67</b> Cámara dinámica de lixiviación .....   | 153 |
| <b>Figura 68</b> Proceso de lixiviación de las mezclas asfálticas dosificadas con lodo y ligante 11 .....                                     | 153 |
| <b>Figura 69</b> Procedimientos para el análisis de intemperismo acelerado en mezclas asfálticas aditivadas con los productos obtenidos ..... | 156 |
| <b>Figura 70</b> Curva de estabilidad vs flujo para la MDC-19 con lodo 11.....  | 157 |
| <b>Figura 71</b> Curva de estabilidad vs flujo para la MDC-19 con ligante 11 .....  | 158 |
| <b>Figura 72</b> Curva de estabilidad vs flujo para la MSC-19 con ligante 11 .....  | 158 |
| <b>Figura 73</b> Ubicación proyecto caso de estudio.....  | 160 |
| <b>Figura 74</b> Estructura típica de un pavimento flexible .....   | 161 |

## Glosario de Términos

**Absorción:** es el incremento de la masa de un agregado, ocasionada a la penetración de agua dentro de los poros de sus partículas durante un periodo determinado, pero sin incluir el agua adherida a la superficie exterior de las partículas.

**Asfalto:** material cementicio de color marrón oscuro a negro, de consistencia sólida o semisólida; compuesto por constituyentes predominantemente bituminosos que se encuentran en la naturaleza o se obtienen como residuos en la refinación de petróleo (Sociedad Estadounidense de Materiales de Ensayo ASTM)

**Betún:** término genérico definido por la ASTM como una clase de sustancias cementicias negras o de color oscuro (sólidas, semisólidas o viscosas), naturales o fabricadas. Los betunes están compuestos principalmente por hidrocarburos de alta masa molecular, de los cuales son típicos el asfalto, los alquitranes, la brea y las asfaltitas. Comercialmente, estos se producen a partir de la destilación destructiva de carbón, petróleo crudo y otras materias orgánicas.

**Bitumen o mineral bituminoso:** sustancia sólida o semisólida derivada del kerógeno y precursora del petróleo. Representa el contenido orgánico en rocas sedimentarias solubles e solventes orgánicos comunes.

**Capa de rodadura:** capa superior de un pavimento que está en contacto con el tránsito; su objetivo es proteger la estructura del pavimento y sostener directamente el tránsito.

**Cemento asfáltico:** material negro, muy viscoso y compuesto principalmente por bitumen y otros elementos químicos en menor proporción (oxígeno, nitrógeno y azufre), el cual se obtiene por medio de un proceso de destilación del crudo en una refinería.

**Concreto asfáltico:** material de construcción utilizado en las estructuras de pavimento flexible, se compone fundamentalmente de agregados pétreos recubiertos por una película de ligante asfáltico.

**Contenido de asfalto efectivo:** contenido total de asfalto en la mezcla, menos la fracción de ligante asfáltico absorbida por las partículas del agregado. Se expresa como porcentaje de la masa de la mezcla.

**Densidad:** masa del material por unidad de volumen a 25 °C (77 °F).

**Densidad bulk:** es la masa del material por metro cúbico (o pie cúbico) del material a una determinada temperatura, generalmente a 25 °C (77 °F) para mezclas asfálticas.

**Gravedad específica:** relación entre la masa de un material a 25 °C (77 °F) y la masa de un volumen igual de agua a la misma temperatura.

**Infraestructura vial:** conjunto de elementos que permite el desplazamiento de vehículos. La constituye la vía y todos sus soportes que conforman la estructura de las carreteras y caminos.

**Gravedad específica aparente del agregado:** relación entre la masa en estado seco de una unidad de volumen de la parte impermeable de agregado, y la masa de un igual volumen de agua destilada libre de gas, ambos a la misma temperatura establecida. Su valor es adimensional.

**Gravedad específica bulk:** relación entre la masa de un volumen dado de material, y la masa de un volumen igual de agua destilada, libre de gas, a la misma temperatura.

**Gravedad específica bulk de una mezcla asfáltica compactada:** es la relación entre la masa de un volumen de mezcla total compactada (teniendo en cuenta los vacíos que quedan entre las partículas recubiertas con asfalto) y la masa de un volumen igual de agua destilada libre de gas a una temperatura establecida. Su valor es adimensional.

**Gravedad específica bulk del agregado:** relación entre la masa en estado seco de una unidad de agregado, incluyendo los vacíos permeables e impermeables, y la masa de un igual volumen de agua destilada libre de gas, ambos a la misma temperatura establecida. Su valor es adimensional.

**Gravedad específica efectiva del agregado:** relación entre la masa en estado seco de una unidad de volumen de agregado, excluyendo los vacíos permeables del asfalto, y la masa de un igual volumen de agua destilada libre de gas, ambos a la misma temperatura establecida. Su valor es adimensional.

**Gravedad específica máxima:** en una mezcla sin compactar es la relación entre la masa de una muestra de mezcla (sin tener en cuenta los vacíos que quedan entre las partículas recubiertas con asfalto,  $V_a=0$ ) y la masa de un volumen igual de agua destilada libre de gas a una temperatura establecida. Su valor es adimensional.

Mezcla asfáltica: mezcla de aglutinante y áridos finos y gruesos

**Pavimento:** estructura de varias capas superpuestas de diferentes materiales, construida sobre el terreno natural o nivelado con el fin de obtener una superficie apta que presente la rigidez y durabilidad necesaria para el tránsito de vehículos. Por lo general, está conformada por capa de rodadura, base y subbase.

**pH:** medida del grado de acidez o alcalinidad, indicativo de la actividad de los iones  $H^+$  en la solución o suspensión.

**Relación de polvo o relación llenante/ligante efectivo:** relación en masa, entre el porcentaje de agregado que pasa el tamiz de 75  $\mu\text{m}$  (No. 200),  $P_{0,075}$  y el contenido de asfalto efectivo ( $P_{be}$ ) en una mezcla asfáltica, referidos ambos a la masa total de la mezcla.

**Vacíos en el agregado mineral VAM:** volumen del espacio vacío entre las partículas del agregado de una mezcla asfáltica en caliente compactada. Incluyen los vacíos con aire y el volumen de asfalto efectivo, y se expresan como porcentaje del volumen total del espécimen.

**Vacíos con aire:** son las pequeñas bolsas de aire que se encuentran entre las partículas del agregado cubiertos con asfalto en una mezcla asfáltica compactada. Se expresan como porcentaje del volumen total del espécimen.

**Vacíos llenos de asfalto VFA:** fracción de vacíos intergranulares en el agregado mineral que contiene ligante asfáltico. Representan el volumen de asfalto efectivo presente en la mezcla y se acostumbra a expresarlos como porcentaje de los VAM.

**Vía terciaria:** son aquellas vías de acceso que unen las cabeceras municipales con sus veredas o unen veredas entre sí.

## Lista de Símbolos y Abreviaturas

**AASHTO:** American Association of State Highway and Transportation Officials

**AFM:** Atomic force microscopy

**ASTM:** American Society of Testing Materials

**CA:** Cemento asfáltico

**DSC:** Differential Scanning Calorimetry

**E'**: módulo de almacenamiento o elástico

**E''**: módulo de pérdidas o viscoso

**FTIR:** Fourier Transform Infrared Spectroscopy

**G\***: módulo de corte complejo

**G'**: módulo de corte de almacenamiento

**G''**: módulo de corte de pérdidas

**G<sub>mb</sub>**: gravedad específica bulk de una mezcla asfáltica compactada

**G<sub>mm</sub>**: gravedad específica máxima

**G<sub>s</sub>**: gravedad específica aparente del agregado

**G<sub>se</sub>**: gravedad específica efectiva del agregado

**G<sub>sb</sub>**: gravedad específica bulk del agregado

**IC:** Índice de estabilidad coloidal

**Invias:** Instituto Nacional de Vías

**MDC:** Mezcla Densa en Caliente

**MGC:** Mezcla Gruesa en Caliente

**MSC:** Mezcla Semidensa en Caliente

**η:** viscosidad del material

**NMR:** Nuclear Magnetic Resonance

**NT1, NT2, NT3:** nivel de tránsito 1, nivel de tránsito 2, nivel de tránsito 3

**P<sub>be</sub>**: contenido de asfalto efectivo

**P<sub>0,075</sub>/P<sub>be</sub>**: relación de polvo o relación llenante/ligante efectivo

**SUCS:** Sistema Unificado de Clasificación de suelos

**SUPERPAVE:** Superior Performing Asphalt Pavements

**V<sub>a</sub>**: vacíos con aire

**VAM:** vacíos en el agregado mineral

**VFA:** vacíos llenos de asfalto

**SARA:** Saturados, Aromáticos, Resinas y Asfaltenos

**SBS:** Estireno Butadieno Estireno

**TGA:** Thermal Gravimetric Analysis

**PE:** Polietileno

**PEAD:** Polietileno de alta densidad

**PEBD:** Polietileno de baja densidad

**PMA:** Polymer Modified Asphalts

**PU:** Poliuretano

## **Anexos**

**Anexo 1.** Franjas granulométricas según Invías

**Anexo 2.** Diseño preliminar según Especificaciones Invías capítulo 4

**Anexo 3.** Matriz de datos resultante para las 12 formulaciones

**Anexo 4.** Factor de corrección para estabilidad

**Anexo 5.** Criterios para aceptación o rechazo de valores en estabilidad y flujo Marshall

**Anexo 6.** Resultados ensayo Marshall diseño preliminar

**Anexo .7** Resultado análisis volumétrico en las mezclas asfálticas

## Resumen

En esta investigación se desarrolló una nueva tecnología para aplicaciones en infraestructura vial a partir de una gilsonita colombiana proveniente de una mina ubicada en el departamento de Santander que presentó un tamaño aproximado entre 2 a 12.5 cm. Su caracterización fisicoquímica se realizó empleando técnicas analíticas e instrumentales como punto de ablandamiento, punto de inflamación, penetración, análisis elemental (CHON-S) y Espectrometría de Fluorescencia de Rayos X - XRF; fraccionamiento SARA, Microscopía de Fuerza Atómica - AFM, Espectrometría Infrarroja por Transformada de Fourier - FTIR/ATR, Análisis Termogravimétrico - TGA y análisis de tamaño de partícula.

La caracterización fisicoquímica de la gilsonita indicó un elevado contenido de asfaltenos alrededor de 69%, penetración cero, punto de ablandamiento de  $214 \pm 5$  °C y punto de inflamación de 260 °C; lo cual demostró que la gilsonita *per se* no presenta propiedades adecuadas para su empleo como ligante. Sin embargo, estas características constituyeron el punto de partida para abordar un escenario de investigación consistente en mezclarla con otras sustancias afines químicamente y obtener nuevos productos. En este sentido se empleó un aceite vegetal, un aceite quemado de motor, un solvente derivado de petróleo y un aditivo comercial rejuvenecedor de asfaltos. Para determinar la contribución en masa de cada uno de los materiales involucrados en la formulación del lodo asfáltico, se realizó el análisis de estabilidad y flujo en mezclas asfálticas siguiendo la metodología Marshall. Se siguió un diseño de experimentos de mezclas en Statgraphics®, fijando los rangos mínimo y máximo de cada uno de los compuestos en la mezcla; la estabilidad (kN) y flujo (mm) se precisaron como variables de salida. La gilsonita fue sometida a un proceso de reducción de tamaño en molino de bolas. El polvo de gilsonita obtenido fue mezclado con cada uno de los materiales de acuerdo con el diseño de experimentos, obteniéndose los lodos asfálticos de consistencia líquida con una viscosidad rotacional alrededor de 3.000 cP en condiciones ambientales, color negro e inodoro.

Posteriormente el lodo se sometió a una temperatura de 170 °C y una agitación de 1000 rpm durante 120 minutos para lograr ligantes asfálticos que al final del procedimiento presentaron una consistencia similar a la de asfaltos convencionales. Para la mezcla asfáltica se utilizó una distribución granulométrica para Mezcla Densa en Caliente 19 (MDC-19). Los resultados mostraron que la mayoría de las formulaciones cumplían con los requisitos de las especificaciones

Invías respecto a estabilidad y flujo puesto que se obtuvieron valores superiores a los 7.500 N y a los 2 mm respectivamente. Luego, se modificó el ligante obtenido con polímero estireno-butadieno-estireno SBS y azufre como reticulante bajo condiciones similares de temperatura y agitación. Tanto el ligante y el ligante modificado tuvieron en PG 88-22, adicionalmente se realizó la curva de viscosidad para determinar la temperatura de mezclado y compactación en mezclas asfálticas; grado de penetración y punto de ablandamiento. Los productos obtenidos fueron evaluados en Mezclas Densas en Caliente MDC-19 y Mezclas Semidensas en Caliente MSC-19. Se empleó análisis de estabilidad y flujo; análisis volumétrico según la metodología Superpave y ensayo de tracción indirecta Tensile Strength Ratio, TSR. Los resultados indicaron que las algunas de las mezclas cumplieron con casi todos los parámetros del diseño preliminar.

Para el análisis ambiental de las mezclas asfálticas formuladas se empleó una metodología de lixiviado tanto del lodo como del ligante. Los resultados mostraron que los productos desarrollados no representan un riesgo para los cuerpos de agua o suelos con los cuales puedan interactuar; los valores de los parámetros fisicoquímicos DBO y DQO están por debajo de la normativa colombiana y su relación con un valor de 0.5 en todos los casos analizados indica que los lixiviados son biodegradables.

Adicionalmente se hicieron ensayos de intemperismo acelerado empleando una cámara de envejecimiento QUV, para lo cual se elaboraron probetas MDC-19 con el lodo, MDC-19 y MSC-19 con el ligante 11 y se sometieron a condiciones aceleradas de humedad, temperatura e irradiación UV. De acuerdo con los resultados de los factores de aceleración calculados se simularon aproximadamente 9 meses de condiciones ambientales naturales; luego del tiempo de exposición, las probetas se fallaron para conocer su condición de estabilidad y flujo. Se obtuvo valores de estabilidad alrededor de 14.000 N y flujos a partir de 2,4 mm; lo que indica que las mezclas asfálticas elaboradas cumplen para un NT3.

Se realizó un análisis económico mediante un cuadro comparativo de dos tecnologías similares desde el punto de vista económico para la intervención de 5,3 km de una vía terciaria ubicada en zona rural del municipio de Puerto Caicedo, departamento del Putumayo con una emulsión asfáltica en frío y con el lodo asfáltico desarrollado en esta investigación. Se estimó un costo global más bajo para el uso del lodo con una diferencia de aproximadamente USD 300.000.

Los resultados de esta investigación conjugan tanto el desarrollo de nuevos materiales como la innovación en metodologías de síntesis y procesamiento de materiales. La gilsonita es un

material natural disponible en el país, que posee una estructura química y una matriz asfáltica que ofrece una gran versatilidad para ser combinada con un amplio abanico de sustancias que presenten similitud con su naturaleza química. Bajo escenarios de sostenibilidad y economía circular, estas sustancias pueden encontrarse en residuos industriales, los cuales perderían su condición de residuo al adquirir el carácter de recurso para formar nuevos productos tecnológicos para el desarrollo de la infraestructura vial del país.

**Palabras Claves:** gilsonita, asfalto natural, ligantes asfálticos, modificación de asfaltos, infraestructura vial.

## Capítulo 1. Introducción

**Objetivo general:** desarrollar una nueva tecnología a partir de un asfalto natural para evaluar su desempeño en aplicaciones relacionadas con la infraestructura vial.

**Objetivos específicos:**

- Caracterizar fisicoquímicamente las especies y compuestos químicos presentes en la gilsonita colombiana.
- Formular un diseño de experimentos para un nuevo material con base en gilsonita y aditivos afines químicamente.
- Caracterizar los productos y ligantes obtenidos con la formulación.
- Evaluar el desempeño de las mezclas asfálticas dosificadas con los productos desarrollados en función de sus propiedades mecánicas, volumétricas y de durabilidad.
- Evaluar el desempeño ambiental mediante un análisis de lixiviados.
- Determinar la viabilidad económica de los productos formulados mediante un análisis comparativo con tecnologías similares en el mercado.

El desarrollo de la infraestructura vial de un país representa un gran reto para su competitividad y movilidad social. De los 206.708 km de vías inventariadas en Colombia, 142.284 corresponden a la red terciaria; es decir que de cada 10 km de la red vial, 7 km son de vías terciarias. Según la Asociación Nacional de Instituciones Financieras ANIF, de la inversión para la infraestructura vial en el año 2017 realizada por el Instituto Nacional de Vías Inviadas solo el 0,7 % se destinó para su mantenimiento. Así pues, la inversión total alcanzó COP 261.000 millones (USD 73.017.099), lo que representa un 0,03 % del PIB nacional; mientras que el Banco Mundial recomienda que las inversiones anuales en este campo no sean menores al 0,4 % del PIB. Según el Departamento Nacional de Planeación DNP, la cuarta parte de las vías terciarias del país están en tierra; en lo referente a la calidad de la red vial según el índice que realiza el Foro Económico Mundial, la economía colombiana se ubica en la posición 110 entre 137 países [1].

Las vías terciarias en Colombia se caracterizan por la presencia de suelos expansivos y altamente orgánicos; se encuentran en zonas con condiciones climáticas adversas y extremas, es decir periodos de lluvia y sequía bien marcados: y son de difícil acceso por lo que los materiales adecuados para su tratamiento son escasos y su transporte desde otras regiones eleva los costos de cualquier intervención. Estos factores económicos y técnicos evidencian que para los municipios,

que poseen el mayor porcentaje de vías en la red terciaria, se plantea un difícil escenario en cuanto a la gestión de su infraestructura de transporte.

Para la construcción y rehabilitación de obras de infraestructura vial se cuenta con tecnologías como pavimento rígido, pavimento flexible; alternativas para la estabilización o mejoramiento de suelos empleando cemento, cal, aditivos para aplicaciones específicas como polímeros, emulsiones enzimáticas, aceites sulfonados, organosilanos, sales orgánicas e inorgánicas, paliativos de polvos, entre otros [2]. Los pavimentos asfálticos agrupan a cualquier tipo de pavimento que use asfalto en su construcción; el pavimento asfáltico con asfaltos derivados de la refinación del crudo es ampliamente usado debido a que las mezclas resultantes presentan superficies lisas que permiten una conducción confortable y tiempos relativamente cortos de construcción [3]. Sin embargo, este tipo de estructuras se caracterizan por los costos elevados de la materia prima y requerimientos de ingeniería complejos.

Los asfaltos naturales son materiales bituminosos que tienen su origen en yacimientos de rocas asfálticas formados durante millones de años por la acción combinada de calor, presión, oxidación y microorganismos; y al separarse de su depósito de piedra subterránea, ascienden hacia la superficie terrestre [4]. Consisten en una mezcla de hidrocarburos, resinas y asfaltitas combinados con materiales pétreos y minerales finos; presentan aspecto resinoso y fractura coloidal [5]. Son relativamente duros y suelen aparecer en forma sólida a 25 °C y como líquido viscoso a 175 °C [6]. Debido a que en su formación los hidrocarburos migran entre las fisuras, grietas y fracturas de rocas y capas del suelo, existe una gama amplia de este tipo de asfaltos: algunos en estado muy puro, sin residuos minerales, y otros mezclados con minerales en mayor o menor proporción, dando lugar a varios tipos de estructuración molecular y composición química. Es así como se pueden encontrar asfaltos naturales sólidos o semisólidos; crudos de petróleo; crudos combinados con minerales o agregados y asfaltitas duras como las gilsonitas [7]. Entre los asfaltos naturales, las asfaltitas suelen ser utilizadas como refuerzo en asfaltos que mejoran el rendimiento y estabilidad de la mezcla asfáltica, disminuyendo la susceptibilidad térmica y efectos negativos del agua [8] [9].

En Colombia se estima que existen 26 yacimientos de asfaltos naturales y al menos 5 minas que se encuentran actualmente en explotación. El material encontrado en las minas presenta entre 5 % -13 % de asfalto. En el país se han documentado experiencias con el uso de estos materiales como alternativa para mejorar algunas propiedades y comportamientos de las mezclas asfálticas

convencionales, y se aprecia un incremento en la calidad tecnológica de su uso y aplicación que puede llevar a una implementación masiva y económica de estos materiales en la infraestructura vial del país. [10]. Las características propias de cada yacimiento de asfalto natural obligan a una particular forma tecnológica de aplicación, que debe realizarse con base en las exigencias técnicas específicas de cada proyecto.

Las propiedades de los asfaltos naturales indican que podrían usarse en vías con diferentes niveles de tránsito en las diferentes capas del pavimento, previa caracterización y modificación con agregados pétreos y/o aditivos químicos [9]. Las bondades que ofrecen estos materiales, las experiencias previas y el mayor conocimiento de sus propiedades y desempeño, condujo a que en el año 2017 el Invías adoptara las *Especificaciones Particulares de Construcción para el uso de Mezclas de Asfalto Natural MAN como alternativa de pavimentación en proyectos de carreteras terciarias de bajos volúmenes de tránsito y/o en vías de bajos volúmenes de tránsito, categoría NTI* [11]

La gilsonita es un asfalto natural que al permanecer bajo tierra o cerca de la superficie del suelo, gradualmente se ha solidificado y oxidado formando una sustancia sólida, dura, negra y fácilmente pulverizable por su carácter frágil. Su formación y exposición continua al entorno natural han generado en la gilsonita propiedades físicas muy estables, resistencia al envejecimiento y a las altas temperaturas [4]. Las fracciones pesadas y las cargas minerales son los dos componentes principales de la gilsonita, caracterizada por su elevado contenido de asfaltos respecto a los asfaltos convencionales de refinería [12] [8]; no obstante, debido a que es una sustancia proveniente de fuentes naturales, su composición química es variable [13]. En la industria el uso de la gilsonita tiene un amplio espectro de aplicaciones, de las cuales se destacan: industria de la fundición, asfalto, pigmentos, tintas y pinturas, industria petroquímica y gas [21] [22]. En Colombia se han realizado algunas aplicaciones de este tipo de material asfáltico para el diseño de mezclas asfálticas [7] [23], sin embargo no se aprecia un uso generalizado dado que el ligante mayoritariamente utilizado es el asfalto procedente de las refinerías.

El índice de estabilidad coloidal (IC) es un parámetro que relaciona aspectos composicionales de la fase dispersa y la fase continua en asfaltos, es decir, los constituyentes floculados respecto a los dispersos de un material asfáltico considerado este como un sistema coloidal [24] [25]. Este índice toma en cuenta las fracciones del análisis SARA el cual es un procedimiento en el que por medio de cromatografía en columna se realiza el fraccionamiento

químico del asfalto con solventes como n-heptano, tolueno, metanol y tricloroetanol; separando el asfalto en sus fracciones características (Saturados, Aromáticos, Resinas y Asfaltenos: SARA). El IC se define como:

$$IC = \frac{\% \text{ saturados} + \% \text{ asfaltenos}}{\% \text{ aromáticos} + \% \text{ resinas}}$$

A menor valor del IC, mayor es la estabilidad de asfaltenos en el medio. Se ha demostrado experimentalmente que cuando  $IC \geq 0.9$  los asfaltenos son inestables en el medio, y por tanto el asfalto resulta inestable y no se considera apto para pavimentos [24] [25] [26]. En el caso específico de una gilsonita con la composición SARA mostrada en la Tabla 1, el  $IC = 4,34$  indica que no presenta características adecuadas para su uso en un pavimento. En este sentido, la gilsonita *per se* no presenta propiedades de interés para ser usada como ligante asfáltico, pues su composición química dependiendo de su origen hace que tenga índices de estabilidad coloidal elevados respecto a los índices de asfaltos convencionales. Además, su punto de ablandamiento alcanza valores de temperatura mayor a los 200 °C, lo que implicaría altos requerimientos energéticos, económicos y técnicos para el mezclado con el agregado.

**Tabla 1**

*Resultados del fraccionamiento SARA en una muestra de gilsonita [13]*

| Componente | Fracción en masa, % |
|------------|---------------------|
| Saturados  | 1,6                 |
| Asfaltenos | 79,7                |
| Resinas    | 18,7                |
| Aromáticos | 0                   |

En general, los asfaltos naturales al igual que los crudos pesados tienen muy poca aplicación industrial, y aun cuando contienen ciertos porcentajes de solventes, su procesamiento es costoso, comparado con rentabilidad que podrían brindar los productos de refinación [14].

La gilsonita en condiciones ambientales presenta un grado de penetración de cero [27], indicativo de su dureza; no obstante ser un material frágil que es fácilmente reducido de tamaño con lo cual presenta ventajas para usos como aditivo para pinturas o tintas oscuras [26] [28]. Debido

a su alto contenido en asfaltenos, en la ingeniería de carreteras su principal uso ha sido como aditivo para endurecer asfaltos blandos que requieren alterar su grado de desempeño, aumentando el rango de temperaturas para su aplicación [12] [15]. De otra parte, la gilsonita es un material altamente compatible con el asfalto y con los aglutinantes de asfalto convencionales, debido a que tienen una composición química similar [16]; por lo que ha sido empleada para modificar las propiedades de los aglutinantes asfálticos. En particular, se utiliza para aumentar la rigidez y la susceptibilidad térmica, ayudando a aumentar la resistencia de las mezclas asfálticas en caliente; se logra mayor estabilidad y menor rango de deformaciones permanentes, lo que se traduce en una mayor resistencia al ahuellamiento y al agrietamiento por fatiga y por baja temperatura [6] [17] [18].

En el marco de las consideraciones anteriores, la gilsonita es un material atractivo para la investigación de nuevos productos, puesto que se puede mezclar con aditivos de diferente naturaleza que permitan generar nuevas matrices de trabajo y con ello metodologías económicas y eficientes para obtener modificadores satisfactorios de aglutinantes asfálticos en aplicaciones específicas [7]. En la literatura especializada se encuentran muchas contribuciones y trabajos de investigación respecto al uso de polímeros, aceites vegetales, rejuvenecedores comerciales, residuos industriales resinosos, fibras de celulosa y solventes de petróleo para mejorar características propias de los asfaltos. La naturaleza química de la gilsonita es compatible con la del asfalto puesto que su estructura y composición en saturados, asfaltenos, resinas y aromáticos SARA es similar aunque con proporciones considerablemente diferentes: por lo general asfaltenos > 60 % en gilsonitas y asfaltenos < 20 % en asfaltos convencionales. Así pues, todos los aditivos mencionados también tienen buena afinidad con la gilsonita y son susceptibles de ser usados individual o en sistemas mixtos para generar nuevos compuestos.

De otra parte, el uso global y generalizado de asfalto para la elaboración de pavimentos flexibles, ha puesto de manifiesto la necesidad de mejorar sus propiedades mecánicas y de durabilidad, ya que para esas aplicaciones las condiciones de carga y frecuencia son más exigentes. Por tal motivo, se han incrementado las investigaciones en cuanto a metodologías para mejorar el desempeño de los pavimentos asfálticos [19] [20].

En Colombia los principales depósitos o vetas de asfalto natural se encuentran en los departamentos de: Antioquia, Boyacá, Caldas, Caquetá, Cauca, Chocó, Cundinamarca, Norte de Santander, Meta y Tolima [10] [21], Figura 1. En los departamentos de Boyacá y Santander se ubican do títulos mineros para la explotación de gilsonita dura y blanda respectivamente. En

Boyacá el recurso medido de gilsonita dura equivale a 800.000 t; mientras que en Santander la gilsonita blanda alcanza las 1.100.000 t [22]. En países como Irán existen diversas minas de gilsonita; en las provincias de Kermanshah, Ilam y Lorestan hay inventarios de gilsonita por 3.193.000, 256.000 y 6.000 toneladas, respectivamente [4].

### **Figura 1**

*Principales depósitos de asfaltos naturales en Colombia (Fuente: [10] [23])*



En esta investigación se empleó una gilsonita colombiana como base para la formulación de un lodo asfáltico para el desarrollo de un ligante en mezclas asfálticas calientes. Los resultados evidenciaron la potencialidad del producto desarrollado para su empleo en aplicaciones de infraestructura vial y su viabilidad técnica, económica y ambiental. La innovación de este desarrollo radica en que al no ser un producto de refinería las metodologías de su producción, transporte, almacenamiento y aplicación cambian hacia un escenario sostenible y competitivo con amplias perspectivas para potenciar el desarrollo de una gama de productos alternativos para el sector de la ingeniería de carreteras.

## **Antecedentes**

### ***Uso de la Gilsonita en Infraestructura Vial***

La utilización de gilsonita en aplicaciones de infraestructura vial, en general se ha presentado en el ámbito de los modificadores de asfaltos. Liu & Li realizaron una serie de experimentos para modificar con gilsonita granular un asfalto base con un grado de desempeño PG 52-28. Para ello emplearon dosificaciones de gilsonita de 0 %, 3 %, 6 %, 9 % y 12 % en el asfalto. Determinaron que el rango alto de temperatura del PG estuvo entre 52 °C hasta 70 °C para 0 % y 12 % de gilsonita, respectivamente. Mientras que el rango bajo estuvo entre -28 °C hasta -22 para 0% y 12 % de gilsonita, respectivamente. Esos resultados indican que la adición de gilsonita alteró el PG de tal manera que la temperatura máxima ambiental que podría resistir sería 70 °C y la mínima -22 °C. Es decir, aumentó la resistencia al ahuellamiento pero disminuyó la resistencia a la fatiga [19].

Babagoli et al. [24] investigaron las implicaciones de la modificación de asfaltos con gilsonita y los efectos de dicho procedimiento en la mezcla asfáltica. Los resultados indicaron un efecto negativo en la ductilidad y el grado de penetración a medida que se aumentaba el porcentaje de gilsonita, es decir, la adición de gilsonita conlleva a la rigidez del ligante. Por otra parte, en el caso del punto de ablandamiento y viscosidad, el efecto fue positivo puesto que adicionar gilsonita hizo que el ligante fuese menos susceptible a la temperatura. La adición del 10 % de gilsonita en las mezclas asfálticas condujo a los mayores valores de módulo resiliente indicando el endurecimiento de la mezcla, por tanto, concluyeron que el ligante modificado con gilsonita tenía mayor resistencia al daño por humedad y a la deformación permanente [25].

Djakfar et al. evaluaron el desempeño de mezclas asfálticas porosas usando concreto reciclado y modificadas con la adición de gilsonita. Determinaron que con un contenido óptimo de 9 % de gilsonita se logra un incremento en la estabilidad Marshall sin disminuir la capacidad de permeabilidad en la mezcla asfáltica. Su principal conclusión fue que las mezclas porosas con concreto reciclado y gilsonita son adecuadas para estructuras de pavimento con cargas de tráfico medio [25].

En Colombia desde 1.997 ya se hacían estudios de las asfaltitas como modificadores de asfalto [26]. Rondón & Reyes utilizaron gilsonita colombiana para modificar asfaltos tipo CA 80-100 (PG 58-22) y CA 60-70 (PG 64-22). El objetivo del trabajo consistió en modificar por vía húmeda el asfalto y elaborar una mezcla asfáltica de tipo MDC-2 para apreciar el efecto en la

resistencia mecánica mediante metodología Marshall. Determinaron que la adición de gilsonita da un comportamiento más rígido a la mezcla; de igual manera apreciaron que a bajas temperaturas de servicio hay un desempeño frágil. Los valores de estabilidad y flujo Marshall fueron mayores en las mezclas modificadas que las convencionales. El mismo comportamiento se apreció en los valores de módulo resiliente que aumentaron a medida que la temperatura de ensayo era mayor. De esa manera los investigadores concluyeron que la modificación de asfaltos colombianos con gilsonita tiene un fuerte atractivo para regiones de clima cálido [27].

Rondón, Sánchez y Castaño condujeron una serie experimental para modificar un asfalto colombiano CA 60-70 (PG 64-22) con gilsonita proveniente de la región del Cesar, Colombia; y elaborar tres tipos de mezclas asfálticas MDC-1, MDC-2 y MDC-3. A diferencia del diseño experimental descrito por Rondón & Reyes [27], en este caso se adicionó la gilsonita por vía seca; es decir, adicionándola directamente al agregado pétreo a alta temperatura. Los resultados indicaron incrementos de 34,09 %, 44,1 % y 20,4 % en la estabilidad cuando las mezclas asfálticas MDC-1, MDC-2 y MDC-3 fueron dosificadas con el 10 % de gilsonita, respectivamente. De igual manera los vacíos con aire aumentaron de 5,99 % a 7,93 % para la MDC-1; 5,00 % a 6,66 % para la MDC-2 y de 4,08 % a 4,94 % para la MDC-3. Finalmente, concluyen que la gilsonita como modificador de asfalto resulta conveniente para mejorar el desempeño frente a altas temperaturas de servicio; sin embargo, a bajas temperaturas podrían presentarse fenómenos de fragilización por fatiga [21].

Los estudios anteriores han demostrado que la gilsonita mejora el desempeño de un asfalto a temperaturas altas de servicio; sin embargo, a bajas temperaturas disminuye la resistencia a la fatiga. Ren et al. modificaron un asfalto de grado de penetración 80-100 con 30 % de gilsonita y caucho estireno butadieno SBR. Inicialmente el asfalto con gilsonita disminuye sus valores de penetración y ductilidad, al mismo tiempo que el punto de ablandamiento y viscosidad aumentan, siendo estos unos resultados obvios. Luego, con la adición de SBR se incrementa la penetración, punto de ablandamiento y ductilidad del asfalto modificado con gilsonita de manera considerable. Para dosificaciones en peso de SBR de 2,5 %, 5,0 %, 7,5 %, 10,0 % y 12,5 % obtuvieron aumentos por 17,5 %, 20,5 %, 25,1 %, 26,3 % y 28,5 % en grado de penetración, así como una disminución de 5,0 %, 10,5 %, 11,7 %, 13,5 % y 16,9 % en el punto de ablandamiento y un 21,80 %, 29,70 %, 95,3 %, 117,2 % y 137,5 % en ductilidad, respectivamente [28]. Resultados similares fueron reportados por el trabajo de Yasar [29].

En cuanto a parámetros reológicos, Ren et al determinaron que el asfalto modificado con gilsonita aumenta dramáticamente el módulo de almacenamiento  $G'$  y el módulo de pérdida  $G''$  a medida que se aumenta la frecuencia de ensayo; mientras que, los modificados con gilsonita/SBR dependen más del contenido del polímero a bajas frecuencias. Es decir, las propiedades viscoelásticas de los asfaltos con gilsonita/SBR son más sensibles a la frecuencia de carga que los modificados sólo con gilsonita. Los autores apuntan a que dicho comportamiento obedece a la buena interacción entre los componentes saturados y aromáticos del asfalto con la gilsonita. En cuanto a la temperatura, el módulo de almacenamiento  $G'$  cae en mayor medida que el de pérdida  $G''$ , lo cual indica que el comportamiento viscoso es dominante en los asfaltos y es consistente con el desempeño de asfaltos a medida que aumenta la temperatura. Con la adición de gilsonita ambos módulos aumentan; lo que implica el aumento de la viscosidad y la mejora de propiedades elásticas del asfalto. Por otra parte, también condujeron un ensayo de reómetro de viga de flexión (BBR) para analizar el desempeño a bajas temperaturas; encontrado que entre el asfalto con gilsonita y el modificado con gilsonita/SBR disminuyó la rigidez del asfalto en 139 MPa aproximadamente y aumentó el valor  $m$  de 0,26 a 0,35 a  $-6$  °C. Sin embargo, a  $-12$  °C no lograron determinar las bondades de la adición del SBR al asfalto modificado con gilsonita [28].

Tang et al. realizaron una investigación similar en el que el objetivo principal fue investigar la resistencia a la formación de surcos de asfaltos no poliméricos gilsonita, ácido polifosfórico y copolímeros de estireno-butadieno-estireno SBS [30]

Ameli et al. estudiaron un asfalto modificado con ripio de llanta y gilsonita con el fin de analizar las propiedades de desempeño de este ligante a bajas temperaturas. La metodología consistió en modificar un asfalto CA 85/100 inicialmente con el ripio de llanta con un tamaño de partícula pasante 40, a una temperatura superior a los 170 °C y 5000 rpm durante 30 minutos, con posterior adición de gilsonita en las mismas condiciones. Sus resultados revelaron que utilizar gilsonita como agente modificante de asfaltos reduce la resistencia al agrietamiento a bajas temperaturas, mientras que la adición de ripio de llanta al asfalto modificado con gilsonita la mejora. De igual manera encontraron que el uso de gilsonita en conjunto con el ripio de llanta mejora la elasticidad y propiedades de recuperación de los ligantes modificados, aumentando la resistencia frente a la deformación permanente. En las mezclas asfálticas la adición de ambos agentes modificantes aumentó el módulo resiliente, la resistencia a la deformación permanente, la resistencia a la tracción y la energía de fractura [31].

Gopinath et al. utilizaron un 15 % en peso para modificar un asfalto con grado de viscosidad VG-30 (CA 60-70 o PG 64-22) y compara las propiedades del asfalto original y modificado con gilsonita, de igual manera realiza un análisis comparativo en mezclas asfálticas. Sus resultados en cuanto a penetración, punto de ablandamiento, viscosidad y ductilidad del ligante modificado muestran las mismas tendencias de las investigaciones ya mencionadas, además, respecto al asfalto virgen evidenciaron un aumento de la temperatura de mezclado y compactación para el ligante modificado de 26 °C y 35 °C respectivamente. Las mezclas asfálticas elaboradas con asfalto virgen presentaron menor módulo resiliente puesto que las mezclas con material modificado mostraron un módulo 2,4 veces mayor. Un comportamiento similar resultó en la estabilidad Marshall, las modificadas tuvieron estabilidad de 19,15 kN y sin modificar 14,09 kN, sin embargo el flujo Marshall disminuyó como consecuencia de la incorporación de gilsonita en la matriz asfáltica; resultados esperados puesto que se obtiene un ligante más duro y por tanto mezclas más rígidas. Adicionalmente los autores presentan un análisis comparativo del diseño de una estructura de pavimento para un tráfico de 300 millones de ejes estándar con mezclas base y modificadas con gilsonita. Un resultado que resalta en la sección de pavimento diseñado es la reducción de espesor de la capa DBM (Dense Bitumen Macadam) de 65 mm en las mezclas con gilsonita respecto a las mezclas convencionales, por lo que se ahorraría inversión de capital y recursos naturales como agregados minerales para la construcción de carreteras [32].

### ***Modificación de Asfaltos con Polímeros***

El uso global y generalizado de asfalto para la elaboración de pavimentos flexibles ha puesto de manifiesto la necesidad de mejorar sus propiedades mecánicas y de durabilidad, dado que las condiciones de carga y frecuencia son más exigentes. Esta circunstancia ha fomentado la investigación en cuanto a metodologías para mejorar el desempeño de los pavimentos asfálticos [33]. La coyuntura actual en cuanto a conservación ambiental y optimización de recursos naturales y económicos se ha convertido en prioridad el uso de materiales de desecho en estructuras pavimentadas [20] [34]. En ese orden de ideas, los asfaltos modificados con polímeros en la construcción de pavimentos flexibles son una respuesta con tendencia mundial para afrontar condiciones más severas durante el período de vida útil de los pavimentos asfálticos [35]. Este hecho se debe a que el asfalto es un material termoplástico con propiedades termomecánicas relativamente malas debido a que es frágil a bajas temperaturas (<10 °C) y blando a altas

temperaturas ( $> 60\text{ }^{\circ}\text{C}$ ). Por lo cual los asfaltos modificados con polímeros (PMA por sus siglas en inglés) exhiben menor susceptibilidad a la temperatura y mayor resistencia a la deformación permanente [36].

Tahami y colaboradores [37] realizaron la modificación de un asfalto PG 64-22 con caucho de llanta por un proceso en seco, el contenido de caucho en la mezcla asfáltica fue de 1,4 %, 2,8 % y 4,2 % en peso de agregados y se analizaron diferentes tiempos de curado. Sus resultados demostraron que las propiedades medidas en la mezcla asfáltica varían en función tanto de la dosificación de caucho y del tiempo de curado. Determinaron que el uso de caucho como relleno puede reducir la resistencia de las mezclas de asfalto contra el daño por humedad, mientras que el proceso de curado podría mejorar la susceptibilidad a la humedad. En cuanto a los ensayos de fatiga, los resultados revelaron que mayores contenidos de caucho tenían un efecto inverso en el rendimiento de la fatiga ya que sólo la dosificación de 1,4 % obtuvo mejor desempeño que la mezcla de control o blanco; los autores indican que dicho comportamiento puede deberse a una interacción insignificante del asfalto con el caucho en el proceso seco, causando una reducción en la capacidad portante de la mezcla asfáltica. De igual manera establecieron que el proceso de curado podría ser eficaz para mejorar la cohesión y la adhesión de la interfaz entre la película aglutinante y el agregado.

Mediante el empleo de una resina fenol aldehído se realizó un análisis experimental de un asfalto modificado con y sin este agente reticulante. Las pruebas de estabilidad demostraron que para el sistema sin estabilizante la diferencia de punto de ablandamiento entre la parte superior e inferior fue del 48 %; mientras que para el sistema estabilizado solo hubo un cambio del 1 %. En cuanto a la penetración los resultados indicaron una variación del 48 % en la parte superior e inferior a la vez que para el sistema estabilizado solo un cambio del 4 %. Por otra parte, la viscosidad en el sistema sin agente reticulante cambió de 3.406 cP (para  $135\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) y 547 cP. (para  $180\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) a 1.203 cP. (para  $135\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) y 172 cP. (para  $180\text{ }^{\circ}\text{C}$ ), representando un cambio de 183 % (para  $135\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) y 218 % (para  $180\text{ }^{\circ}\text{C}$ ). Por el contrario, cuando se usó la resina el cambio en viscosidad fue de 3.937 cP. (para  $135\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) y 422 cP. (para  $180\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) a 3.719 cP. (para  $135\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) y 406 cP. (para  $180\text{ }^{\circ}\text{C}$ ), lo que corresponde a cambios de 6 % (para  $135\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) y 4 % (para  $180\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) [33].

Se puede apreciar que la investigación con polímeros es un tema coyuntural, se presentan muchas posibilidades tanto desde el punto de vista de innovación como metodológico. Algunos

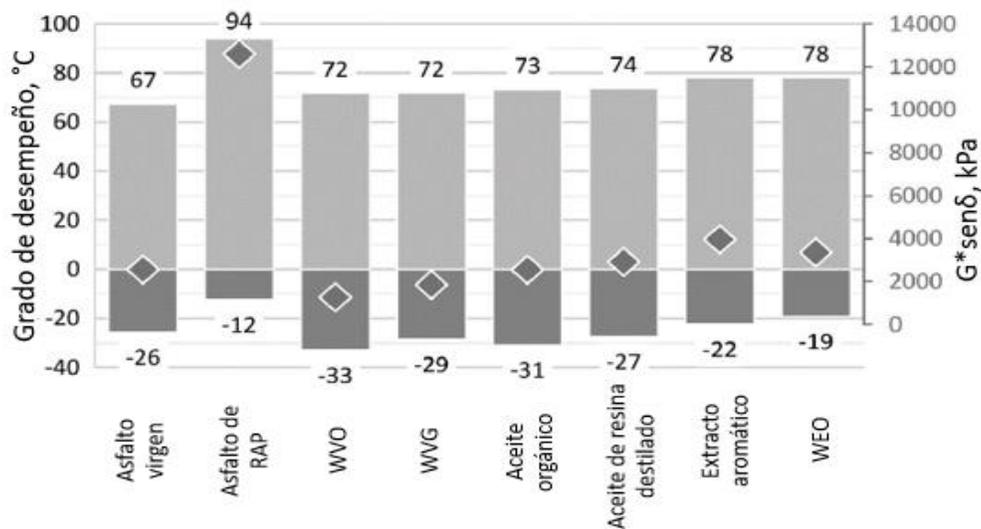
autores incluso han extendido el uso de biopolímeros de lignina a partir de desechos industriales para la modificación de asfaltos [38].

### **Modificación de Asfaltos con Aceites**

Zaumanis et al. realizaron un diseño experimental consistente en determinar algunas propiedades como el grado de desempeño de asfalto rejuvenecido con seis compuestos diferentes (WVO: Waste Vegetal Oil, WVG: Waste Vegetal Grease, Organic Oil, DTO: Distilled Tall Oil, Aromatic Extract y WEO: Waste Engine Oil), un asfalto proveniente de RAP y un asfalto grado PG 64-22 como referencia. En la Figura 2 se aprecian los resultados de este estudio [39].

**Figura 2**

*Grado de desempeño de asfaltos rejuvenecidos (Adaptado de [39])*



El PG 94-12 del asfalto proveniente de RAP indica el envejecimiento que ha tenido en sus años de servicios. Con la adición de todos los productos se redujeron las temperaturas PG de la carpeta. El requerimiento Superpave de temperatura baja -22 °C se logra con todos los rejuvenecedores excepto con WEO, por lo que los autores recomiendan la dosificación usada de 12 % en peso de cada aditivo; para obtener mejores desempeños.

Chen y colaboradores [40] usaron WCO y aceite de semillas de algodón como rejuvenecedores obteniéndose conclusiones similares. Los autores atribuyen el buen desempeño de este tipo de aceites al hecho de que contienen grandes cantidades de ácidos grasos insaturados que

son similares a los componentes más livianos del asfalto. Sharma, Yadav, & Kumar realizaron un estudio en el que utilizaron WCO como rejuvenecedor de un asfalto envejecido, logrando aumentar la penetración y ductilidad, así como disminuir el punto de ablandamiento y la viscosidad [41].

Sanabria realizó estudios para obtener aditivos tipo surfactante a partir de subproductos de la industria de la palma de aceite, para la producción de mezclas asfálticas tibias para pavimentos flexibles, emulgentes para producción de emulsiones asfálticas, mejoradores de adherencia para mezclas asfálticas y un aditivo multifuncional, logrando disminuir el uso de energía térmica para la mezcla y compactación de mezclas asfálticas con aditivos de origen vegetal [42].

En cuanto a residuos WEO en algunas investigaciones se ha demostrado que pueden mejorar el desempeño ante el aumento de la rigidez debida al envejecimiento [43] [44].

A continuación en la Tabla 2 se presenta un resumen de todas las investigaciones citadas en los antecedentes, esto con el fin de ofrecer un panorama sobre la investigación respecto a gilsonita y modificación de asfaltos.

**Tabla 2**

*Resumen de antecedentes citados*

| <b>Título</b>  | <b>País</b> | <b>Año de Publicacion</b> |
|--|-------------|---------------------------|
| Experimental Study on Gilsonite-modified Asphalt   | Alaska      | 2008                      |
| Laboratory evaluation of the effect of gilsonite on the performance of stone matrix asphalt mixtures                           | Irán        | 2015                      |
| A Review on Improving Asphalt Pavement Service Life Using Gilsonite-Modified Bitumen   | Reino Unido | 2021                      |
| La asfaltita como modificador de los asfaltos colombianos. Modificación de asfalto de la refinería de Cartagena con asfaltita, | Colombia    | 1997                      |
| Evaluación de las propiedades mecánicas de una mezcla densa en caliente modificada con asfaltita                               | Colombia    | 2012                      |
| Resistencia bajo carga monotónica de mezclas de concreto asfáltico modificadas con gilsonita por vía seca                      | Colombia    | 2014                      |
| Investigating the effects of SBR on the properties of gilsonite modified asphalt   | China       | 2018                      |
| Obtaining of modified bitumen with optimum quality through mixing of natural bitumen (gilsonite), bitumen and thinner oil      | Tuquía      | 2015                      |

|   |                |      |
|---|----------------|------|
| Investigation of Gilsonite-, polyphosphoric acid- and styrene-butadiene-styrene-modified asphalt binder using the multiple stress creep and recovery test               | China          | 2016 |
| Investigation of the performance properties of asphalt binders and mixtures modified by Crumb Rubber and Gilsonite  | Irán           | 2021 |
| Performance evaluation of HMAC mixes produced with gilsonite modified bitumen for heavily trafficked roads  | India          | 2020 |
| Desarrollo de aditivos para asfaltos odificados con bajos contenidos de hule  | México         | 2001 |
| Performance Evaluation of Slurry Seals Containing Reclaimed Asphalt Pavement  | Estados Unidos | 2019 |
| Performance Evaluation of Asphalt Mixtures with RAP and RAS in Missouri   | Estados Unidos | 2019 |
| Caracterización de asfaltos modificados con diferentes aditivos   | Costa Rica     | 2010 |
| Morphology and Rheological Behavior of Maltene-polymer blends. I. Effect of partial Hydrogenation of Poly (styrene-block-butadiene-block-styrene-block)-Type Copolymers | México         | 2007 |
| The use of high content of fine crumb rubber in asphalt mixes using dry process   | Estados Unidos | 2019 |
| Influence of six rejuvenators on the performance properties of Reclaimed Asphalt Pavement (RAP) binder and 100% recycled asphalt mixtures                               | Estados Unidos | 2014 |
| Hig temperature properties of rejuvenating recovered binder with rejuvenator, waste cooking and cotton seed oils  | China          | 2014 |
| Waste Cookin Oil as Rejuvenating Agent Bitumen  | India          | 2017 |
| Usos del aceite de palma y sus derivados oleoquímicos en la industria de los pavimentos   | Colombia       | 2016 |
| Influence of Waste Engine Oil on Asphalt Mixtures Containing Reclaimed Asphalt Pavement   | Estados Unidos | 2015 |

## **Estructura de la Tesis**

Esta tesis consta de 10 capítulos cuyo contenido general se presenta a continuación:

El Capítulo 1 presenta una Introducción del tema de la tesis doctoral, los aspectos motivacionales, planteamiento del problema, objetivos, antecedentes y la estructura de este documento.

En el Capítulo 2 Marco Conceptual se presentan los elementos teóricos que contextualizan las temáticas abordadas: asfaltos, asfaltos naturales, gilsonita, emulsiones asfálticas, asfaltos modificados con polímeros y modificación de asfaltos con aceites.

En el Capítulo 3 Materiales y Métodos se describen los materiales empleados y las metodologías experimentales implementadas y desarrolladas.

En el Capítulo 4 se presenta la Caracterización Fisicoquímica de la Gilsonita que se complementa con el capítulo 5 Reducción de Tamaño de la Gilsonita.

El Capítulo 6 Formulación del Lodo Asfáltico incluye los ensayos preliminares, la formulación inicial del lodo, un análisis estadístico para la optimización de las formulaciones propuestas, los ligantes desarrollados a partir del lodo y finalmente se presenta una propuesta de formulación para una emulsión asfáltica.

En el Capítulo 7 Mezclas Asfálticas se presenta la evaluación de los diferentes ligantes en mezclas asfálticas mediante un diseño preliminar de estabilidad y flujo Marshall, análisis volumétrico y el ensayo TSR. Se presenta el análisis ambiente y la evaluación de desempeño y durabilidad por metodologías de intemperismo acelerado.

En el Capítulo 8 Análisis Económico: Estudio de Caso Puerto Caicedo, Putumayo, Colombia se realizó una aproximación a un análisis de costo beneficio de la tecnología desarrollada, mediante el cual se compararon los costos de intervención de un tramo de vía ubicado en el municipio de Puerto Caicedo, departamento del Putumayo, empleando dos tecnologías similares: emulsión en frío y el lodo asfáltico desarrollado.

Los Análisis de Resultados se presentan en el Capítulo 9 y las Conclusiones en el Capítulo 10 en el cual también se incluye un apartado de Perspectivas y Trabajos Futuros.

## Capítulo 2. Marco Conceptual

### Asfaltos

Los asfaltos son compuestos naturales de hidrocarburos no volátiles de elevado peso molecular que se encuentran en proporciones variables en la mayoría de los petróleos crudos, algunos de los cuales pueden ser casi enteramente asfaltos. Presentan un color marrón oscuro a negro con una consistencia que varía de líquido viscoso a sólido vítreo. Está constituido principalmente por betunes de origen natural u obtenido por la destilación del petróleo. Es una mezcla compleja de moléculas orgánicas que varían ampliamente en composición, desde hidrocarburos saturados no polares hasta sistemas de anillos aromáticos altamente polares y condensados, en la que se pueden encontrar: saturados, anillos nafténicos y aromáticos, sencillos o múltiples, radicales ácidos, aldehídos, cetonas [10] [45]. Químicamente está formado por cadenas de moléculas compuestas predominantemente de átomos de carbono (80-88%) e hidrógeno (8-12%); con contenidos variables de los heteroátomos: azufre (0-9%), oxígeno (0-2%) y nitrógeno (0-2%); junto con complejos de vanadio níquel, hierro, calcio y magnesio. La composición específica de un asfalto en particular, su estructura e interacciones moleculares dependerá de su origen y del proceso de destilación del cual procede [10] [46].

Dado que los heteroátomos a menudo imparten funcionalidad y polaridad a las moléculas, su presencia puede hacer una contribución muy grande a las diferencias en las propiedades químicas y físicas entre asfaltos de diferentes procedencias. Los análisis elementales son valores promedio y revelan poca información sobre cómo se incorporan los átomos a las moléculas o qué tipo de estructuras moleculares están presentes. En este sentido, es muy importante conocer composición, tipo y estructura molecular para poder correlacionar su efecto sobre las propiedades físicas y la reactividad química [45].

### *Estructura Química de los Asfaltos*

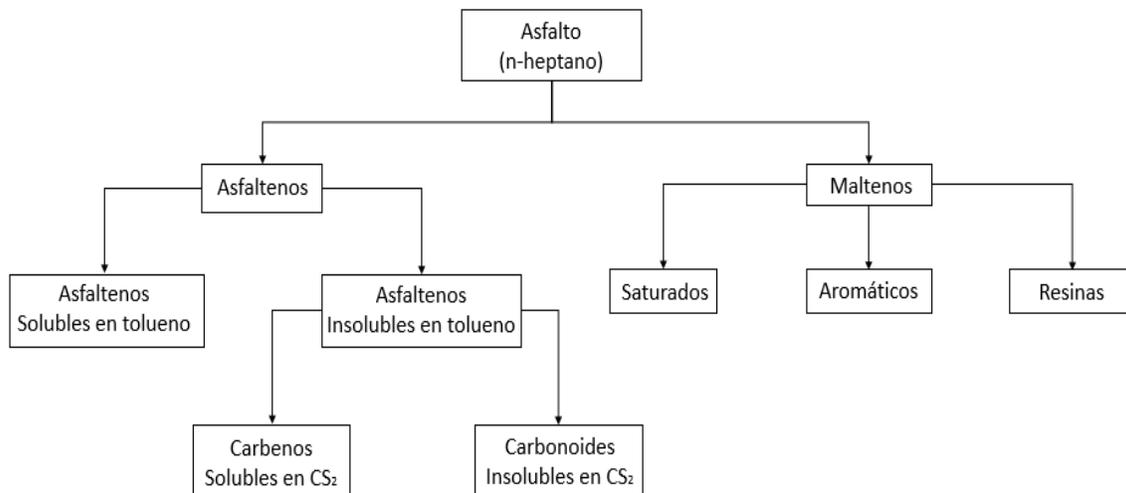
Desde el punto de vista estructural, el asfalto se considera como una sustancia coloidal compuesta de varias fracciones [47]. El estudio de la composición química del asfalto se basa en la separación y caracterización de fracciones genéricas en función de la reactividad y/o polaridad de los diversos tipos moleculares presentes [48]. Estas fracciones aunque proporcionan mezclas más simplificadas, siguen siendo complejas y pueden variar significativamente entre asfaltos de diferentes fuentes. La separación y clasificación de tipos moleculares es útil para proporcionar

fracciones de componentes químicamente definidas, con lo cual es posible determinar cómo los diferentes tipos moleculares afectan las propiedades físicas y químicas de todos los asfaltos y cómo los asfaltos difieren químicamente entre sí [49].

Para obtener estas fracciones, el asfalto se trata secuencialmente con disolventes cada vez más polares, que precipitan una serie de fracciones con polaridad decreciente. Los asfaltenos se separan primero en función de su insolubilidad en un disolvente parafínico apolar. Los maltenos, la fracción restante que se disuelve en el disolvente parafínico, mediante una selección adecuada de adsorbentes y disolventes se separa en una serie de fracciones con polaridad creciente, pudiéndose distinguir a tres grupos estructurales con propiedades definidas: saturados, aromáticos y resinas [45] [46] [48], Figura 3. Esta metodología se conoce como fraccionamiento SARA cuyo análisis es una herramienta para la caracterización de las fracciones más pesadas del crudo basada en la diferencia de solubilidad, polaridad y peso molecular de los constituyentes presentes en el petróleo.

**Figura 3**

*Estructura química de los asfaltos (fuente: [46])*



Las propiedades fisicoquímicas de los asfaltos están fuertemente relacionadas con las interacciones moleculares, las cuales se basan en el tamaño molecular, la composición, la polaridad, la reactividad y la distribución de los componentes al interior de los fluidos en función del carácter polar o no polar de las moléculas; esta conjugación de fuerzas proporciona a los asfaltos sus propiedades reológicas y de flujo [49] [47]. Una de las propiedades más importante del asfalto

es su comportamiento viscoelástico debido a que esta condición le permite ser susceptible a cambios de temperatura y frecuencias de carga [50]. Las fracciones de asfaltenos son responsables de la adhesión de los agregados y los saturados y aromáticos otorgan fluidez; la combinación de saturados, aromáticos y asfaltenos genera condiciones de flujo [46]. Un asfalto se caracteriza porque fluye a temperaturas alrededor de 60 °C y se fractura cerca a los 0 °C; por lo que su rango de estabilidad mecánica es estrecho [51]. En general, los maltenos le confieren al asfalto sus propiedades viscosas, los asfaltenos las elásticas y las resinas proporcionan ductilidad [52] [36]. Es así como las propiedades físicas, químicas y mecánicas se rigen en parte por el equilibrio de la composición entre componentes polares versus no polares y moléculas o estructuras más grandes versus aquellas más pequeñas; la funcionalidad de las moléculas en los asfaltos permite clasificarlas en diferentes clases que varían en polaridad, aromaticidad, saturación y tamaño [53].

**Asfaltenos.** Son mezclas complejas de compuestos polidispersos en grupos funcionales, peso molecular y estructura. Son sustancias policíclicas de alto peso molecular, aglomeradas en forma de partículas sólidas y constituyen la fase coloidal dispersa en el asfalto [47]. Una de las principales características estructurales de las moléculas de asfaltenos son los elementos que las componen: núcleos aromáticos, núcleos nafténicos y cadenas laterales y en puente, en cuya presencia se basan sus propiedades químicas [54]. Un alto porcentaje de los anillos aromáticos están conectados en la estructura intermolecular, y por esta razón las moléculas de asfaltenos presentan formas aplanadas. La estructura de las moléculas de asfaltenos muestra que son hidrocarburos con partes relativamente polares dadas por los anillos aromáticos y los grupos funcionales y partes apolares constituidas por las cadenas alifáticas; lo cual permite presentar una dualidad polar-apolar dándole propiedades interfaciales [55].

Según su composición elemental, los asfaltenos son compuestos heteroatómicos, es decir, sustancias orgánicas que contienen, además de carbono e hidrógeno, átomos como oxígeno, azufre y nitrógeno. Aunque contienen un número relativamente pequeño en comparación con su número de carbonos, los heteroátomos aumentan la variedad de los detalles estructurales de las moléculas asfálticas [54]. En contraste con el contenido de carbono e hidrógeno que suele variar en un rango estrecho, se producen variaciones notables en las proporciones de los heteroelementos, en particular en las proporciones de oxígeno, de 0,3 a 4,9 %, y azufre, de 0,3 a 10,3 %. El contenido de nitrógeno tiene un grado algo menor de variación, de 0,6 a 3,3 % [56].

Los constituyentes de los asfaltenos representan la fracción no volátil del petróleo crudo, siendo los de mayor peso molecular, más pesados y polares. Los asfaltenos son sustancias semisólidas a sólidas que existen en un estado de agregación en suspensión; están rodeados y estabilizados por resinas que actúan como agentes peptizantes [55]. Son compuestos friables, de color marrón oscuro a negro que no tienen un punto de fusión definido y, por lo general, forman espuma y se hinchan al calentar para dejar un residuo carbonoso [57] [58].

Los asfaltenos son considerados el componente menos valioso del petróleo crudo; su presencia provoca un marcado aumento de la viscosidad lo que dificulta el transporte y procesamiento del petróleo [55] [59]. Debido a la presencia de componentes de metales pesados, los asfaltenos son muy difíciles de biodegradar, haciéndolos el compuesto más indeseado desde perspectivas medioambientales. No obstante, muchas de las propiedades que hacen que los asfaltenos sean indeseables también pueden hacerlos útiles; la dureza, estabilidad, reología, adherencia y carácter aglutinante son propiedades que hacen de los asfaltos materiales con una variedad de aplicaciones industriales, entre ellas su empleo para superficies de carreteras; propiedades conferidas en gran parte por los asfaltenos que constituyen la fase dispersa del asfalto [59]. Los asfaltenos representan generalmente entre 5 y 20% p/p del asfalto, o incluso mayor al 20% p/p; tienen un rol preponderante en la viscosidad y se consideran que son los principales responsables del comportamiento reológico del asfalto [60] [61] [62].

**Resinas.** Son sustancias de composición química similar a los asfaltenos y se les conoce como aromáticos polares. Presentan consistencia semisólida o pastosa, muy adhesivas y de un color más claro que los asfaltenos; son la fracción que solubiliza cuando un asfalto es disuelto en un n-alcano (naftas de petróleo) [47] [55]. Tienen un peso molecular más bajo que los asfaltenos y son consideradas como agentes estabilizadores específicos de las moléculas de asfaltenos [63].

La estabilización del petróleo crudo se reconoce debido a la asociación de resinas con asfaltenos para formar micelas [61]. Las resinas pueden representar un rango entre 20-34 % p/p en un asfalto [64], [60].

**Saturados.** Son sustancias cuyas estructuras consisten en alcanos ramificados y cíclicos, y carecen de grupos funcionales químicos polares. Pueden contener hidrocarburos normales y de cadenas ramificadas, así como hidrocarburos cíclicos saturados o nafténicos [45]. Los saturados,

conocidos también como olefinas son más ligeros que los asfaltenos. [53]. En el asfalto representan entre 5-15 % p/p y se caracterizan por ser un líquido incoloro en condiciones ambientales; su temperatura de transición vítrea es cercana a los -70 °C [61].

**Aromáticos.** Este tipo de compuestos también conocidos como naftenos aromáticos contienen una gama de compuestos parafínicos, nafténicos y aromáticos [65]. Son hidrocarburos de bajo peso molecular y de baja polaridad [66]. Se podrían describir como cadenas alifáticas con anillos aromáticos ligeramente condensados [67]. Junto con las resinas, representan los hidrocarburos más abundantes del asfalto: entre 30-45 % p/p. En condiciones ambientales tienen una tonalidad que va de amarillo a café oscuro y presentan mayor viscosidad que los saturados debido a que su temperatura de transición vítrea es mayor, alrededor de -20 °C [61].

Las características del asfalto dependen principalmente de las proporciones relativas de sus constituyentes. El análisis elemental, peso molecular y la relación atómica H/C (Hidrógeno/Carbono) resultan convenientes para comprender las características mencionadas de las fracciones del asfalto [47]. En la Tabla 3 se aprecian algunos datos de interés.

**Tabla 3**

*Características de las fracciones asfálticas. Adaptada de: [38]. Datos de: [60] [53] [61] [62] [49] [63]*

|                   | Relación H/C | C, %  | H, %  | O, %  | N, %  | S, %     | Peso molecular, g/mol |
|-------------------|--------------|-------|-------|-------|-------|----------|-----------------------|
| <b>Asfalto</b>    | 1,5          | 80-88 | 8-12  | 0-2   | 0-2   | 0-9      | 600-1.500             |
| <b>Saturados</b>  | 1,9          | 78-84 | 12-14 | <0,1  | <0,1  | <0,100   | 470-880               |
| <b>Aromáticos</b> | 1,5          | 80-86 | 9-13  | 0,2   | 0,4   | 0-4      | 570-980               |
| <b>Resinas</b>    | 1,4          | 67-88 | 9-12  | 0,3-2 | 0,2-1 | 0,400-5  | 780-1.400             |
| <b>Asfaltenos</b> | 1,1          | 78-88 | 7-9   | 0,3-5 | 0,6-4 | 0,300-11 | 800-1.500             |

Los asfaltenos representan la fracción con mayor peso molecular por lo que se incrementa la aromaticidad y contenido de heteroátomos [68]. La relación H/C de los asfaltenos es la de menor magnitud (1,1) indicando el alto grado de aromaticidad e insaturación de estas moléculas [69].

### ***Estructura Coloidal del Asfalto***

Estructuralmente el asfalto es considerado como un sistema coloidal que contiene micelas. Este modelo fue propuesto por Rosinger en 1914, descrito por Nellensteyn en 1923, y desarrollado por Pfeiffer en 1940 [70]. Se sabe que el asfalto es una suspensión coloidal en la que los asfaltenos están cubiertos por una fase estabilizadora de resinas polares y forman micelas complejas que se dispersan en la fase oleosa malténica [71]. En general, los compuestos aromáticos y de alto peso molecular se ubican cerca del núcleo y se encuentran rodeados por los compuestos con un peso molecular más ligero y de menor carácter aromático. Por lo tanto, la estructura interna y muchas propiedades físicas del asfalto se verán determinadas por los asfaltenos [72]. En la fase oleosa, las resinas se encargan de estabilizar los asfaltenos inestables mediante interacciones polares con ellos [73]. Según el modelo coloidal, la importancia de las resinas radica en poder mantener efectivamente las partículas de asfaltenos dispersas en la fase oleosa y evitar su floculación y precipitación, dado que las fuerzas de repulsión resultan mayores en magnitud que las fuerzas de atracción de Van der Waals de los asfaltenos [74]. Este modelo conduce a la definición de dos tipos de asfalto: asfalto tipo sol y asfalto tipo gel.

**Asfalto Tipo Sol.** Este tipo de asfalto se caracteriza por un contenido bajo de asfaltenos, entre 5-10 %, por lo cual es un asfalto con buena capacidad de solvatación y buena movilidad de las micelas asfálticas. Al mismo tiempo, presentan un comportamiento de fluido newtoniano con presencia de micelas no interactivas. Los asfaltos tipo sol presentan alta ductilidad, bajo endurecimiento por envejecimiento, poca tixotropía y susceptibilidad a altas temperaturas [70].

**Asfalto Tipo Gel.** Un asfalto tipo gel se caracterizan por un contenido alto de asfaltenos, entre 20-35 %. En estos asfaltos las micelas tienden a precipitarse y agregarse formando una red continua en la que los componentes más ligeros del asfalto se ven más limitados para llenar los huecos intermicelares. Los asfaltos tipo gel presentan propiedades de fluidos no newtonianos [75]; presentan baja ductilidad; endurecimiento acelerado por envejecimiento; tixotropía significativa y susceptibilidad a bajas temperaturas [70].

Los índices de estabilidad coloidal (IC) y el índice de solubilidad (IS) resultan convenientes para la clasificación de asfaltos tipo sol y tipo gel. Valores IC inferiores a 0,7 generalmente indica asfaltos con estructura tipo sol, lo que significa que los asfaltenos que se encuentran dispersos presentan movimientos aleatorios en toda la matriz formada por los maltenos. Por su parte, valores

IS menores a 4 indican asfalto tipo gel, de 4-9 tipo sol-gel y mayores a 9 tipo sol. Ambos índices se calculan con las 4 fracciones del ensayo SARA.

Industrialmente los ligantes asfálticos más utilizados son tipo sol-gel. Una mezcla asfáltica con un asfalto tipo gel presenta buena resistencia a la deformación a altas temperaturas; sin embargo, a bajas temperaturas presentan mayor fragilidad y menor resistencia a la fatiga que un asfalto tipo sol [70].

### **Asfaltos Naturales**

Los asfaltos naturales tienen su origen en la materia orgánica de origen marino y/o terrestre rica en lípidos contenida en rocas sedimentarias y que se conoce como kerógeno. El kerógeno es aquella materia orgánica que se caracteriza por ser insoluble en solventes orgánicos comunes puesto que se compone principalmente de grasas y ceras; se clasifica en kerógeno sapropélico y kerógeno húmico. El kerógeno sapropélico se caracteriza por producir petróleo y gas al ser calentado, mientras que el húmico produce principalmente gas. A la fracción del contenido orgánico en una roca sedimentaria que sí es soluble en solventes orgánicos se le denomina bitumen o mineral bituminoso, el cual se forma por la ruptura de enlaces químicos en las moléculas que componen el kerógeno debido al efecto de incrementos de la temperatura y presión a grandes profundidades y en escalas geológicas de tiempo. Así, se entiende que el bitumen es una sustancia sólida o semisólida que se deriva del kerógeno y es a su vez precursora del petróleo [76].

El bitumen o mineral bituminoso se define como una sustancia autóctona porque se la encuentra en el mismo lugar donde la materia orgánica de la cual se originó fue sepultada, y logró su transformación química en kerógeno y posteriormente en bitumen. Por su parte, el petróleo inicialmente se desarrolla en una roca matriz de la cual es expulsado por condiciones de temperatura, presión y diferencia de densidades. Así, el petróleo migra a través de sedimentos porosos hasta que su movimiento se ve impedido por fallas o sellos impermeables acumulándose en campos o yacimientos, por lo que el petróleo se define como una sustancia alóctona. Mezclas de hidrocarburos con viscosidades menores a 10000 cP (viscosidad medida a presión atmosférica y temperatura natural del yacimiento de donde se extraen) en yacimientos o campos petrolíferos, se catalogan como petróleo crudo; y mezclas de hidrocarburos con viscosidades mayores a 10000 cP (viscosidad medida a presión atmosférica y temperatura natural del yacimiento de donde se

extraen) como asfaltos naturales. Así pues, los asfaltos naturales también son sustancias alóctonas [76], [77].

Los asfaltos naturales se caracterizan por ser un grupo muy heterogéneo debido a la variedad de procesos que dan origen a estos materiales; en algunos casos, la generación de petróleo a partir de mineral bituminoso pudo dar lugar a asfaltos naturales debido a la insuficiente maduración térmica de los hidrocarburos. Por otra parte, aceites crudos pero térmicamente maduros pudieron transformarse en asfaltos naturales por influjo de la acción bacteriana; evaporación de fracciones volátiles; la acción de aguas meteorizadas; diagénesis de sedimentos o la combinación de dos o más de esos procesos. En la Figura 4 se presenta un esquema en que se puede apreciar con mayor detalle la clasificación del petróleo, asfaltos naturales y carbones [77].

De manera general, los asfaltos naturales son sustancias alóctonas encontradas en la naturaleza, que contienen alguna proporción de crudos de petróleo en forma sólida o líquida; es así como existen depósitos naturales que son fuentes de estos materiales [14]. Están compuestos de minerales y sustancias orgánicas que son mezclas de hidrocarburos de alto peso molecular, asfaltitas y resinas, acompañados de cantidades considerables de azufre, oxígeno, nitrógeno, vanadio, níquel y hierro [6].

Los yacimientos de asfaltos naturales se pueden encontrar en estratos que comprenden desde unos cuantos centímetros a decenas de metros de espesor; estos minerales afloran a la superficie terrestre en forma líquida y pueden ser usados en estado puro o en combinación con agregados [21] [28]. Los depósitos presentes en rocas sedimentarias o metasedimentarias se solidifican debido a diferentes procesos de exposición al calor, presión y oxidación [78].

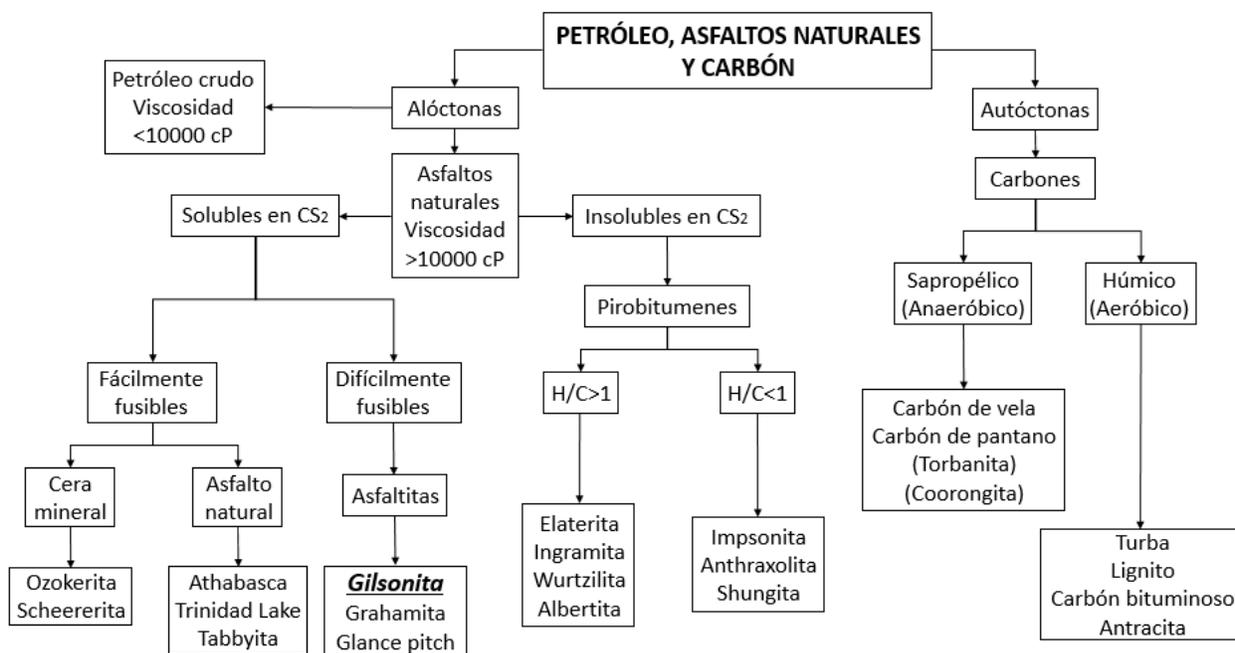
### ***Clasificación***

El método principal para clasificar los asfaltos naturales es su capacidad para disolverse en disulfuro de carbono CS<sub>2</sub> [6] [77]. En la Figura 4 se puede observar que la clasificación de los asfaltos naturales está determinada por el origen del material y de acuerdo con su contenido de asfalto. Como se mencionó anteriormente, el intemperismo y los efectos geológicos generan varios tipos de estructuración molecular y composición química. Así, se pueden encontrar asfaltos sólidos o semisólidos; puros o casi puros como los crudos de petróleo; asociados con materia mineral y asfaltitas duras [14]. Los depósitos con bajo contenido de asfalto se presentan como rocas, calizas o areniscas impregnadas de asfalto con proporciones entre el 5 % y el 15 %. Los depósitos con

contenido medio de asfalto contienen asfalto en una proporción del 25 % al 80 % asociado con material mineral, arcillas coloidales, arenas y materia orgánica. Los depósitos con alto contenido de asfalto presentan contenido de asfalto mayor del 80 %; son asfaltos muy duros, negros y brillantes y con elevado punto de fusión [10].

#### Figura 4

Clasificación de los asfaltos en relación con su solubilidad en CS<sub>2</sub> (Adaptado de: [6], [71] [72])



Las asfaltitas pertenecen al grupo de materias primas poco solubles en disulfuro de carbono [6]. Son hidrocarburos de alto peso molecular, sólidos, negros y brillantes que se han producido por efectos ígneos sin la inclusión del oxígeno en el proceso. Su punto de fusión es variable y su composición química es básicamente asfaltenos, conformados por anillos aromáticos que a temperatura ambiente conforman una especie de estructura cristalina plana con inclusión de algunos gránulos de metales como níquel, vanadio y azufre [14] [79].

Las asfaltitas se encuentran en depósitos con contenido de asfalto mayor del 80% [10] y se clasifican comúnmente en tres grupos: gilsonita (o uintaita), grahamita y glance pitch, los cuales difieren básicamente en su gravedad específica y temperatura de ablandamiento [79]. La gilsonita

se encuentra principalmente a lo largo de la frontera entre Colorado y Utah, EE. UU.; la tipo glance pitch en Barbados y Colombia; y la grahamite en Cuba y México, así como en West Virginia y Oklahoma, EE. UU. [80].

Los asfaltos naturales claramente presentan características y propiedades muy diferentes a los de refinería, según la figura 4 un asfalto natural es aquel que posee una viscosidad mayor a los 10.000 cP; de esta manera un asfalto refinado tiene una consistencia entre líquido y sólido a condiciones ambientales por lo que puede ser penetrado y es dúctil, mientras que los naturales son sólidos duros y frágiles como en el caso de la gilsonita; lo que implica penetración y ductilidad cero. Otra diferencia bien marcada es el estado de pureza en que se pueden obtener cada uno, un asfalto convencional presenta alta pureza debido a todos los procesos de refinamiento y en su estructura sólo se puede encontrar hidrocarburos, de tal manera que en el mercado se puede adquirir asfaltos con valores específicas en punto de ablandamiento, penetración, ductilidad, inflamación, viscosidad y PG. Por su parte, un asfalto natural es heterogéneo debido a que puede encontrarse en mezcla con agregados minerales, agua y materia orgánica, por tal motivo no es posible obtener valores estándares respecto a su calidad.

### ***Gilsonita***

De la familia de las asfaltitas, la gilsonita es una mezcla compleja de compuestos orgánicos y es un material considerado un betún sólido aromático-asfáltico rico en asfaltenos y compuestos nitrogenados [12] [15]. Posee un alto punto de fusión, se puede disolver en solventes orgánicos como el disulfuro de carbono, el tolueno y el tetracloroetileno, mientras que es insoluble en agua y disolventes alcohólicos. Contiene aproximadamente 70-80 % de carbono, 15 % de hidrógeno, 5 % de nitrógeno, oxígeno, azufre, elementos metálicos y 15-30 % de compuestos orgánicos volátiles. Aunque parece similar a la hulla o al asfalto, sus propiedades químicas son significativamente diferentes; es uno de los asfaltos naturales de mayor pureza; posee baja gravedad específica, y su alto contenido en carbono y nitrógeno le genera unas propiedades particulares. Se conoce como betún natural, betún mineral, asfalto natural, uintaita, asfalto duro y zagronita [21] [15] [81].

La gilsonita tiene una apariencia opaca, negra, similar al carbón en las superficies erosionadas; y una apariencia negra y lustrosa, similar a la obsidiana, en las superficies frescas; es quebradiza y se puede triturar fácilmente hasta convertirla en polvo; presenta fractura concooidal y pencilar [15] [81] [23], Figura 5.

## Figura 5

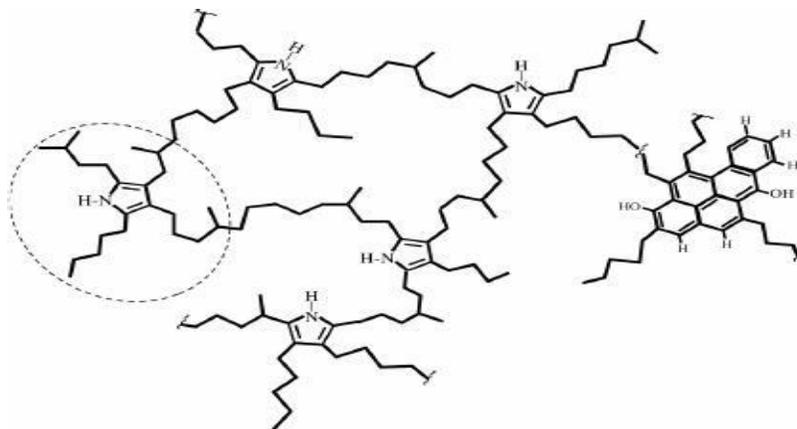
*Apariencia de la gilsonita (Fuente: [14] [76] [31])*



La gilsonita existe como una mezcla muy diversa de moléculas de varios tamaños y estructuras en las que se encuentran compuestos aromáticos como pirrol, piridina, furano y compuestos fenólicos con grupos alifáticos de cadena y grupos amida. En la Figura 6 se muestra un modelo estructural de la fracción de alto peso molecular de una unidad de monómero típica de la gilsonita; la línea discontinua enmarca un anillo aromático pirrólico y 21 carbonos.

## Figura 6

*Modelo de los principales componentes de la estructura de gilsonita (Fuente: [14] [76])*



La composición atómica de la gilsonita varía en función de su origen. Comparando el análisis elemental presentado en la Tabla 3 para los asfaltenos y el análisis elemental presentado en la Tabla 4 para las gilsonitas, se puede apreciar que son valores similares; lo que es un indicativo de que la gilsonita posee una estructura química mayoritariamente compuesta por asfaltenos [13].

**Tabla 4** *Composición atómica de gilsonita en diferentes países*

| Elemento  | País de origen |                |           |       |
|-----------|----------------|----------------|-----------|-------|
|           | Colombia       | Estados Unidos | Turquía   | Irán  |
| Carbono   | 75,2           | 84,36          | 78,8      | 78,70 |
| Hidrógeno | 7,0            | 10,05          | 8,5       | 8,00  |
| Nitrógeno | 1,5            | 3,25           | 1,0       | 1,00  |
| Azufre    | 1,5            | 0,27           | 4,0       | 7,24  |
| Oxígeno   | 8,4            | 1,36           | 1,9       | 1,70  |
| otros     | 6,4            | 0,71           | 5,8       | 3,36  |
| Fuente    | [82]           | [13]           | [78] [83] | [4]   |

La gilsonita es un material altamente compatible con el asfalto y los aglutinantes de asfalto convencionales debido a que tienen una composición química similar [16]; en el sector de los pavimentos es utilizada para modificar las propiedades de los aglutinantes asfálticos. En particular, se utiliza para aumentar la rigidez y la susceptibilidad térmica, ayudando a aumentar la resistencia de las mezclas asfálticas en caliente, lográndose mayor estabilidad y un menor rango de deformaciones permanentes; esto se traduce en una mayor resistencia al ahuellamiento y al agrietamiento por fatiga y por baja temperatura [6] [17].

### ***Ocurrencia de la Gilsonita***

La gilsonita es un asfalto natural y por tanto se define como una sustancia alóctona, es decir, tiene su origen en el petróleo que se derivó del kerógeno sapropélico y migró por sedimentos porosos hasta encontrar sellos impermeables o fallas que impidieron su movimiento. De esta manera se fue dando una acumulación de hidrocarburos que, sometidos a condiciones de temperatura, presión y actividad bacteriana propia de cada zona, propiciaron la generación de los yacimientos de gilsonita que ocurren como ampollas diseminadas, vetas, y umbrales rellenos de fracturas. Cantidades pequeñas de gilsonita en zonas profundas de las vetas se encuentran en estado

semisólido o exudado líquido. La solidificación de la gilsonita se da a medida que se presenta la oxidación de sus componentes orgánicos y pérdida de hidrógeno; los procesos de formación y ocurrencia de la gilsonita han conllevado a que incluso en una misma veta se encuentren diferentes tipos de esta. En algunos campos la gilsonita del centro de la veta es muy brillante y con temperaturas de fusión en el rango de 149 °C – 168 °C, otro tipo menos brillante y que ocurre en las paredes de las vetas fusionan en un rango comprendido entre 152 °C – 183 °C. Una tercera variedad presenta una superficie muy brillante pero con un rango de fusión relativamente alto 199 °C – 230 °C. Actualmente se distinguen varios tipos de gilsonita que se pueden clasificar según su punto de fusión o gravedad específica [76], [81].

### **Emulsiones Asfálticas**

Una emulsión es fundamentalmente una mezcla de dos líquidos inmiscibles. En la cual uno de ellos es conocido como fase dispersa y el otro como dispersante. Las emulsiones asfálticas son gotas de asfalto disperso en un solvente que en la mayoría de las ocasiones es agua. Las gotas de asfalto logran dispersarse en agua gracias a un agente emulsificante [84], [85]. Existen varios tipos de emulsiones asfálticas que se definen en función del líquido que actúa como fase dispersa o continua. Cuando el agua es la fase continua entonces la emulsión es del tipo Oil-in-Water (O/W), si la fase orgánica es el líquido dispersante entonces la emulsión es Water-in-Oil (W/O) y si la fase dispersa contiene otra fase que no necesariamente es de la misma composición que la continua entonces es una emulsión de tipo Water-Oil-Water (W/O/W) [86], [87].

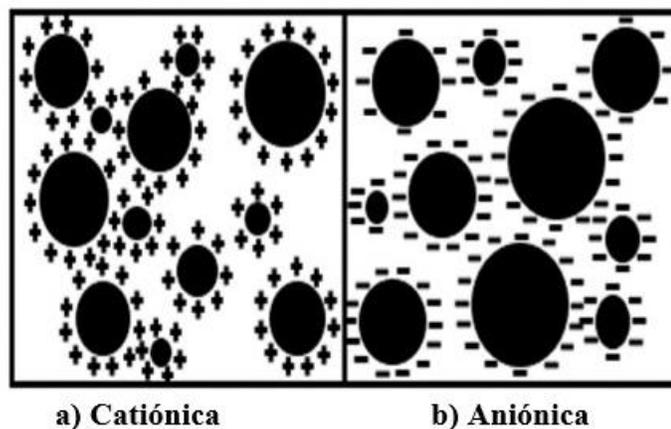
Las emulsiones asfálticas tradicionales son del tipo O/W y su formulación oscila en rangos de 40% a 75% de asfalto; 0,1 % a 2,5 % de emulsificante o surfactante y 25 %– 60 % de agua [88]. Uno de los aspectos más importantes en la tecnología de emulsiones asfálticas es que se presentan diversos tamaños y distribuciones de partícula, que son el resultado del proceso de reducción de tamaño para lo cual existen varios métodos para su determinación [89]. Cuando el diámetro de las gotas de asfalto está en el rango entre 0,1 a 20 micras la emulsión se conoce como macroemulsión [88]. Lo más relevante respecto al tamaño de partícula es su efecto directo en la estabilidad de almacenamiento y viscosidad de la emulsión, es decir, en sus propiedades reológicas. Emulsiones con tamaños de partículas muy pequeño posean comportamiento, desempeño y aplicaciones diferentes a las de las macroemulsiones.

La formulación de una emulsión comprende tres componentes: agua, asfalto y emulsificante. El agua es una molécula polar y el asfalto por su parte es un conglomerado de moléculas orgánicas, lo que conlleva a que este sistema sea químicamente inmiscible. No obstante, en la emulsión asfáltica el agua y la fase orgánica coexisten como una mezcla debido a la presencia del emulsificante. Como el agua y asfalto químicamente no son miscibles es normal que las macroemulsiones sean inestables y que eventualmente con el tiempo las dos fases se separen; es decir, son inestables termodinámicamente pero estables cinéticamente debido al surfactante [84]. Los emulsificantes son compuestos orgánicos que se caracterizan por tener una parte hidrofílica soluble en medio acuoso, y una parte hidrofóbica soluble en la fase orgánica.

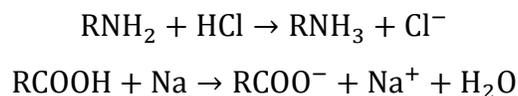
La formulación de una emulsión con un surfactante específico genera una nueva clasificación de las emulsiones asfálticas; es decir, cuando la carga superficial generada por el emulsificante en las gotas de asfalto es positiva, la emulsión es catiónica; por el contrario, cuando la carga es negativa es una emulsión aniónica, Figura 7.

**Figura 7**

*Emulsiones según el tipo de carga (Fuente: Adaptado de [83])*



Muchos de los emulsionantes que se adquieren en el mercado son insolubles en agua por lo que deben ser neutralizados o activados con un ácido o base para poder emplearse en la producción de emulsiones asfálticas. La elección de ácido o base depende del tipo de carga que se desee en la emulsión. A continuación, se representan los mecanismos de neutralización [88].



R: cadena orgánica

$\text{Cl}^-$ ,  $\text{Na}^+$ : contraiones

$\text{RNH}_3$ : surfactante con grupo funcional catiónico

$\text{RCOO}^-$ : surfactante con grupo funcional aniónico

Finalmente, la clasificación conocida de las emulsiones se da en función del tamaño de partícula y la naturaleza del agente emulsionante. Estos factores dan origen al concepto de “rompimiento de la emulsión”, lo cual determina las principales características de la emulsión y su comportamiento en aplicaciones específicas. En ese sentido, la clasificación de las emulsiones más conocida respecto a la estabilidad y carga eléctrica es la siguiente: [86], [90].

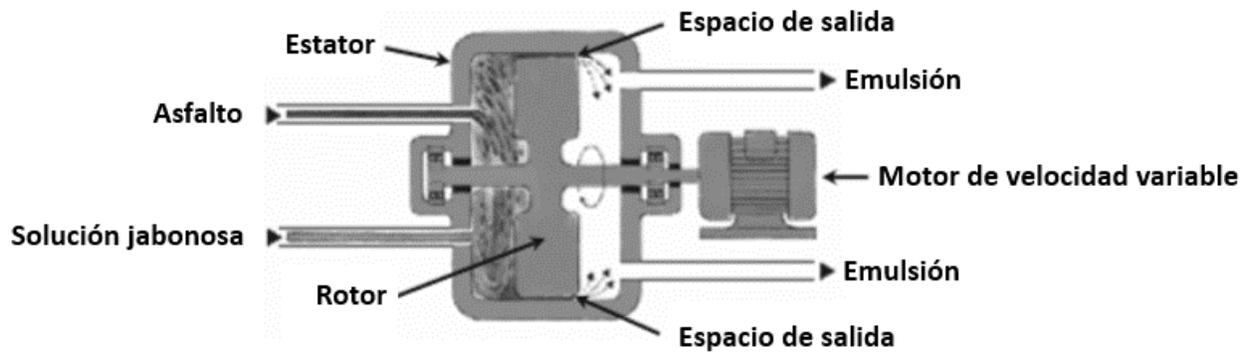
- Catiónica de rompimiento rápido CRS (Rapid-setting, RS).
- Catiónica de rompimiento medio CMS (Medium-setting, MS).
- Catiónica de rompimiento lento CSS (Slow-setting).
- Aniónica de rompimiento rápido RS (Rapid-setting, RS).
- Aniónica de rompimiento medio MS (Medium-setting, MS).
- Aniónica de rompimiento lento SS (Slow-setting).

En cuanto a la producción de emulsiones asfálticas tipo O/W generalmente se distinguen dos fases: el asfalto y la solución jabonosa. Inicialmente la solución jabonosa se compone de agua, surfactante, activador y aditivos. Comúnmente el asfalto se lleva a temperaturas entre 100-200 °C [91].

Posteriormente se mezclan en un molino coloidal que aporta la energía mecánica suficiente para cortar el asfalto en partículas finas, y la presencia del surfactante reduce la tensión interfacial entre el betún y el agua dando estabilidad a la emulsión [90], [92], Figura 8.

### **Figura 8**

*Diagrama emulsión asfáltica (Fuente: adaptado de [86])*



En la Tabla 5 se presentan algunos porcentajes típicos para la formulación de emulsiones catiónicas tipo O/W. Como se puede observar, la dosificación del emulsificante es muy importante puesto que de su porcentaje en la formulación depende la naturaleza y clasificación de la emulsión.

**Tabla 5**

*Porcentajes típicos para formulación de emulsiones asfálticas (Fuente: adaptado de [88])*

| Componente, %                                 | CRS  | CMS       | CSS       |
|---|--|-----------|-----------|
| Asfalto                                       | 65   | 60        | 60-65     |
| Emulsificante o surfactante                   | 0,10 – 0,25  | 0,4 – 0,6 | 1,5 – 2,5 |
| Polímero<br>(con base al peso del asfalto)    | -  | -         | 3         |
| Agua  | Hasta completar el 100% = $100 - \Sigma(\% \text{asfalto} + \% \text{emulsificante} + \% \text{polímero})$ |           |           |
| Ácido (HCl o H <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> ) | 2 – 4  | 2-3       | 1,5 – 2,5 |
| Solución jabonosa                             | 100-% asfalto  |           |           |

### Asfaltos Modificados con Polímeros

Un polímero es un compuesto de alto peso molecular que se caracteriza porque su estructura consiste en la unión de moléculas llamadas monómeros, que al unirse forman moléculas más grandes y en diversos arreglos. El asfalto es un sistema complejo que guarda un equilibrio entre sus diferentes constituyentes; por ello cuando se le adicionan polímeros a su estructura, esta se ve alterada dramáticamente. Los asfaltos modificados con polímeros son asfaltos a los cuales se les ha adicionado algún polímero, con el objetivo de mejorar su desempeño frente a cambios de

temperatura, carga y frecuencia [93]; es decir, mejorar la flexibilidad, consistencia y durabilidad para evitar fisuras, deformaciones y desprendimientos de la mezcla asfáltica [35]. El contenido típico de polímero para modificar las propiedades del asfalto oscila entre 3-6 %. El polímero puede adicionarse directamente al asfalto (proceso en húmedo) o a la mezcla mientras el asfalto se combina con el agregado (proceso en seco) [46] [94] [37].

En general los polímeros utilizados para la modificar asfaltos pueden agruparse en elastómeros termoplásticos, plastómeros y polímeros reactivos. Los elastómeros termoplásticos se caracterizan por aportar propiedades elásticas al asfalto modificado; mientras que los plastómeros y polímeros reactivos se utilizan para mejorar la rigidez y reducir las deformaciones bajo carga. Según Polacco y colaboradores [71] los polímeros más usados son:

- Cauchos naturales o sintéticos como copolímeros de estireno-butadieno (random SBR, diblock SB o triblock SBS) y similares (estireno-isopreno), conocidos como elastómeros.
- Copolímeros aleatorios de acetato de vinilo y etileno (EVA por sus siglas en inglés) o moléculas relacionadas (metacrilato de etileno, butilacrilato de etileno), conocidos plastómeros.
- Poliolefinas como polietilenos (PE) y polipropilenos (PP).
- Terpolímeros aleatorios que comprenden etileno, metacrilato de glicidilo (GMA) y un grupo éster (metil, etil o butilacrilato). Se les conoce como terpolímeros de Etileno Reactivo (RET) debido a las reacciones químicas que se cree que ocurren entre los asfaltenos y el polímero.

Modificar un asfalto con polímero no solamente es la adición del agente modificante a la matriz asfáltica. Dependiendo de las características del ligante bituminoso y del polímero, puede esperarse que la estructura y morfología del sistema asfalto/polímero sea una fase continua asfáltica con partículas de polímero dispersas; o una fase polimérica con asfalto disuelto o dos fases continuas entrecruzadas [95]. Se sabe que la relación entre asfalto y un polímero tipo estireno-butadieno-estireno (SBS) para pavimento comprende concentraciones de SBS entre 2-3 % que en ciertas ocasiones suponen un problema de estabilidad entre la fase polimérica y asfáltica; lo cual se debe a que por la diferencia entre densidades estas tienden a separarse cuando se encuentran en periodos prolongados de reposo, sin agitación y a ciertas temperaturas. Por tal motivo, se han desarrollado agentes reticulantes para mejorar la estabilidad del sistema asfalto/polímero. Son estructuras moleculares que fijan químicamente el polímero con el asfalto para que no se presentes

efectos de segregación debido a la diferencia en densidades de ambos materiales. El azufre es el más simple de los agentes reticulantes conocidos; sin embargo, también se conocen los de tipo fenólico y las resinas fenol aldehído.

El tipo de polímero que se utiliza como modificante depende de las necesidades que se presentan para la mezcla asfáltica. El polietileno (PE) por su parte es un polímero perteneciente a la familia de las poliolefinas. Entre los polietilenos más comunes están los de alta (PEAD) y baja densidad (PEBD). Los polietilenos de alta densidad se utilizan cuando la aplicación requiere mayor rigidez, resistencia y tolerancia al calor. Por otra parte, los polietilenos de baja densidad son utilizados cuando se requiere alta resistencia al impacto y ductilidad [96]. Sin embargo, el polietileno no es muy compatible con el asfalto y debido a esto no se usa ampliamente para aplicaciones de pavimentación y en su lugar se prefieren los copolímeros de etileno [71]. Algunas investigaciones han utilizado polietileno de baja y alta densidad para modificar asfalto encontrando una gran incompatibilidad entre estos polímeros con el ligante. Dicho comportamiento obedece a que el tamaño macro de las moléculas de los polímeros posee gran peso molecular y por tanto altas viscosidades; lo que implica que no se exista buena interacción del asfalto con estas macromoléculas por la baja miscibilidad entre ambos [97], [98]. Desde el punto de vista del mezclado, se requiere mucha más energía para la dispersión del polímero cuando se intenta combinar PEAD con el asfalto que cuando se usa PEBD o SBS [99].

Otro tipo de polímero utilizado para pavimentos asfálticos es el poliuretano (PU). Los asfaltos modificados con este polímero se caracterizan porque el punto de ablandamiento y la ductilidad aumentan mientras que la penetración disminuye. El módulo y el ángulo de fase del asfalto modificado aumentan. El asfalto modificado con PU tiene una excelente resistencia a la deformación y cohesión. Dado que el PU posee enlaces de poliéster flexibles puede mezclarse con componentes ligeros del asfalto. Adicionalmente, los grupos polares del PU pueden formar interacciones tipo puentes de hidrógenos o enlaces químicos con los asfaltenos por lo cual se dispersan uniformemente en el asfalto [3].

### **Modificación de Asfaltos con Aceites**

El asfalto puede sufrir envejecimiento debido a la oxidación de sus componentes y/o la pérdida de componentes livianos de su estructura, lo que genera cambios significativos en sus propiedades fisicoquímicas. Un pavimento asfáltico tiende a envejecer con los años de servicio,

perdiendo sus propiedades originales con el consecuente aumento en la rigidez y en su índice de inestabilidad coloidal [60]; por lo tanto, el desempeño hacia a la fatiga decrece y la vida útil del pavimento disminuye. Con base en estas consideraciones, surgen estudios orientados al reciclaje de pavimentos envejecidos (RAP) mediante el uso de agentes rejuvenecedores como el aceite de desperdicio de cocina (WCO: Waste Cooking Oil) y de motor (WEO: Waste Engine Oil). Este tipo de compuestos rejuvenecedores se adicionan con el objetivo de recuperar las propiedades fisicoquímicas y disminuir la viscosidad del asfalto envejecido [39] [41].

### Capítulo 3. Materiales y Métodos

#### Materiales

En esta investigación se emplearon los siguientes materiales:

#### *Gilsonita*

Se empleó gilsonita proveniente de una mina ubicada en el departamento de Santander, Colombia. El tamaño nominal o de mina de dicho material se encuentra en un rango de entre 12 a 15 cm. Las muestras de este material que llegaron al laboratorio presentaron un estado de alta pureza, es decir, no se evidenció una condición de mezcla con gravas, arenas, finos o arcillas. Las muestras se almacenaron en un lugar oscuro y fresco con el fin de limitar el efecto solar en la gilsonita.

#### *Aceite Base*

El aceite base se refiere a una mezcla de aceites quemados de motor obtenidos de un centro de servicio automotriz CSA multimarca de la ciudad de Medellín. Se adquirieron 30 litros de este aceite con los que se realizaron todos los análisis, ensayos y formulaciones. Este producto presenta una consistencia líquida y fluida, color negro brillante e inodoro. Las principales características físicas y químicas de los aceites usados según el manual técnico para el manejo de aceites lubricantes usados de origen automotor e industrial se presentan en la Tabla 6 [100] .

**Tabla 6**

*Parámetros fisicoquímicos del aceite base*

| <b>Parámetro</b>                | <b>Magnitud</b> |
|---------------------------------|-----------------|
| Gravedad a 15,6 °C, °API        | 19-22           |
| Peso específico a 15,6 °C       | 0,9396-0,8692   |
| Agua, % Volumen                 | 0,2-33,8        |
| Solubles en gasolina, % Volumen | 0,56-33,3       |
| Potencia calorífica, MJ/kg      | 31,56-44,88     |

### ***Aceite Vegetal***

Se empleó un aceite vegetal comercial compuesto fundamentalmente por triglicéridos de diferentes ácidos grasos, de consistencia líquida fluida, color amarillo claro traslúcido. Sus principales características físicas y químicas se indican en la Tabla 7.

**Tabla 7**

*Parámetros fisicoquímicos del aceite vegetal comercial*

| <b>Parámetro</b>     | <b>Magnitud</b> |
|----------------------|-----------------|
| Olor                 | Neutro          |
| Punto de ebullición  | >350°C          |
| Punto de inflamación | >300°C          |
| Viscosidad a 50°C    | 30 cP           |
| Solubilidad en agua  | Insoluble       |

Fuente: del autor

### ***Aditivo Comercial***

Se empleó un aditivo rejuvenecedor de pavimentos oxidados, de consistencia líquida y color amarilloso verdoso. En la Tabla 8 se indican sus principales características físicas y químicas de acuerdo con su ficha técnica.

**Tabla 8**

*Parámetros fisicoquímicos del aditivo comercial*

| <b>Parámetro</b>    | <b>Magnitud</b>  |
|---------------------|------------------|
| Olor                | Neutro-amoniacal |
| Punto de ebullición | >2500°C          |
| pH                  | 8-10             |
| Densidad relativa   | >0,95            |
| Solubilidad en agua | Insoluble        |

Fuente: del autor

## ***Agregados Pétreos***

Los agregados como gravas, arenas y llenante mineral para las granulometrías necesarias en las mezclas asfálticas se obtuvieron de una cantera de materiales triturados ubicada en la ciudad de Medellín. Estos materiales fueron sometidos a un proceso de lavado para su almacenamiento y posterior uso.

## **Métodos**

Para los propósitos de esta investigación se utilizaron los procedimientos descritos en las normas ASTM, Invías, AASHTO y algunas técnicas analíticas e instrumentales que en conjunto permitieron conocer las características químicas, físicas, reológicas, térmicas y mecánicas de la gilsonita, los materiales utilizados para las formulaciones, los productos y mezclas asfálticas desarrolladas. Todas las normas que se describen a continuación se utilizaron para determinar el punto de ablandamiento, penetración, punto de inflamación, características químicas tanto de la gilsonita como de los ligantes desarrollados. Para los ligantes se emplearon las normas que permitieron determinar el grado de desempeño mediante ensayos reológicos.

En cuanto a las mezclas asfálticas se utilizaron para determinar la estabilidad y flujo Marshall, la evaluación del daño por humedad, simulación de envejecimiento mediante cámara de intemperismo acelerado y análisis de lixiviados para establecer la viabilidad ambiental de la investigación.

## **Tabla 9**

*Métodos, normas y técnicas utilizadas en esta investigación*

| <b>Ensayo, técnica analítica o instrumental</b> | <b>Norma o equipo</b> | <b>Aporte</b>  |
|---|-----------------------|--|
| Punto de ablandamiento                          | ASTM D36-14 [101]     | Estimación del grado de susceptibilidad que tiene un material ante las variaciones de temperatura; los materiales bituminosos, dado su carácter viscoelástico, no presentan puntos de fusión claramente definidos y a medida que aumenta la temperatura gradualmente se vuelven más suaves y menos viscosos. El punto de ablandamiento es útil en la clasificación de los materiales bituminosos y su uniformidad de acuerdo con su origen o fuente de suministro, |

|   |   |   |
|---|---|---|
|   |   | según sea su tendencia a fluir cuando es sometido a temperaturas elevadas.  |
| Punto de inflamación  | ASTM D92-18<br>[102]  | Medición y descripción de las propiedades de una muestra expuesta al calor y a la llama, y su tendencia a formar una mezcla inflamable con el aire. Los resultados de este ensayo se deben tomar como elementos estimativos de las precauciones que se deben adoptar para prevenir riesgos de incendio en la manipulación de materiales bituminosos.                        |
| Penetración   | ASTM D5-13<br>[103]   | Medición de la consistencia de los materiales bituminosos semisólidos y sólidos a las temperaturas de ensayo.   |
| Dilución en n-heptano   | ASTM D3279-19<br>[104]  | Determinación del contenido de asfaltenos en asfaltos de petróleo, gasóleos, fuelóleos pesados, petróleo crudo; definidos como aquellos componentes no solubles en n-heptano.   |
| Fraccionamiento SARA (Método B)   | ASTM 4124 – 09<br>[105]   | Mediante este método se separan los asfaltos en cuatro fracciones bien definidas conocidas como: saturados, aromáticos, resinas y asfaltenos. Su análisis se emplea para evaluar la composición del asfalto así como para estimar el índice de Gaestel o índice de inestabilidad coloidal (Ic) que es un parámetro que se asocia a la composición genérica de los asfaltos. |
| Análisis elemental (CHON-S)   | ASTM D-5373-08<br>[102]<br>Equipo CHNSO<br>LECO Modelo<br>Truspec Micro | Determina las cantidades de Carbono (C), Hidrógeno (H), Nitrógeno (N), Oxígeno (O) y Azufre (S) en la muestra de gilsonita. El análisis se realiza mediante combustión a 1050 °C e ambiente de Helio, mientras que el Azufre a 1350 °C en ambiente de Oxígeno.  |
| Determinación del contenido de agua en los materiales bituminosos por destilación | ASTM D95-13<br>[106]  | Determinación del contenido de agua en un rango de 0 % a 25 % por volumen en productos de petróleo, alquitranes y otros materiales bituminosos. Este parámetro se emplea para conocer la homogeneidad de estos materiales y es importante en los procesos de refinación y comercialización  |
| Destilación en emulsiones asfálticas  | ASTM D6997-12<br>[107]  | Determinación cuantitativa de residuos y destilado de aceite en asfaltos emulsionados   |

|  |   |   |
|--|---|---|
|  |   | compuestos por una fase asfáltica, agua y surfactante. Se emplea, entre otros, para la aceptación de especificaciones, control, calidad de materiales e investigación.  |
| Contenido de material inorgánico o cenizas en los materiales bituminosos | AASHTO T 111-83 (2004) [108]<br>INV E-705-13 [109]  | Determinación del material mineral o cenizas en los productos bituminosos sólidos, semisólidos o líquidos utilizados en infraestructura vial.   |
| Tamaño de partículas por métodos mecánicos                               | ASTM C136/136M-19 [110]<br>INV E-123-13 [111]   | Determinación de tamaño de partículas por tamizado para partículas mayores a 75 µm y por sedimentación empleando hidrómetro para menores a 75 µm.   |
| Tamaño de partículas por difracción laser                                | Analizador de tamaño de partícula por difracción láser ATP [112]<br>Equipo: Malvern Mastersizer 2000 particle size analyzer con accesorio Malvern HYDRO 2000 MU | Clasificación y distribución por tamaños empleando técnicas de difracción láser.  |
| Espectrometría Infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR/ATR)         | Equipo:<br>Espectrómetro Infrarrojo con Transformada de Fourier Perkin Elmer modelo Spectrum One detector DTGS  | Esta técnica instrumental se emplea para identificar los grupos funcionales presentes en la estructura molecular de un material. Así mismo, su empleo proporciona la determinación rápida y en tiempo real de la composición; control de dosificación, formulación y productos finales en procesos de síntesis. |
| Espectrometría de Fluorescencia de Rayos X (XRF)                         | Equipo:<br>Espectrómetro de Fluorescencia de Rayos X Thermo ARL Optim'X WDXRF (Software)  | Determinación de composición elemental cualitativa y cuantitativa de materiales.  |

|   |   |   |
|---|---|---|
|   | Uniquant), Modo<br>testAll Geo  |   |
| Microscopía de Fuerza<br>Atómica (AFM)          | Equipo:<br>Microscopio<br>Electrónico de<br>AFM MFP-3D<br>Infinity, Asylum<br>Research  | Análisis de superficie de microestructura y de<br>fuerzas superficiales. Caracterización<br>estructural y morfológica de materiales<br>bituminosos.   |
| Análisis<br>Termogravimétrico<br>(TGA)          | Equipo:<br>Analizador<br>Termogravimétrico<br>o T.A.<br>Instruments TGA<br>Q500   | Caracterización de propiedades físicas y<br>químicas de materiales y evolución de<br>reacciones químicas en función de la<br>temperatura. Con el TGA es posible determinar<br>la estabilidad térmica, la pirólisis, la<br>descarboxilación y la masa perdida o ganada<br>por reacción, descomposición, deshidratación y<br>pérdida de solventes.  |
| Módulo de corte<br>complejo y ángulo de<br>fase | Equipo: Reómetro<br>DSR<br><br>T.A. Instruments<br>DHR1 con<br>soporte de aire y<br>control de<br>temperatura UHP<br><br>ASTM D7175-15<br>[113] | El módulo complejo de corte es una medida de<br>la resistencia total de un material a la<br>deformación bajo esfuerzos de corte; el ángulo<br>de fase es utilizado para comprender el<br>comportamiento del material en relación con<br>sus componentes elásticos y viscosos. El<br>método Se utiliza generalmente para evaluar el<br>comportamiento de ligantes bituminosos en un<br>intervalo de temperatura entre 10 °C y 90 °C.<br>La temperatura está relacionada con la<br>temperatura experimentada por el pavimento en<br>el área geográfica para la cual se pretende usar<br>el ligante asfáltico. |
| Viscosidad                                      | Equipo:<br>Viscosímetro<br>rotacional DV-II<br>+ Pro Brookfield<br><br>ASTM D4402M-<br>15 [114]   | Las pruebas reológicas en los asfaltos permiten<br>conocer su comportamiento viscoelástico e<br>información respecto a la resistencia del ligante<br>frente a esfuerzos debidos a la carga del tráfico<br>en la región de alta temperatura y al craqueo<br>térmico en la región de baja temperatura.<br><br>La viscosidad es un parámetro que permite<br>establecer las temperaturas de mezclado y<br>compactación de las mezclas asfálticas.   |
| Grado de desempeño<br>PG                        | Equipo: Reómetro<br>DSR T.A.<br>Instruments<br>DHR1 con   | Con base en mediciones reológicas dinámicas el<br>Grado de Desempeño PG indica el intervalo de<br>temperaturas en el que un asfalto determinado<br>se puede desempeñar satisfactoriamente; se   |

|  |   |  |
|--|---|--|
|  | <p>soporte de aire y control de temperatura UHP</p> <p>ASTM D7175-15 [113]</p> <p>Equipo: Reómetro BBR</p> <p>Equipo Reómetro de viga de flexión 81-PV5904</p> <p>ASTM D6648-08(2016) [115]</p> | <p>denota por dos temperaturas: la temperatura máxima de desempeño y la temperatura mínima de desempeño. Este parámetro de clasificación de los asfaltos se basa en propiedades fundamentales que permiten evaluar la consistencia del asfalto a las temperaturas de servicio, así como su capacidad para disipar los esfuerzos ocasionados por las cargas de los vehículos [116].</p>               |
| Ensayo de tensión indirecta TSR                                | <p>ASTM D 4867 [117]</p> <p>INV E-725 [118]</p>   | <p>Determinación del efecto del agua en la resistencia a la tracción de mezclas para pavimentación y de su susceptibilidad a la humedad. Es útil para conocer los potenciales daños por humedad y/o establecer si los aditivos mejoradores de adherencia son efectivos y calcular la dosificación óptima. Se usa para evaluar el desempeño de pavimentos flexibles bajo condiciones de servicio.</p> |
| Proceso de lixiviación   | <p>ASTM D3987-12(2020) [119]</p>  | <p>Proceso de lixiviación de materiales sólidos por separación sólido-líquido para obtener una solución acuosa en la cual se determinan los constituyentes lixiviados.</p>   |
| Análisis de intemperismo acelerado                             | <p>ASTM D4799/D4799M-17 [120]</p> <p>ASTM G154-16 [121]</p>   | <p>Condiciones y los procedimientos de prueba para las exposiciones a la condensación y a los rayos UV para materiales bituminosos y materiales no metálicos</p>   |
| Densidad, gravedad específica y absorción del agregado mineral | <p>ASTM C128-07 [122]</p> <p>INV E-722 sección suelos [123]</p>   | <p>Determinación de densidad promedio de una cantidad de partículas de agregado fino, y también la densidad relativa y la absorción de dicho agregado</p>  |
| Densidad, gravedad específica y absorción del agregado grueso  | <p>ASTM C127-07 [124]</p>   | <p>Determinación de la densidad promedio de una cantidad de partículas de agregado grueso, y</p>   |

|   |   |  |
|---|---|--|
|   | INV E-223<br>sección suelos<br>[125]                          | también la densidad relativa y la absorción de dicho agregado  |
| Gravedad específica de partículas sólidas de los suelos y del llenante mineral  | ASTM D854-10<br>[126]<br>INV E-128<br>sección suelos<br>[127] | Determinación de la gravedad específica de los suelos que pasan la malla No. 4 y del filler de las mezclas asfálticas empleando un picnómetro  |
| Gravedad específica máxima de mezclas asfálticas para pavimentos  | ASTM D2041-03<br>[128]<br>INV E-735 [129]                     | Determinación de la gravedad específica máxima de mezclas asfálticas en caliente   |
| Análisis volumétrico de mezclas asfálticas compactadas en caliente  | INV E-799 [130]   | Procedimientos para realizar el análisis volumétrico de especímenes compactados de mezcla asfáltica en caliente  |
| Gravedad específica bulk y densidad de mezclas asfálticas compactadas no absorbentes empleando especímenes saturados y superficialmente secos | ASTM D2726-11<br>[131]<br>INV E-733 [132]                     | Determinación de la gravedad específica bulk y la densidad de especímenes de mezclas asfálticas compactadas  |
| Ensayo Marshall   | AASHTO T 245<br>[133]<br>INV E-748-13<br>[134]                | Procedimiento para determinar la resistencia a la deformación plástica de especímenes cilíndricos de mezclas asfálticas para pavimentación, empleando el aparato Marshall. El procedimiento se puede emplear tanto para el proyecto de mezclas en el laboratorio como para el control en obra de las mismas. El método es aplicable a mezclas elaboradas con cemento asfáltico y agregados pétreos con tamaño máximo menor o igual a 25.4 mm (1”). |

Fuente: del autor

## Capítulo 4. Caracterización Fisicoquímica de la Gilsonita

Se empleó una gilsonita colombiana proveniente de una mina ubicada en el departamento de Santander que presenta un tamaño aproximado entre 2 a 12.5 cm. Su caracterización fisicoquímica se realizó empleando técnicas analíticas e instrumentales como punto de ablandamiento, punto de inflamación, penetración, análisis elemental (CHON-S) y XRF; fraccionamiento SARA, AFM, FTIR/ATR, TGA y análisis de tamaño de partícula

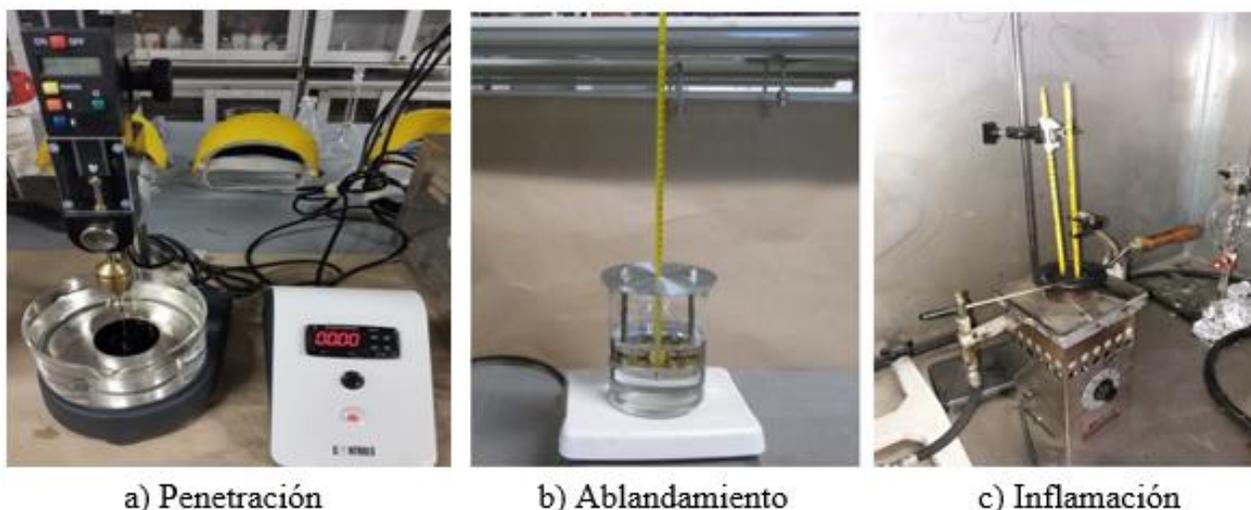
### Caracterización Física

#### *Penetración, Punto de Ablandamiento y Punto de Inflamación*

En la Figura 9 se muestra el montaje experimental para determinar: a) penetración ASTM D5-13 [103], b) punto de ablandamiento ASTM D36-14 [101] y c) el punto de inflamación por copa abierta Cleveland ASTM D92-18 [135]. El ensayo de penetración se lleva a cabo con un penetrómetro controlado con un cronómetro digital, la muestra fue acondicionada a 25 °C; para el punto de ablandamiento se usó un baño de glicerina debido a que el baño de agua no es adecuado para muestras de gilsonita, el punto de inflamación se determinó como la lectura de temperatura en los termómetros cuando la llama que se pasó por los vapores generados en la copa abierta se inflamaron. En la Tabla 10 se presentan los resultados obtenidos.

### Figura 9

*Determinación de penetración, punto de ablandamiento y punto de inflamación de la gilsonita*



**Tabla 10***Resultados caracterización física de la gilsonita*

| <b>Parámetro</b>       | <b>Característica/magnitud</b> | <b>Unidad</b> |
|------------------------|--------------------------------|---------------|
| Color en masa          | Negro                          | -             |
| Color en polvo         | Marrón oscuro                  | -             |
| Penetración a 25°C     | 0                              | 0,1 mm        |
| Punto de ablandamiento | 214±5                          | °C            |
| Punto de inflamación   | 260                            | °C            |

Fuente: del autor

El valor obtenido como punto de ablandamiento resultó ser muy alto si se compara con los asfaltos convencionales (40 °C - 60 °C) e inclusive con los asfaltos modificados con polímeros. Sin embargo, no es ajeno para un material con un contenido de asfaltos tan elevado. El valor alto del punto de ablandamiento explica la estabilidad térmica y la dureza de la gilsonita.

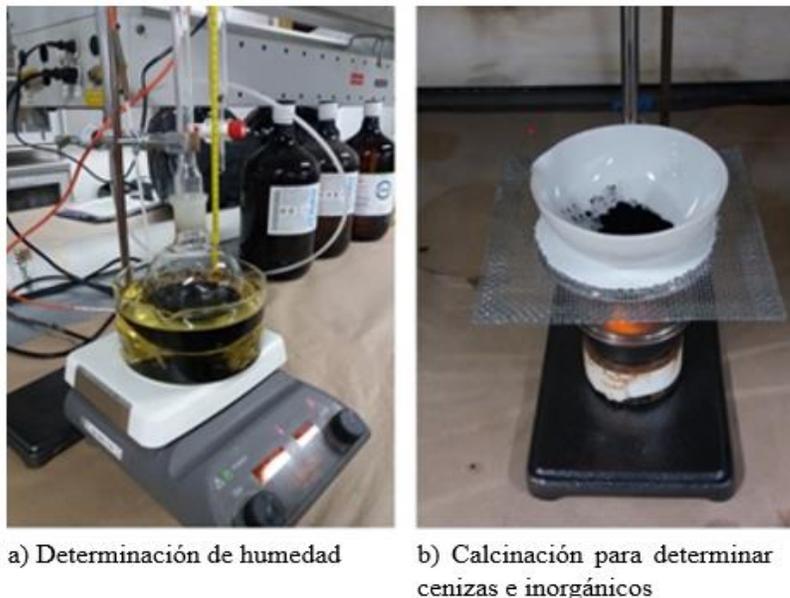
Dado que el punto de inflamación indica la tendencia de una determinada muestra a formar una mezcla inflamable con el aire en condiciones controladas, los resultados de este ensayo se deben tomar como punto de partida para tomar precauciones de manipulación en planta y diferentes operaciones con materiales asfálticos, pero no como un valor determinante de riesgo de combustión en condiciones de un incendio real; para ello se deben tener en cuenta parámetros adicionales. El punto de inflamación mostrado para la gilsonita en la Tabla 9 es más elevado que el valor mínimo establecido por la normativa colombiana para el punto de inflamación que es de 230 °C para asfaltos [136]. Por lo tanto, la gilsonita objeto de este estudio no resulta un material con riesgos asociados al punto de inflamación. Además, en ninguna de las operaciones con gilsonita y asfaltos convencionales y/o modificados se logra alcanzar ese valor de temperatura.

### **Caracterización Química**

La caracterización química de la gilsonita se realizó mediante análisis elemental, XRF y fraccionamiento SARA. En la Figura 10 se observa el montaje experimental para determinar: a) humedad, la muestra se ingresó en un matraz y se utilizó un baño de aceite para la transferencia de calor y b) cenizas para complementar el análisis elemental (CHON-S) realizado bajo la norma ASTM D-5373-08 [102].

## Figura 10

### Determinación de humedad y cenizas



En la Tabla 11 se presentan los resultados del análisis elemental y de composición química de la gilsonita.

**Tabla 11**

### Análisis elemental y composición química de la gilsonita

| Composición química de la gilsonita |      |      |      |      |                         |       |        |       |                  |                    |         |
|-------------------------------------|------|------|------|------|-------------------------|-------|--------|-------|------------------|--------------------|---------|
| C                                   | H    | N    | S    | O    | H/C                     | O/C   | C/N    | S/C   | Materia orgánica | Materia inorgánica | Humedad |
| <b>% en peso</b>                    |      |      |      |      | <b>Relación atómica</b> |       |        |       | <b>% en peso</b> |                    |         |
| 72,20                               | 7.80 | 8.40 | 0.64 | 6.37 | 1,290                   | 0,007 | 10,030 | 0,003 | 95,41            | 3,97               | 0,62    |

Fuente: del autor

El análisis de los resultados de la Tabla 11 así como los valores reportados en la Tabla 4 indican la variación en la composición química de la gilsonita incluso para las gilsonitas colombianas, dependiendo del yacimiento y el estrato de procedencia en el mismo [137]. Las relaciones atómicas presentadas en la Tabla 11 dan información acerca de la estructura y origen de

la gilsonita. El resultado de la relación atómica H/C indica un alto grado de condensación molecular, revelando el carácter aromático de estos materiales, esto es, los asfaltenos y aromáticos polares o resinas. De acuerdo con los resultados de las relaciones H/C y O/C, la gilsonita empleada en esta investigación se deriva de un kerógeno tipo I (spropélico, H/C>1,2 y O/C<0,15); este tipo de kerógeno se caracteriza por ser rico en cadenas alifáticas derivadas de lípidos y un contenido bajo de sistemas aromáticos polinucleares y heteroatómicos. Algunos trabajos informan que relaciones de C/N en el rango de 4-10:1 indican un origen marino; el valor bajo de la relación C/N muestra que el origen de esta gilsonita es no terrestre. Por otra parte, el valor tan bajo de la relación S/C sugiere un origen no marino de esta gilsonita. El análisis de las relaciones atómicas de esta gilsonita indica que su origen geológico puede ser lacustre [13]. Bahrami et al. [138] y Zheng et al. [139] realizaron el análisis elemental de muestras de gilsonita encontrando relaciones H/C de 1,15 y 1,14 respectivamente; indicado relaciones menores que la de los asfaltenos de petróleo convencionales, lo que muestra un alto grado de condensación molecular.

#### ***Análisis Elemental por Espectrometría de Fluorescencia de Rayos X (XRF)***

En la Tabla 12 se muestran los resultados del análisis por XRF en la fracción inorgánica de la gilsonita.

**Tabla 12**

*Análisis elemental de la gilsonita empleando XRF*

| <b>Elemento</b> | <b>Unidad</b> | <b>Resultado</b> |
|-----------------|---------------|------------------|
| Azufre (S)      | %             | 13,970           |
| Silicio (Si)    | %             | 2,170            |
| Vanadio (V)     | Ppm           | 5.884            |
| Aluminio (Al)   | Ppm           | 2.824            |
| Hierro (Fe)     | Ppm           | 2.460            |
| Potasio (K)     | Ppm           | 1.585            |
| Magnesio (Mg)   | Ppm           | 1.391            |

Fuente: del autor

Se puede observar que la gilsonita estudiada presenta bajos contenidos de azufre y vanadio en la fracción inorgánica. Este resultado es indicativo de que su uso en la incorporación de mezclas

o formulación de productos no representa peligros ambientales o riesgos asociados a su manipulación. Es importante tener en cuenta la variabilidad que puede tener la gilsonita dependiendo de su origen y el estrato; por ejemplo, se han encontrado gilsonitas colombianas que alcanzan contenidos de azufre hasta del 72 % [82]. De otra parte, altos contenidos de azufre en el asfalto generan que estos sean menos susceptibles a la temperatura; sin embargo, un alto porcentaje de azufre puede ocasionar que se presente su oxidación a sulfuros o sulfóxidos, incrementando la dureza y viscosidad del asfalto [140] .

### ***Fraccionamiento SARA***

**Dilución en n-heptano.** Para la determinación de la fracción asfáltica y malténica se realizó el proceso de dilución y digestión en n-heptano por un periodo de 3 h a 100 °C y 600 rpm, siguiendo los procedimientos descritos en la norma ASTM D3279 [104], Figura 11. El retenido en el papel filtro se considera como los asfaltenos; mientras que el pasante los maltenos. Este análisis se realizó por triplicado.

### **Figura 11**

*Digestión de gilsonita en n-heptano y separación de las fracciones malténicas y asfálticas*



a) Digestión en n-heptano

b) Separación de la fracción malténica y asfáltica por filtración al vacío

El porcentaje estimado de asfaltenos en la gilsonita fue de 68,84%. Dicho resultado representa un valor muy elevado de la fracción asfáltica si se compara con un asfalto convencional en el cual el porcentaje de asfaltenos oscila entre 15 y 22%; sin embargo, es congruente con los valores típicos reportados para la gilsonita.

Los resultados del fraccionamiento SARA se presentan en la Tabla 13 y las fracciones resultantes en la Figura 12. Se aprecia que los componentes saturados representan la menor cantidad en la gilsonita, además, los valores de aromáticos y resinas también son bajos respecto a valores en asfaltos convencionales de 0,9.

**Tabla 13**

*Resultados fraccionamiento SARA de la gilsonita*

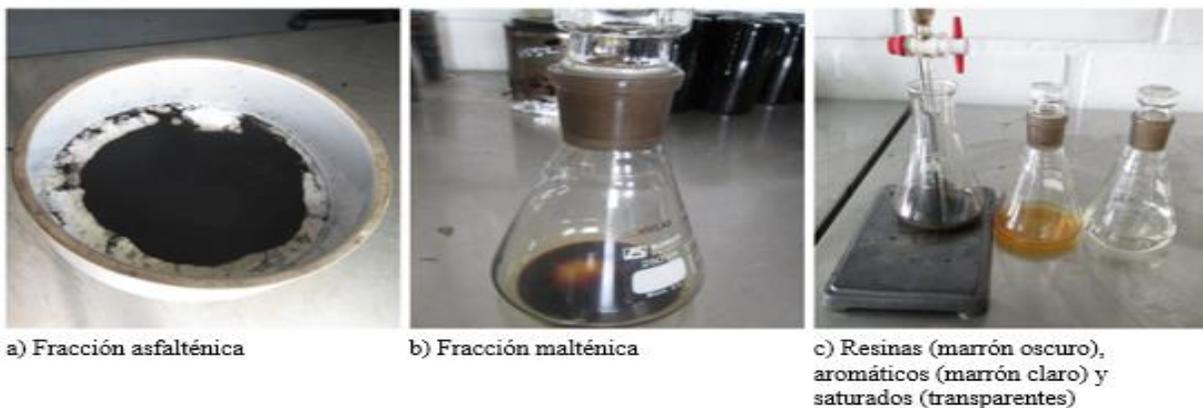
| Fracción   | Resultado % |
|------------|-------------|
| Asfaltenos | 68,84       |
| Saturados  | 1,22        |
| Aromáticos | 13,05       |
| Resinas    | 16,89       |

Fuente: del autor

El cálculo del IC da como resultado 2,34 que es un valor alto comparado con el valor de referencia para asfaltos convencionales de 0,9. Este resultado indica que la gilsonita en su estado puro no representa un material adecuado para su uso como ligante asfáltico.

**Figura 12**

*Montaje experimental para realizar el fraccionamiento SARA*

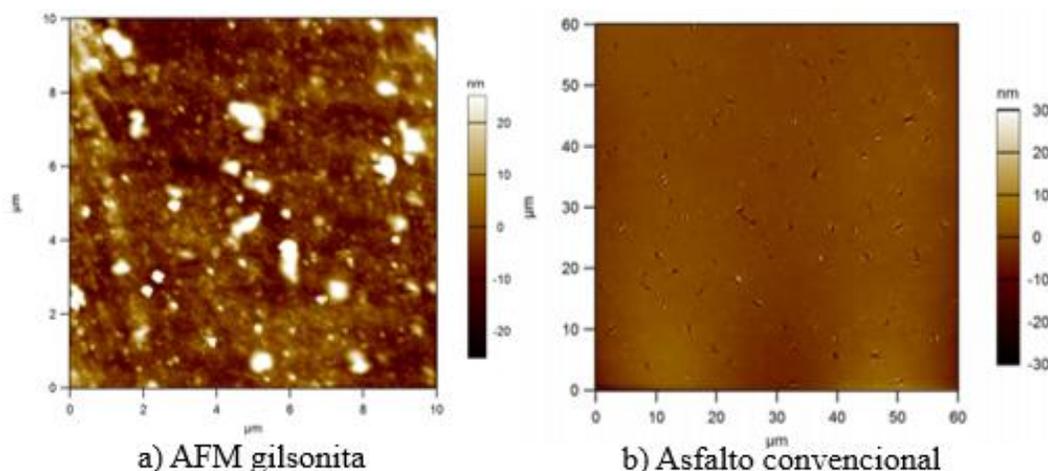


### ***Análisis por AFM***

La micrografía AFM de la gilsonita no muestra claramente a los asfaltenos dispersos en una matriz malténica como en un asfalto común (15 a 20% de asfaltenos), Figura 13. Esto tiene sentido en el entendido que la gilsonita estudiada tiene aproximadamente 70% de asfaltenos. Se aprecia una de matriz continua y al tener un porcentaje tan bajo de maltenos no es posible que se pueda lograr las micelas entre resinas y asfaltenos, y por esa razón no se puede dar la polidispersión [141].

### **Figura 13**

*Micrografías de gilsonita y asfalto convencional*

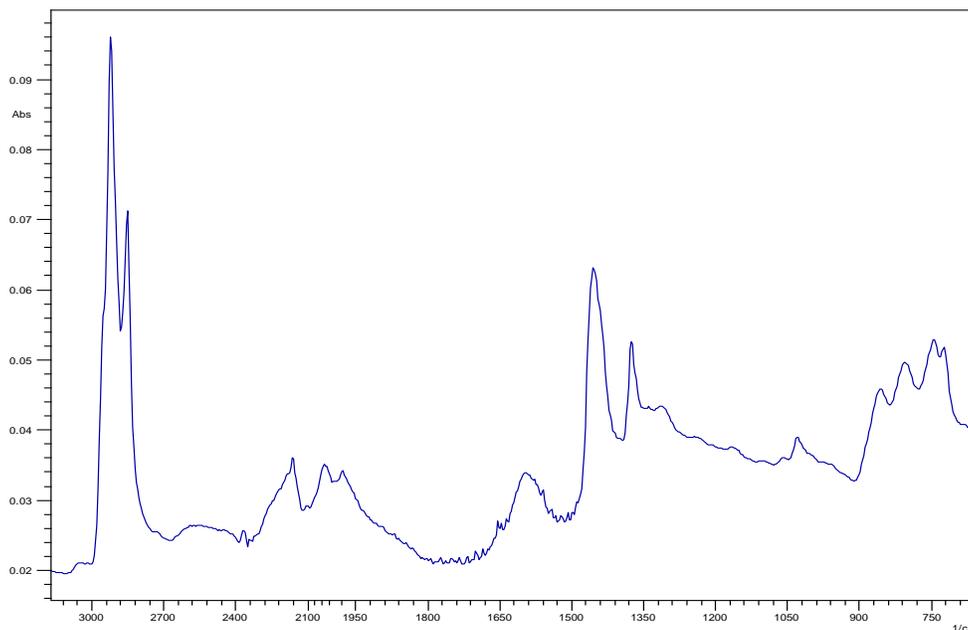


### ***Análisis por Espectrometría Infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR/ATR)***

Los principales rasgos del espectro FTIR de la gilsonita, Figura 14, son las bandas características de materiales bituminosos entre  $2800-3000\text{ cm}^{-1}$  debidas al estiramiento asimétrico y simétrico del enlace C-H típico de cadenas alifáticas saturadas. El hecho de que a  $2920\text{ cm}^{-1}$  haya una intensidad mayor que en  $2850\text{ cm}^{-1}$  implica la existencia de largas cadenas alifáticas en la gilsonita [13] [142]. La banda en  $1450\text{ cm}^{-1}$  se debe a frecuencias de flexión del enlace asimétrico C-CH<sub>3</sub> y/o metileno; mientras que, la banda en  $1378\text{ cm}^{-1}$  se debe a flexión simétrica del enlace C-CH<sub>3</sub>. Las bandas entre  $720-900\text{ cm}^{-1}$  se asocian con vibraciones de enlace C-H del anillo bencénico [13] [143], [144]. Las bandas entre  $1950-2400\text{ cm}^{-1}$  son muy poco usuales en los espectros FTIR de hidrocarburos; no obstante su presencia puede deberse a enlaces triples C≡C, C≡O o C≡N [145].

## Figura 14

### *Espectro FTIR de la gilsonita*



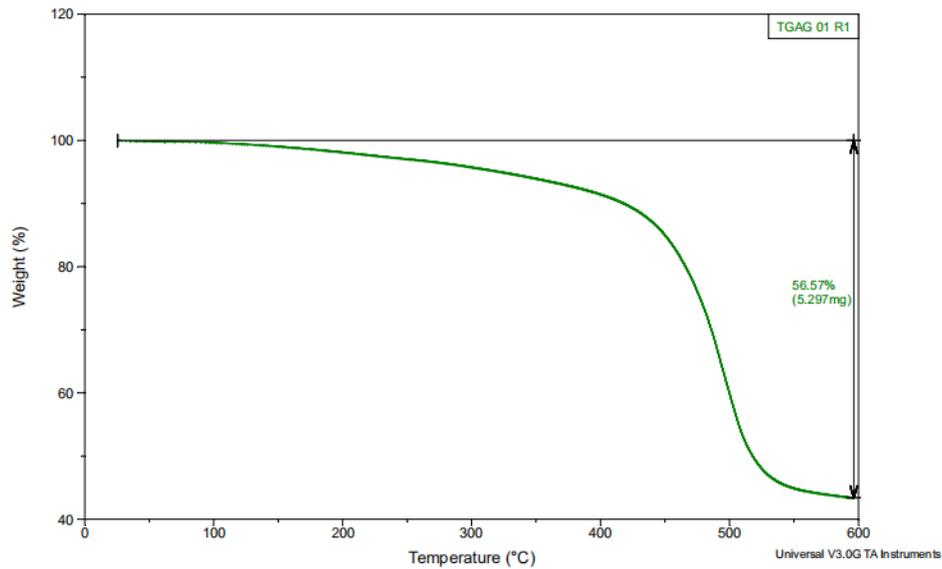
Por lo general, un espectro FTIR de un asfalto envejecido presenta una banda característica en  $1700\text{ cm}^{-1}$  del grupo carbonilo C=O [146], [147], [148]. En el espectro mostrado en la Figura 14 no se observa esta señal, lo que implica que la gilsonita a pesar de tener un porcentaje elevado de la fracción asfáltica no se ha envejecido, sino que ha perdido componentes livianos de la fracción malténica. Esta característica es la consecuencia natural de la exposición por largos períodos de tiempo de la gilsonita a condiciones ambientales, y no a las condiciones de refinación del crudo que se distinguen por condiciones de temperatura y presión más extremas.

### ***Análisis Termogravimétrico TGA***

En la Figura 15 se observa el termograma y el comportamiento del peso (weight) de la muestra analizada respecto a la variación en temperatura (temperature) desde condiciones ambientales hasta los  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Se aprecia que hasta  $200\text{ }^{\circ}\text{C}$  la pérdida en peso de la gilsonita es relativamente baja. En la Tabla 14 se presentan valores de temperatura y la pérdida de masa en ese punto. Dichos valores son importantes debido a que la temperatura promedio de los materiales asfálticos en planta es  $165\text{ }^{\circ}\text{C}$ ; la temperatura de modificación de asfaltos es  $180\text{ }^{\circ}\text{C}$  y  $220\text{ }^{\circ}\text{C}$  es el valor próximo al punto de ablandamiento de la gilsonita.

**Figura 15**

*Termograma de la gilsonita desde temperatura ambiente hasta 600°C*



Del termograma de la gilsonita se aprecia que es un material muy estable térmicamente hasta las temperaturas características de procesamiento de asfaltos. Hasta los 220,14 °C que es el valor aproximado del punto de ablandamiento, la pérdida de masa solo alcanza el 2,28% que es relativamente bajo.

**Tabla 14**

*Temperaturas características y pérdida de masa de la gilsonita en el procesamiento de ligantes asfálticos*

| Temperatura, °C | Peso, % | Pérdida de masa, % |
|-----------------|---------|--------------------|
| 25,11           | 100,00  | 0,00               |
| 165,16          | 98,82   | 1,18               |
| 180,52          | 98,54   | 1,46               |
| 200,08          | 98,15   | 1,85               |
| 220,14          | 97,72   | 2,28               |

Fuente: del autor

## Capítulo 5. Reducción de Tamaño de la Gilsonita

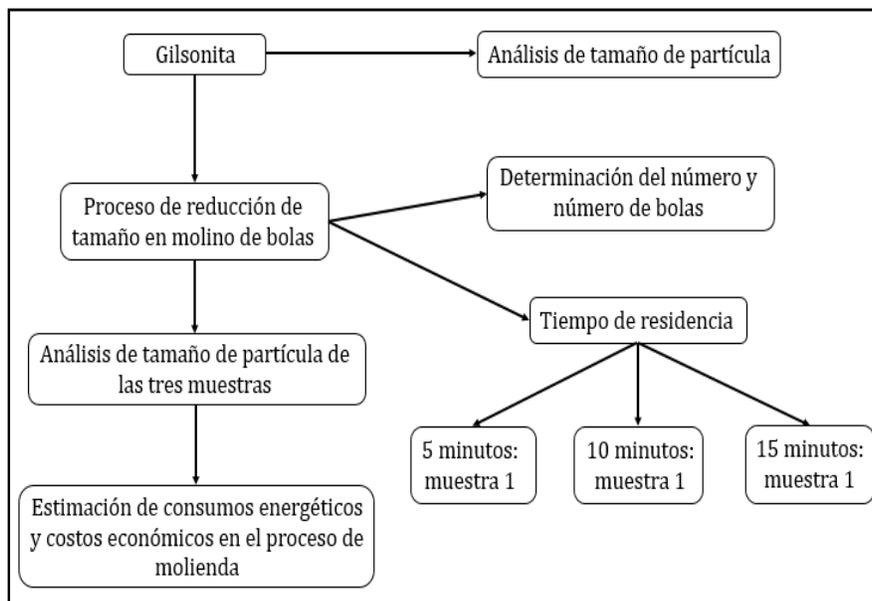
Los asfaltos naturales son materiales de interés por la posibilidad de su uso en la modificación del bitumen usado en pavimentos flexibles. La gilsonita es un tipo de asfalto natural que por su bajo costo y estructura química afín con ligantes bituminosos puede ser empleada como modificante para mejorar las propiedades mecánicas y reológicas de asfaltos y así, mejorar el desempeño de las mezclas asfálticas. Para que una gilsonita pueda ser empleada para este propósito, debe tener un tamaño menor a malla 50 o  $297 \mu\text{m}$ , lo cual implica un proceso de reducción de tamaño con consumos energéticos y costos asociados, Un número importante de contribuciones evidencian los beneficios del uso de gilsonita para modificar asfaltos; sin embargo, no se encuentran estudios referidos al proceso de disminución de tamaño de la gilsonita; solo se refieren al uso del polvo de dicho material pero no a la manera en que se llega a ese tamaño de partícula.

Dado que la incorporación de la gilsonita en los productos objeto de desarrollo en este trabajo requería un acondicionamiento de tamaño, en esta etapa de la investigación se enfatizó en el estudio del proceso de reducción de tamaño, la energía consumida y un análisis preliminar de costos asociados.

Para el proceso de reducción de tamaño se estableció el tamaño y el número de cuerpos molidores, empleando un modelo matemático [149]. Se determinaron tres tiempos de residencia para el proceso de reducción de tamaño de la gilsonita: 5, 10 y 15 minutos y en cada tiempo  $T_5$ ,  $T_{10}$  y  $T_{15}$  se toman muestras de polvo de gilsonita. Cada muestra se emulsionó en agua con un surfactante comercial y el análisis de distribución de tamaño de partícula se realizó por difracción laser en un equipo Mastersizer 2000 E. Finalmente se calculó el consumo energético y el costo del proceso. En la Figura 16 se detalla gráficamente la metodología seguida.

## Figura 16

Metodología para estimar el consumo energético y costos asociados a la reducción de tamaño de la gilsonita



La gilsonita objeto de estudio presenta un tamaño aproximado entre 20 y 125 mm. Debido a la fragilidad de la gilsonita, no es adecuado utilizar métodos de análisis granulométrico por tamizado, ya que un proceso de agitación o vibración generaría fractura del material. La muestra original se llevó a un proceso de cuarteo para garantizar su homogeneización; se seleccionaron 26 partículas de gilsonita que fueron pesadas y a cada una se les determinó un diámetro promedio a partir de la medición de tres dimensiones representativas, Figura 17 y Tabla 15.

**Tabla 15**

*Diámetro y peso de las partículas de gilsonita*

| Diámetro, mm | Peso, g |
|--------------|---------|
| 112,91       | 500,17  |
| 104,08       | 560,45  |
| 99,28        | 440,82  |
| 79,38        | 240,34  |
| 75,20        | 360,61  |
| 69,57        | 200,29  |

|       |        |
|-------|--------|
| 69,10 | 280,97 |
| 68,70 | 240,63 |
| 68,59 | 160,78 |
| 55,25 | 80,39  |
| 53,55 | 80,25  |
| 49,49 | 40,51  |
| 48,85 | 60,41  |
| 48,21 | 41,19  |
| 46,17 | 40,34  |
| 44,80 | 40,72  |
| 44,64 | 40,94  |
| 43,84 | 40,22  |
| 43,54 | 40,84  |
| 41,45 | 20,55  |
| 38,94 | 40,45  |
| 31,05 | 10,56  |
| 29,66 | 10,56  |
| 29,64 | 10,11  |
| 26,82 | 5,87   |
| 21,61 | 5,45   |

---

### Figura 17

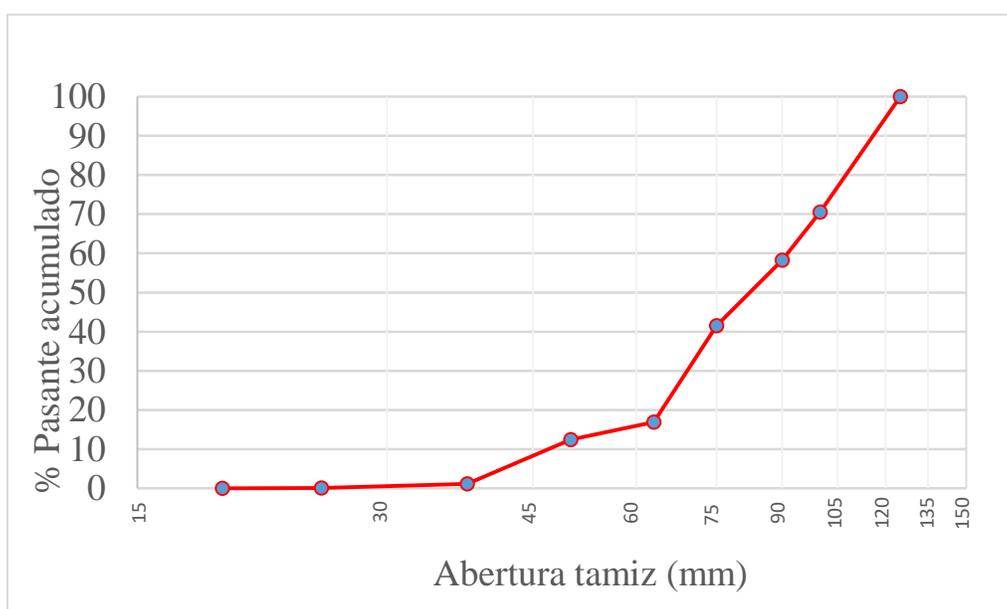
*Determinación del diámetro promedio de las partículas de gilsonita*



Para estandarizar la distribución por tamaño de partícula presentada en Tabla 15, se seleccionó una serie de tamices de acuerdo con la norma ASTM C136 y se determinó la distribución granulométrica mostrada en la Tabla 16, cuya curva se representa en la Figura 18.

**Tabla 16***Análisis granulométrico de la gilsonita en masa*

| Malla  | Masa, g  | Pasante, % | Diámetro, mm | Mallas    | Fracción, % |
|--------|----------|------------|--------------|-----------|-------------|
| 5"     | 0,00     | 100,00     | 125,00       | +5        | 0           |
| 4"     | 1.060,62 | 70,49      | 100,00       | 5 / 4     | 29,51       |
| 3 1/2" | 440,82   | 58,23      | 90,00        | 4 / 3 1/2 | 12,26       |
| 3"     | 600,95   | 41,51      | 75,00        | 3 1/2 / 3 | 16,72       |
| 2 1/2" | 882,67   | 16,95      | 63,00        | 3 / 2 1/2 | 24,56       |
| 2"     | 160,64   | 12,48      | 50,00        | 2 1/2 / 2 | 4,47        |
| 1 1/2" | 406,17   | 1,18       | 37,50        | 2 / 1 1/2 | 11,3        |
| 1"     | 37,10    | 0,15       | 25,00        | 1 1/2 / 1 | 1,03        |
| 3/4"   | 5,45     | 0,00       | 19,00        | 1 / 3/4   | 0,15        |

**Figura 18***Curva granulométrica de la gilsonita*

Se calcularon los parámetros granulométricos para la gilsonita: coeficiente de uniformidad de tamaño  $C_u$  y coeficiente de curvatura  $C_c$ , de acuerdo con las relaciones mostradas. Para ello se determinaron los diámetros  $D_{10}$ ,  $D_{30}$  y  $D_{60}$  que representan los tamaños para los cuales el 10, 30 y 60 % del material es menor que ese tamaño, respectivamente [150], Tabla 17.

$$C_u = \frac{D_{60}}{D_{10}} \quad C_c = \frac{D_{30}^2}{D_{10} * D_{60}}$$

**Tabla 17**

*Resultados del coeficiente de uniformidad y curvatura de la gilsonita en masa*

| Parámetro | D <sub>10</sub> | D <sub>30</sub> | D <sub>60</sub> | C <sub>u</sub> | C <sub>c</sub> |
|-----------|-----------------|-----------------|-----------------|----------------|----------------|
| Resultado | 46,94           | 69,11           | 91,38           | 1,95           | 1,11           |

El proceso de reducción de tamaño se realizó en un molino de bolas, en el cual los medios de molienda en los procesos continuos de impacto y fricción logran la reducción de tamaño de un material. El molino de bolas consiste en una carcasa cilíndrica que gira lentamente alrededor de un eje horizontal. La carcasa está fabricada de acero y cubierta con un revestimiento de acero de alto contenido en carbono. Los medios de molienda lo constituyen bolas de acero las cuales se elevan dentro de la carcasa y caen sobre las partículas efectuándose la reducción por impacto; a medida que gira la carcasa las bolas grandes se desplazan hacia el punto de máximo diámetro y las pequeñas hacia el punto de descarga, Figura 19.

**Figura 19**

*Cuerpos molidores y molino de bolas utilizados*



Se emplearon diferentes tamaños de bolas para potenciar la interacción entre los cuerpos molidores y el material, favorecer la fractura y alcanzar mayor eficiencia en el proceso [151]. Para establecer el tamaño y el número de bolas se empleó la metodología de Barraza y Menco:

determinación del volumen del molino, determinación del tamaño de bolas, cálculo del volumen de bolas y cálculo de número de bolas de cada tamaño [149]. Se empleó un molino de bolas cilíndrico con las dimensiones mostradas en la Tabla 18.

**Tabla 18**

*Dimensiones del molino de bolas*

| <b>Dimensión</b> | <b>Medida</b> | <b>Unidades</b> |
|------------------|---------------|-----------------|
| <b>Diámetro</b>  | 35            | cm              |
| <b>Altura</b>    | 48            | cm              |
| <b>Volumen</b>   | 46.181,520    | cm <sup>3</sup> |

Se seleccionaron bolas de 4 tamaños B1, B2, B3 y B4 a las que se les midió el diámetro y se determinó un diámetro promedio X para cada uno, Tabla 19.

**Tabla 19**

*Diámetros medidos y diámetro promedio de cuerpos moledores*

|           | <b>D1, cm</b> | <b>D2, cm</b> | <b>D3, cm</b> | <b>D4, cm</b> | <b>X, cm</b> |
|-----------|---------------|---------------|---------------|---------------|--------------|
| <b>B1</b> | 5,15          | 5,14          | 5,14          | 5,15          | 5,14         |
| <b>B2</b> | 4,20          | 4,20          | 4,22          | 4,20          | 4,20         |
| <b>B3</b> | 3,12          | 3,15          | 3,15          | 3,03          | 3,11         |
| <b>B4</b> | 1,92          | 1,93          | 1,91          | 1,91          | 1,91         |

El porcentaje relativo de cada bola  $dX_n$  en relación con un diámetro total Y, se estimó de acuerdo con las siguientes expresiones, Tabla 20.

$$\text{Diámetro total} = Y = X_1 + X_2 + \dots + X_n$$

$$Y = 5,1 + 4,2 + 3,1 + 1,9 = 14,4 \text{ cm}$$

$$\text{Porcentaje relativo de la bola } n \text{ ésima} = dX_n = \frac{X_n}{Y} * 100$$

**Tabla 20***Porcentajes relativos de cada bola*

| <b>Porcentaje relativo de cada bola, %</b> |       |
|--|-------|
| <b>dX1</b>                                 | 35,80 |
| <b>dX2</b>                                 | 29,24 |
| <b>dX3</b>                                 | 21,64 |
| <b>dX4</b>                                 | 13,32 |

El volumen ocupado por las bolas en el molino debe ser entre el 20% al 40%; en este caso fue del 25% con un factor de empaquetamiento de 0,52 [149]. El volumen que ocupan las bolas en el molino se determina de acuerdo con la siguiente ecuación.

$$V_{\text{bolas en el molino}} = V_{\text{molino}} * 25\% * \text{factor de empaquetamiento}$$

$$V_{\text{bolas en el molino}} = 46181,5 \text{ cm}^3 * 0,25 * 0,52 = 6003,6 \text{ cm}^3$$

Para calcular el número de bolas de cada tamaño primero se estima el volumen de cada bola utilizando el diámetro promedio de la Tabla 19, después el volumen ocupado por cada tamaño de bola y finalmente, el número de bolas se determina con la razón entre el volumen de cada bola y el volumen ocupado por cada una de ellas, Tabla 21.

$$V_{\text{ocupado por cada tamaño de bola}} = dX_n * \frac{V_{\text{bolas en el molino}}}{100}$$

**Tabla 21***Cálculo del número de cuerpos molidores de cada tamaño*

|           | <b>Volumen</b> | <b>Volumen ocupado por cada tamaño de bola</b> | <b>Número de bolas</b> |
|-----------|----------------|--|------------------------|
| <b>B1</b> | 71,25          | 2.149,07                                       | 30                     |
| <b>B2</b> | 38,83          | 1.755,48                                       | 45                     |
| <b>B3</b> | 15,74          | 1.299,22                                       | 83                     |
| <b>B4</b> | 3,67           | 799,82   | 218                    |

El análisis de tamaño de partícula por difracción láser en el Mastersizer 2000 E, requiere el conocimiento del índice de refracción de la muestra. Se emulsionaron en 50 ml de agua y un

surfactante comercial 0,5 g de las muestras G5, G10 y G15 correspondientes a los tiempos de molienda de 5, 10 y 15 minutos respectivamente, en la Figura 20 se muestra el equipo utilizado y las muestras emulsionadas. Para el procesamiento interno de las funciones del equipo, se empleó un índice de refracción de 1,8 [152], [153].

### Figura 20

*Equipo y muestras para determinar el tamaño de partícula*



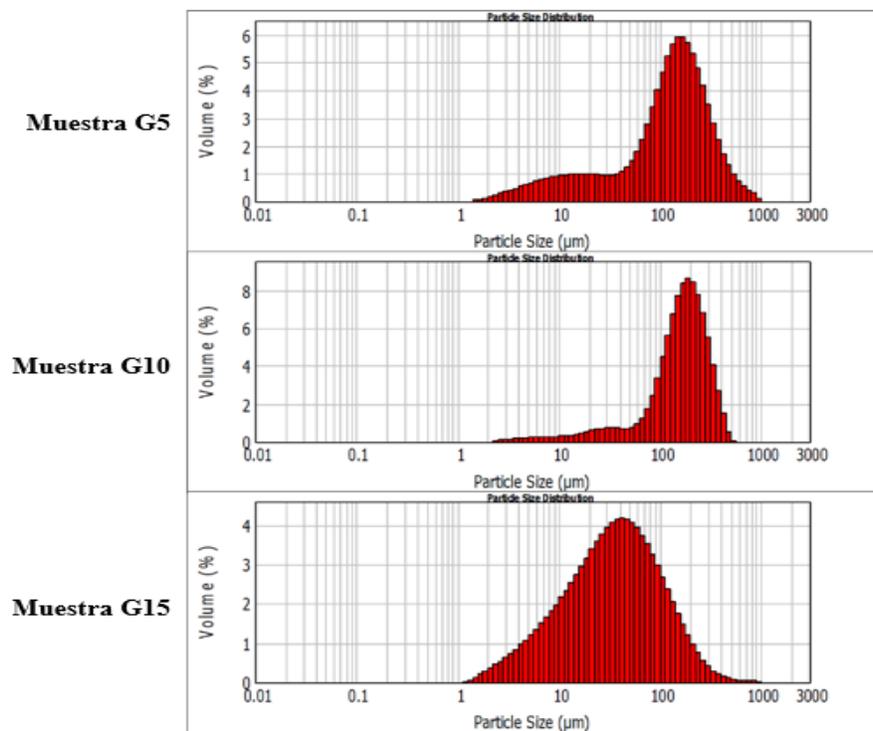
a) Equipo Mastersizer 2000 E

b) Muestras emulsionadas

En las Figura 21 se aprecian las curvas en porcentaje volumen del tamaño de partícula de las muestras G5, G10 y G15, respectivamente.

## Figura 21

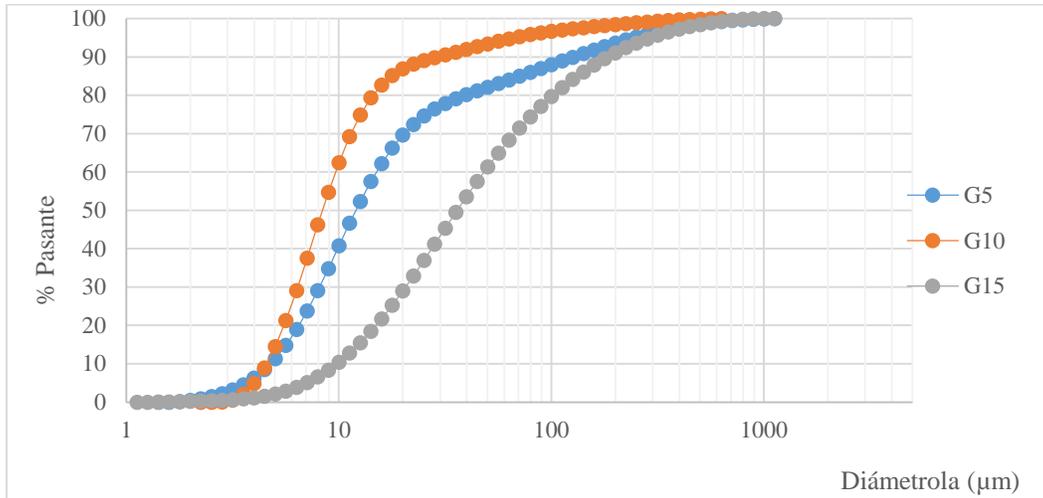
*Distribución de los tamaños de partícula de las muestras sometidas al proceso de molienda*



En la Figura 22 se muestran las curvas de la distribución de partículas de las muestras de gilsonita sometidas a proceso de molienda a los tiempos de residencia 5, 10 y 15 minutos.

**Figura 22**

*Curvas de distribución del material pasante para las muestras a tres tiempos de residencia*



En la Tabla 22 se muestran algunos parámetros de la distribución del tamaño de las partículas D10, D50, y D90 así como los tamaños menor y mayor en las muestras a diferentes tiempos de molienda: 0, 5, 10 y 15 minutos.

**Tabla 22**

*Diámetros característicos de las muestras analizadas*

| Muestra | D <sub>10</sub> | D <sub>50</sub> | D <sub>90</sub> | Tamaño mayor | Tamaño menor |
|---------|-----------------|-----------------|-----------------|--------------|--------------|
|         |                 |                 |                 | μm           |              |
| G0      | 46.940          | 82.270          | 115.900         | 125.000      | 19.000       |
| G5      | 5,02            | 12,042          | 127,53          | 1.124,683    | 1,589        |
| G10     | 4,58            | 8,379           | 28,96           | 632,456      | 2,518        |
| G15     | 9,79            | 36,066          | 184,12          | 1.124,683    | 1,262        |

Para determinar el consumo y costo energético del proceso de molienda se emplea una relación básica que asocia la demanda energética y el tiempo de residencia de la muestra en el molino. La demanda del motor utilizado en este caso es de 0,75 kW. El valor de la energía eléctrica en la ciudad de Medellín, Colombia, para cuando fue realizado este estudio fue de COP 625,49 /kWh (USD 0,17/kWh) [154]. El peso de la muestra de gilsonita fue de 3,58 kg. Finalmente el

costo se determina multiplicando el consumo energético por el valor de la energía en el lugar del proceso. En la Tabla 23 se presentan estos resultados.

$$\text{Consumo energético}_i = \text{demanda del motor} * \text{Tresidencia}_i$$

(i): 5, 10 y 15 minutos

**Tabla 23**

*Resultados del consumo energético y costos asociados*

| <b>Muestra</b> | <b>Tresidencia<br/>h</b> | <b>Consumo<br/>energético<br/>kWh/kg</b> | <b>Costo/kg<br/>COP</b> | <b>Costo/kg<br/>USD</b> |
|----------------|--------------------------|--|-------------------------|-------------------------|
| G5             | 0,08                     | $1,75 * 10^{-2}$                         | 10,92                   | $2,8 * 10^{-3}$         |
| G10            | 0,17                     | $3,49 * 10^{-2}$                         | 21,84                   | $5,6 * 10^{-3}$         |
| G15            | 0,25                     | $5,24 * 10^{-2}$                         | 32,76                   | $8,4 * 10^{-3}$         |

## Capítulo 6. Formulación del Lodo Asfáltico

Una mezcla asfáltica se define como un sistema de dispersión multifase con estructura de red espacial, compuesta por el ligante y agregados pétreos. Éste tipo de mezclas asfálticas ofrecen una resistencia mecánica que se relaciona directamente con la fricción y distribución espacial de agregados gruesos, finos y vacíos con aire; además, la adhesividad del asfalto con el material mineral [155], [156]. En este sentido, las principales propiedades de una mezcla asfáltica son la deformación permanente, el agrietamiento por fatiga y el agrietamiento a bajas temperaturas [155], [157]. Actualmente los métodos más comunes para realizar un diseño de mezclas asfálticas son el ensayo Marshall y la metodología Superpave. El desempeño del lodo asfáltico desarrollado en esta investigación fue evaluado en la mezcla asfáltica, debido a que el lodo en ausencia de material mineral no ofrece propiedades adecuadas para su uso en carreteras.

### Ensayos Preliminares

Se realizó una mezcla de gilsonita en polvo con aditivos de diferente naturaleza: residuos de aceite mineral, aceite vegetal, un solvente derivado de petróleo y una resina comercial. La formulación de la mezcla se hizo de acuerdo con los porcentajes en masa mostrados en la Tabla 24, teniendo en cuenta resultados de ensayos previos realizados con estos materiales. La mezcla resultante se agitó a 3.000 rpm durante 1 h a temperatura ambiente; se dejó en reposo durante un período de 48 h y se repitió el proceso de mezclado bajo las mismas condiciones. El resultado fue un lodo asfáltico de consistencia líquida y color negro, Figura 23.

**Tabla 24**

*Porcentajes en masa de los constituyentes para formulación preliminar del lodo asfáltico*

| <b>Gilsonita</b> | <b>Aceite base</b> | <b>Aceite vegetal</b> | <b>Solvente de petróleo</b> | <b>Resina</b> | <b>Total</b> |
|------------------|--------------------|-----------------------|-----------------------------|---------------|--------------|
| 52%              | 22%                | 14%                   | 7%                          | 5%            | 100%         |

Fuente: del autor

### Figura 23

*Proceso de mezclado de los componentes del lodo asfáltico*



En cuanto a la elaboración de la mezcla asfáltica se utilizó una granulometría para mezcla en caliente de gradación continua MDC-19 para capa de rodadura, Tabla 25. El diseño experimental consistió en aditivar el agregado pétreo con las dosificaciones: 5,5 %, 6,0 %, 6,5 %, 7,0 % y 7,5 % del lodo asfáltico y realizar el análisis por triplicado, para un total de 15 probetas.

**Tabla 25**

*Límites granulométricos para una MDC-19*

| <b>Malla</b> | <b>Pasante, %</b> |
|--------------|-------------------|
| 3/4"         | 100               |
| 1/2"         | 80-95             |
| 3/8"         | 70-88             |
| 4            | 49-65             |
| 10           | 29-45             |
| 40           | 14-25             |
| 80           | 8-17              |
| 200          | 4-8               |

Fuente: del autor

La metodología de mezclado consistió en llevar el agregado a 165 °C, luego, adicionar el lodo asfáltico frío directamente al agregado caliente para posteriormente mezclarlo a 165 °C

durante 30 min. La mezcla así obtenida se dispuso en el molde de compactación a 165 °C, se compactó y las probetas obtenidas se dejaron curar por 2 h a temperatura ambiente. Las probetas se elaboraron siguiendo la metodología de mezclado y compactación Marshall, Figura 24.

### Figura 24

*Proceso de elaboración de mezclas asfálticas en caliente*



En el procedimiento de mezclado se observa la generación de vapores provenientes de uno o varios de los aditivos de formulación; no de la gilsonita ya que este material es estable a la temperatura de mezcla de acuerdo con los resultados del análisis térmico TGA. Las probetas resultantes si bien mantuvieron la forma del molde de compactación se observó cierto desprendimiento de material que puede ser indicativo de falta de adherencia.

Posteriormente se fallaron las probetas de acuerdo con la norma INV E-748. Las probetas se sometieron a una temperatura de 60 °C durante 2 h antes de ser falladas en la máquina universal, Figura 25. Los resultados de estabilidad, flujo y relación estabilidad/flujo se dan en la Tabla 26.

**Figura 25***Ensayo de deformación y flujo en máquina universal***Tabla 26***Resultados de estabilidad, flujo y relación estabilidad/flujo*

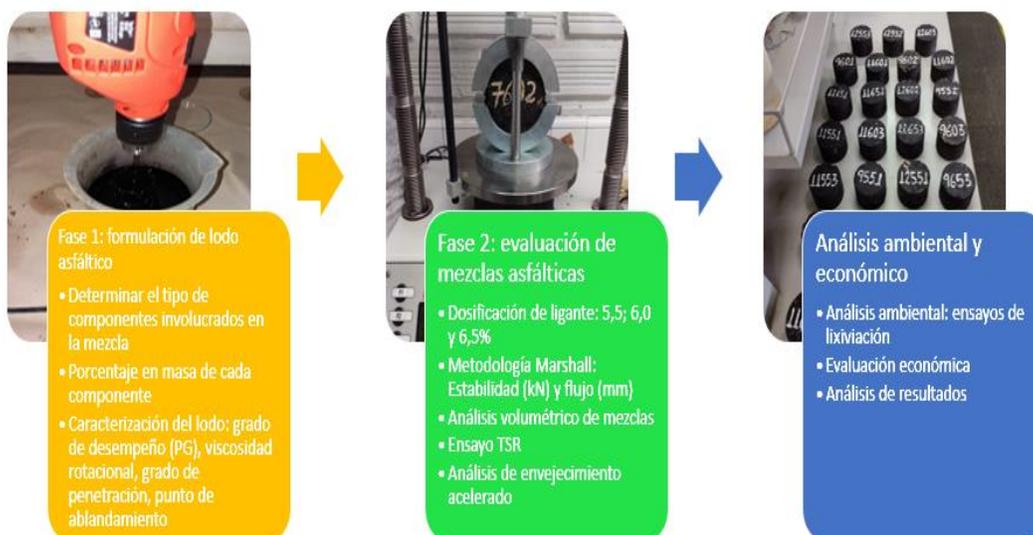
| <b>Dosificación</b> | <b>Estabilidad, N</b> | <b>Flujo, mm</b> | <b>Estabilidad promedio, N</b> | <b>Flujo promedio, mm</b> | <b>Relación estabilidad/flujo, kN/mm</b> |
|---------------------|-----------------------|------------------|--------------------------------|---------------------------|--|
| 5,5                 | 8.753                 | 2,160            |                                |                           |  |
| 5,5                 | 9.329                 | 1,650            | 7.783,000                      | 2,290                     | 3,399                                    |
| 5,5                 | 9.068                 | 3,060            |                                |                           |  |
| 6,0                 | 10.578                | 1,730            |                                |                           |  |
| 6,0                 | 11.098                | 2,300            | 9.192,540                      | 2,023                     | 4,543                                    |
| 6,0                 | 10.391                | 2,040            |                                |                           |  |
| 6,5                 | 14.674                | 1,700            |                                |                           |  |
| 6,5                 | 11.190                | 2,380            | 10.969,840                     | 1,987                     | 5,522                                    |
| 6,5                 | 11.113                | 1,880            |                                |                           |  |
| 7,0                 | 11.025                | 1,880            |                                |                           |  |
| 7,0                 | 10.325                | 1,910            | 9.093,500                      | 2,083                     | 4,365                                    |
| 7,0                 | 10.615                | 2,460            |                                |                           |  |
| 7,5                 | 8.812                 | 2,240            |                                |                           |  |
| 7,5                 | 9.655                 | 1,940            | 8.069,810                      | 1,877                     | 4,300                                    |
| 7,5                 | 10.256                | 1,450            |                                |                           |  |

De acuerdo con los resultados obtenidos y los valores de referencia mostrados en la tabla 450-10 de las Especificaciones Invías (Anexo 2), el lodo asfáltico formulado a partir de gilsonita presenta propiedades adecuadas para su uso como ligante asfáltico. La estabilidad mínima obtenida fue de 7783 N mayor que los 7.500 N exigidos para un nivel de tránsito tipo NT2 y los valores de flujo están muy cercanos al mínimo exigido por la normativa. La dosificación de 6,50 % fue la de mayor estabilidad dando como resultado un flujo de 1,99 mm que es menor al aceptado por la normativa colombiana, pero la relación estabilidad/flujo resulta ser mayor a la permitida. En este sentido, solo la dosificación de 5,5 % cumple el rango de la relación para estabilidad/flujo.

El desarrollo experimental consistió en 2 grandes fases: en la primera se implementó una metodología para la formulación del lodo asfáltico; mientras que en la segunda se evaluaron varias mezclas asfálticas elaboradas con el ligante desarrollado. Aunque el objetivo de esta investigación era la formulación de un nuevo ligante asfáltico, es importante resaltar que su evaluación toma relevancia cuando hace parte de una estructura de pavimento flexible. En este sentido, el primero diseño experimental para determinar los componentes y dosificación del ligante tuvo como variables de salida la estabilidad y flujo de la metodología Marshall. Este enfoque pone de manifiesto que lo realmente importante es el buen desempeño de la mezcla, que a su vez es el resultado de una buena formulación, Figura 26. Una vez superadas las fase 1 y 2 se realizó un análisis ambiental y económico de los productos generados.

## Figura 26

### Fases del desarrollo experimental



### Formulación del Lodo Asfáltico

Para la formulación del lodo asfáltico se utilizaron los componentes indicados en la Tabla 24 excepto que se cambió la resina por un rejuvenecedor de asfalto comercial, debido a que por la evidente y alta viscosidad de la resina se aportó más dureza de la necesaria en el lodo; además, el costo económico de la resina mermaría la competitividad en el mercado de los productos formulados, puesto que era el componente más costoso de todos los propuestos. Los porcentajes de cada componente en la mezcla se detallan más adelante.

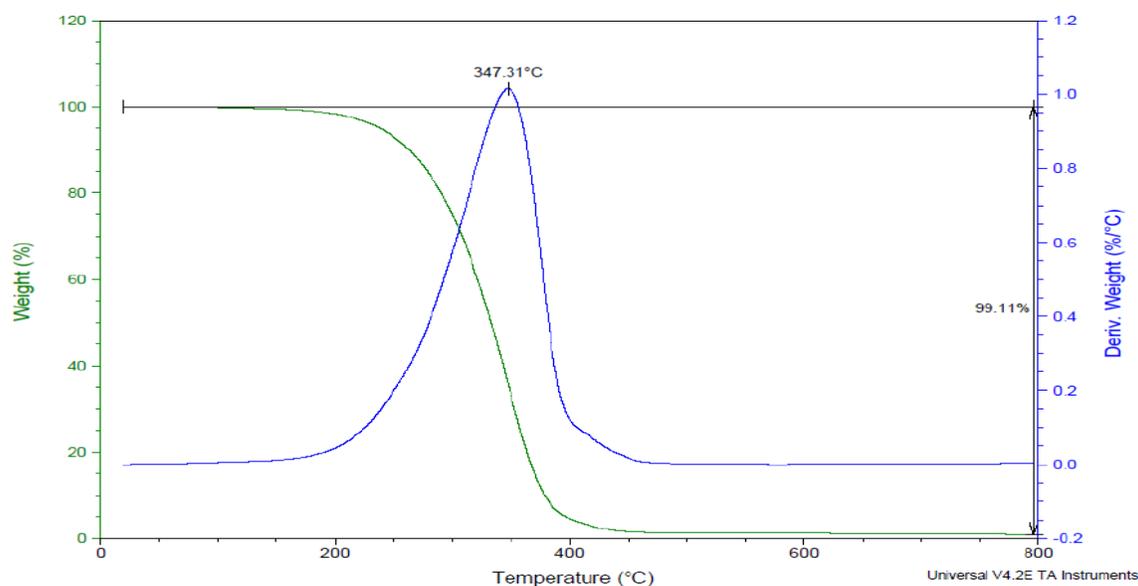
Fue necesario realizar una caracterización preliminar de cada componente por lo que se llevó a cabo un análisis térmico consistente de TGA (para conocer el comportamiento de cada componente respecto a cambios de temperatura) y FTIR (para conocer la naturaleza de cada uno de ellos). Las condiciones del análisis TGA fueron en atmósfera de nitrógeno tipo 4,5; con una rampa de calentamiento de 10 °C/min desde 20 °C hasta 800 °C. Los termogramas indican una curva verde la variación del peso (Weight %) respecto a la variación en temperatura (Temperature °C) y una curva azul que es la derivada del porcentaje del peso respecto a la temperatura (Der. Weight %/°C) que muestra la temperatura de descomposición de cada muestra. Por su parte, los análisis FTIR fueron a temperatura de 22 °C, número de barridos 16, resolución 4 cm<sup>-1</sup> y rango de número de onda 4000-450 cm<sup>-1</sup>.

### ***Aceite Base***

El termograma diferencial mostrado en la Figura 27, indica que la temperatura de descomposición del aceite base es 347,31 °C que es un valor relativamente alto; la pérdida de masa es apreciable a temperaturas cercanas a 200 °C, por lo que deberá tenerse como un valor de referencia para la formulación de nuevos compuestos, dado que en la industria asfaltera son características valores de temperatura de hasta 180 °C para el mezclado de agregados y ligantes.

### **Figura 27**

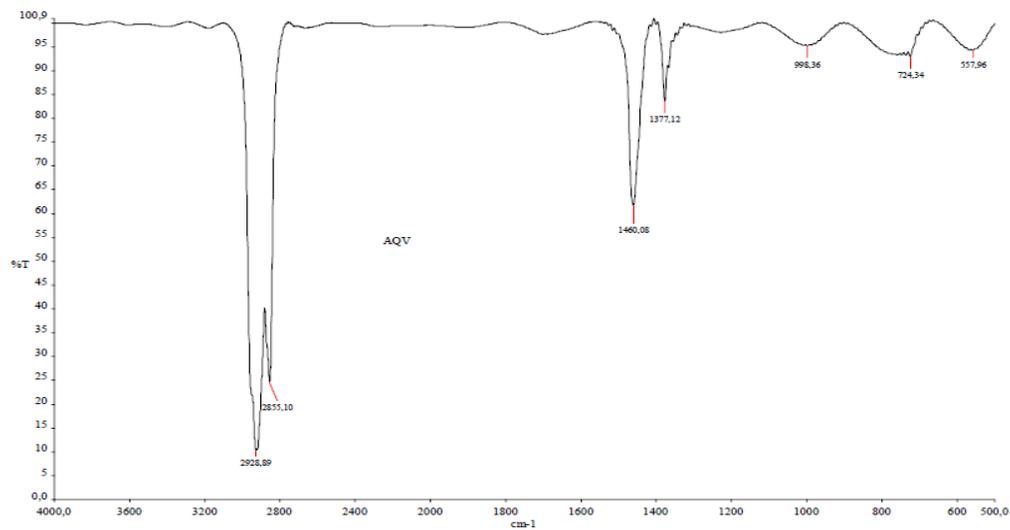
*Diagrama del análisis térmico aceite base*



En el espectro infrarrojo del aceite base, Figura 28, se pueden observar picos característicos en la región de 2.000 a 600  $\text{cm}^{-1}$ . La banda entre 1.600 a 1.800  $\text{cm}^{-1}$  determina el nivel de oxidación mediante una respuesta general en la región del grupo carbonilo (C=O), ya que la energía IR se absorbe debido a los enlaces entre carbono y oxígeno en el aceite oxidado. La baja intensidad del pico en 998  $\text{cm}^{-1}$  indica el agotamiento antidesgaste del aceite. No se aprecian picos asociados a humedad a 3.500  $\text{cm}^{-1}$ , ni señales que suelen presentar los aceites usados asociadas a procesos de nitración (1.630  $\text{cm}^{-1}$ ) y sulfatación (1.150  $\text{cm}^{-1}$ ).

**Figura 28**

*Espectro infrarrojo del aceite base*

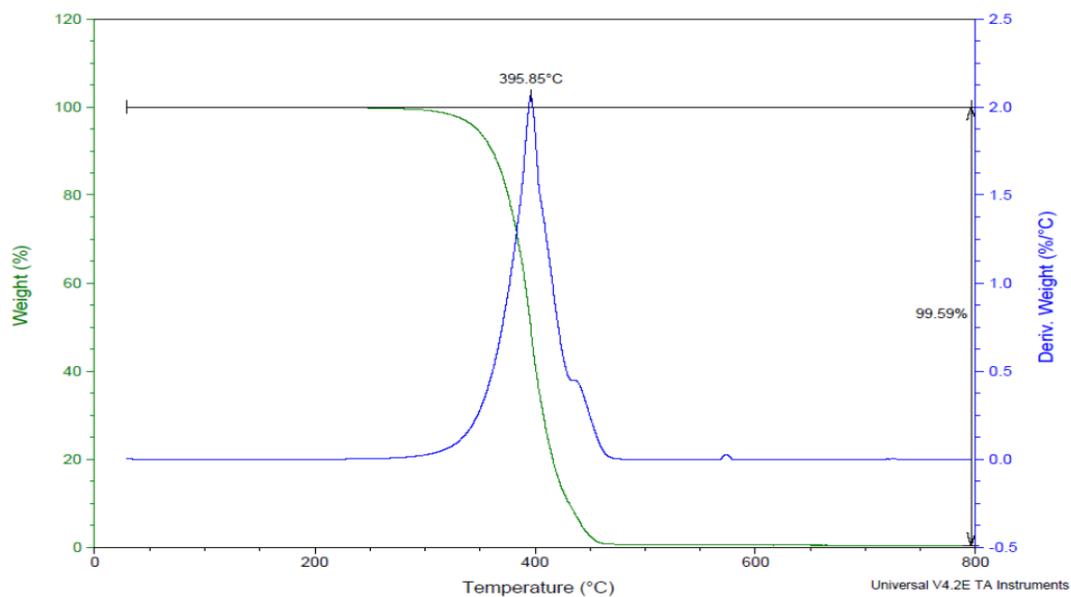


***Aceite Vegetal***

El análisis TGA indica que para el aceite vegetal la temperatura de descomposición es relativamente elevada puesto que es cercana a los 400 °C y la pérdida de masa apreciable inicia a valores que rondan los 300 °C, Figura 29.

**Figura 29**

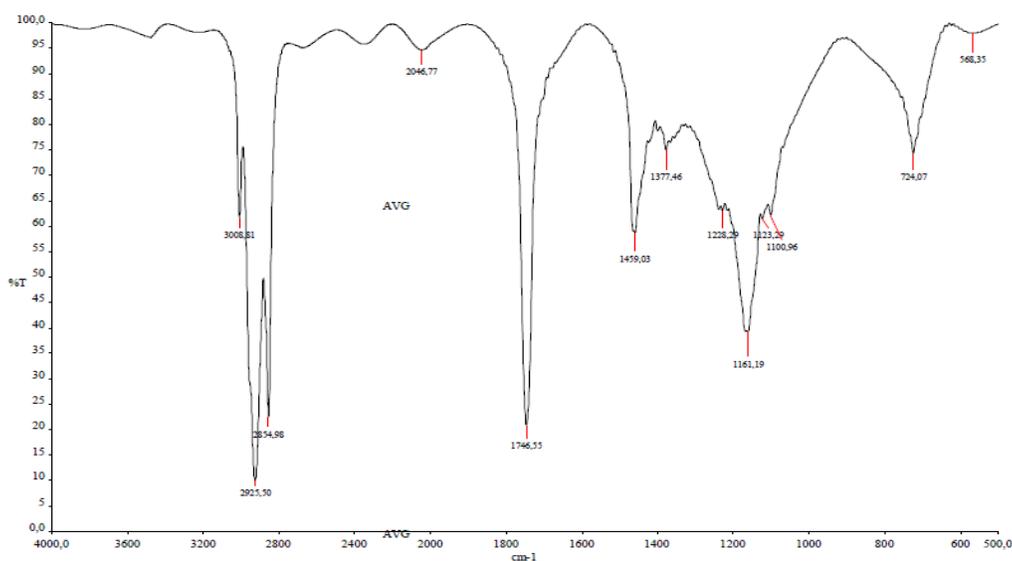
*Diagrama del análisis térmico aceite vegetal*



El espectro infrarrojo del aceite vegetal es similar a los reportados por otros investigadores. La banda a 3.008 se relaciona con vibraciones de estiramiento simétrico C-H de los dobles enlaces cis =CH; los picos en 2.925  $\text{cm}^{-1}$  y 2854  $\text{cm}^{-1}$  pertenecen a la vibración de estiramiento asimétrico C-H del grupo CH<sub>2</sub> alifático. EL pico en 1746  $\text{cm}^{-1}$  corresponde al estiramiento del grupo carbonilo C=O del éster por vibración de los grupos funcionales en los triglicéridos y la señal a 1161  $\text{cm}^{-1}$  corresponde a la vibración de estiramiento del grupo CO adjunto al -CH<sub>2</sub> [158] [159], Figura 30.

### Figura 30

*Espectro infrarrojo del aceite vegetal*

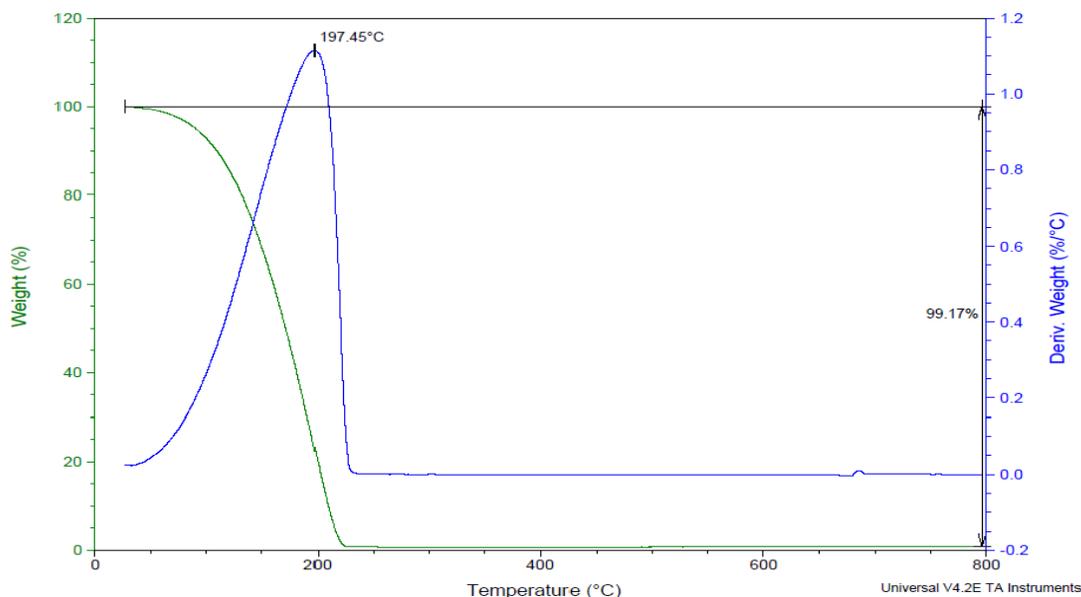


### *Solvente de Petróleo*

El termograma diferencial mostrado en la Figura 31, indica que el solvente de petróleo posee una temperatura de descomposición cercana a los 200 °C; sin embargo, la pérdida de masa es casi inmediata desde la exposición al aumento de temperatura. Este comportamiento debe tenerse en cuenta para la formulación de productos debido a que puede generar vapores al elaborar las mezclas asfálticas en caliente.

### Figura 31

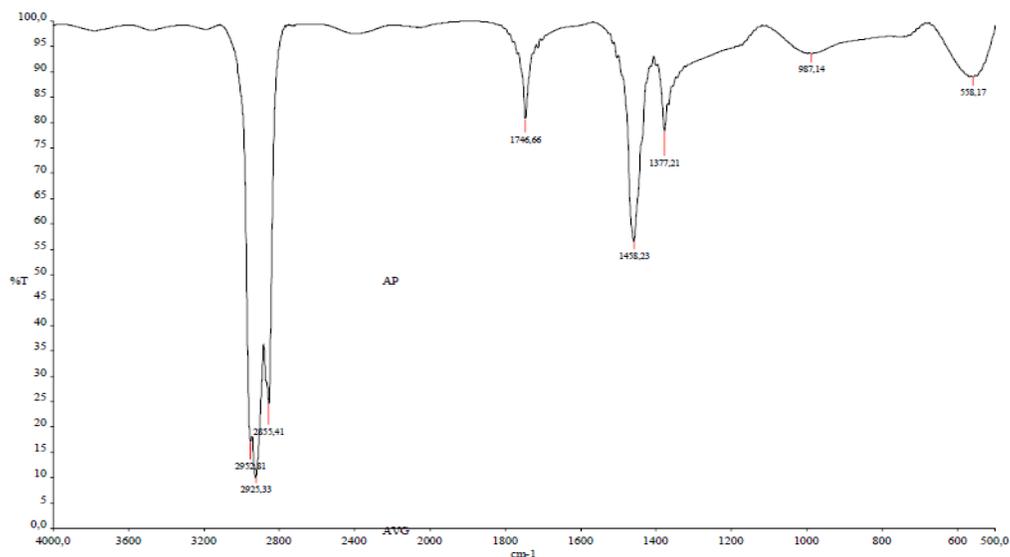
#### Diagrama del análisis térmico solvente de petróleo



El espectro infrarrojo del solvente, Figura 32; evidencia los picos característicos de este tipo de materiales. La banda en  $2.953\text{ cm}^{-1}$  pertenece a  $-\text{CH}_3$ , las de  $2.955\text{ cm}^{-1}$  y  $2.855\text{ cm}^{-1}$  a bandas de estiramiento  $=\text{CH}_2$  de hidrocarburos saturados (carbonos alifáticos). Los picos en  $1.456\text{ cm}^{-1}$  y  $1.377\text{ cm}^{-1}$  confirman la presencia de grupos metilos sustituidos, es decir, un carbono ramificado característico de este tipo de compuestos. La banda a  $967\text{ cm}^{-1}$  se relaciona con enlaces de alquenos o grupos fenólicos que pueden darse por presencia de residuos aromáticos presentes en este tipo de solventes [160] [161].

**Figura 32**

*Espectro infrarrojo del solvente de petróleo*

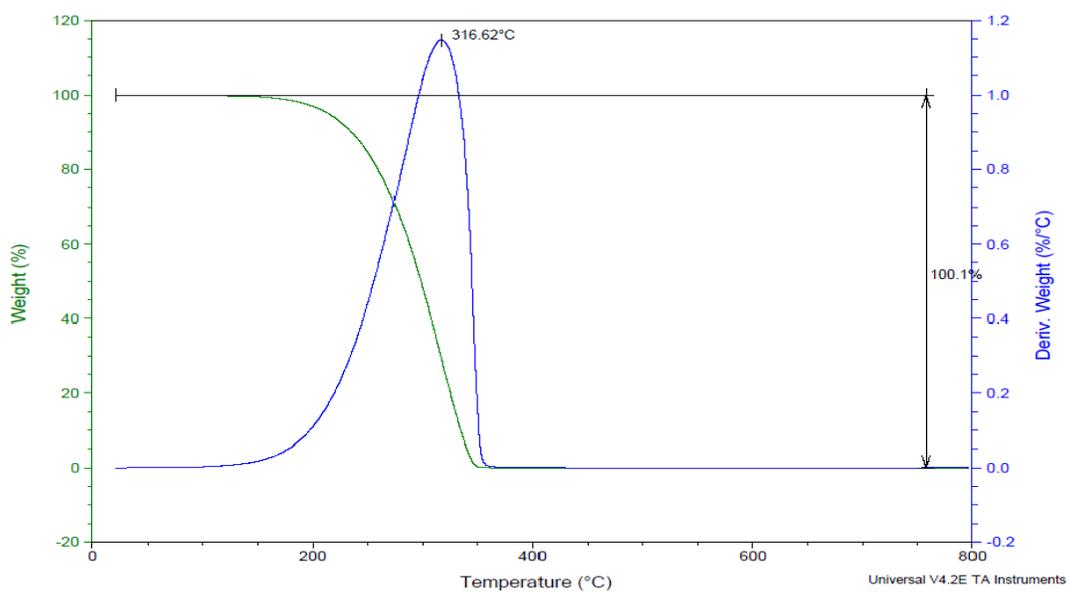


**Aditivo**

El análisis TGA del aditivo comercial, Figura 33, evidencia que tiene una temperatura de descomposición de aproximadamente 316 °C y el porcentaje de pérdida de masa inicia a una temperatura cercana a 150 °C.

**Figura 33**

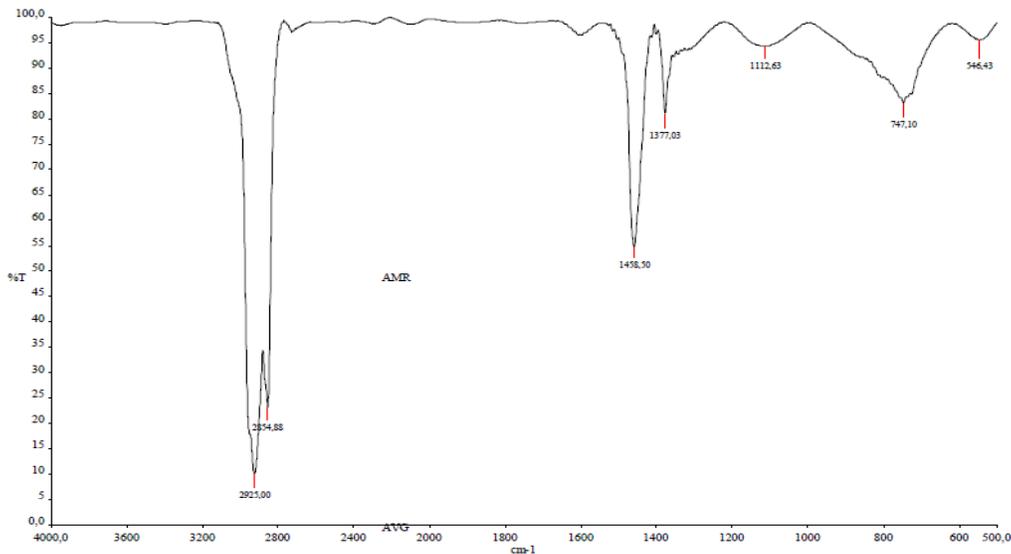
*Diagrama del análisis térmico aditivo comercial*



El espectro FTIR del del aditivo comercial presenta señales a  $2.925\text{ cm}^{-1}$ ,  $2.854\text{ cm}^{-1}$ ,  $1.458\text{ cm}^{-1}$  y  $1.377\text{ cm}^{-1}$  con una intensidad similar a las del espectro del solvente de petróleo y aceite base, lo cual es un indicativo de que este producto está basado en una mezcla de aceites combustible para motor y aceites lubricantes, Figura 34.

### Figura 34

*Espectro infrarrojo del aditivo comercial*



### ***Primer Diseño Experimental Para Determinar la Dosificación de los Componentes en el Lodo Asfáltico***

Una vez definidos los componentes que serían usados con la gilsonita para la formulación del lodo asfáltico, se procedió a establecer las proporciones de cada uno de ellos en la mezcla, para lo cual se realizó un diseño de experimentos empleando el software estadístico Statgraphics®. El análisis experimental consistió en un diseño de mezclas, en el que se establecieron rangos mínimo y máximo de cada componente para así apreciar el efecto de cada uno de ellos en las variables de salida. Siguiendo la metodología Marshall las variables de salida fueron la estabilidad (kN), flujo (mm) y la relación entre ambas magnitudes. En la Figura 35 y Figura 36 se muestran los tamices empleados, el material pétreo y el proceso de elaboración de las mezclas asfálticas en caliente según el procedimiento Marshall

**Figura 35**

*Serie de tamices para separar los rangos granulométricos y materiales para las mezclas asfálticas*



**Figura 36**

*Proceso de elaboración de las mezclas asfálticas*



El mezclado y compactación se realizó de forma manual y se dieron 75 golpes por cara. Una vez curadas las probetas se dejaron en un horno 2 horas a 60 °C y se midieron la estabilidad y flujo de las mezclas asfálticas diseñadas con las diferentes formulaciones establecidas en Statgraphics®, Figura 37.

**Figura 37**

*Análisis de estabilidad y flujo en mezclas asfálticas*



En la Tabla 27 se indican los rangos de los componentes. En el diseño se dejó fijo el porcentaje de solvente de petróleo, por lo tanto en Statgraphics® la suma de los componentes no es 100% sino 96,5 %.

**Tabla 27**

*Rango de los componentes para diseño de mezclas en Statgraphics®*

| Componente                  | Nivel, % |        |
|-----------------------------|----------|--------|
|                             | Mínimo   | Máximo |
| <b>Gilsonita</b>            | 45,0     | 55,0   |
| <b>Aceite base</b>          | 10,0     | 25,0   |
| <b>Aceite vegetal</b>       | 10,0     | 25,0   |
| <b>Solvente de petróleo</b> | 3,5      | 3,5    |
| <b>Aditivo comercial</b>    | 5,0      | 25,0   |

Fuente: del autor

Como resultado de este análisis, una vez definidos los rangos de cada componente en la mezcla y el diseño de mezclas en el programa, se encontró que se deben abordar 12 formulaciones para optimizar el diseño de la mezcla del lodo asfáltico, Tabla 28.

**Tabla 28**

*Composición en porcentaje del lodo asfáltico dado por el diseño de mezclas en Statgraphics®*

| <b>Formulación</b> | <b>Gilsonita</b> | <b>Aceite base</b> | <b>Aceite vegetal</b> | <b>Aditivo</b> | <b>Solvente de petróleo</b> |
|--------------------|------------------|--------------------|-----------------------|----------------|-----------------------------|
| 1                  | 0,550            | 0,100              | 0,100                 | 0,215          | 0,035                       |
| 2                  | 0,450            | 0,250              | 0,215                 | 0,050          | 0,035                       |
| 3                  | 0,450            | 0,250              | 0,100                 | 0,165          | 0,035                       |
| 4                  | 0,550            | 0,250              | 0,115                 | 0,050          | 0,035                       |
| 5                  | 0,550            | 0,250              | 0,100                 | 0,065          | 0,035                       |
| 6                  | 0,450            | 0,215              | 0,250                 | 0,050          | 0,035                       |
| 7                  | 0,450            | 0,100              | 0,250                 | 0,165          | 0,035                       |
| 8                  | 0,550            | 0,115              | 0,250                 | 0,050          | 0,035                       |
| 9                  | 0,550            | 0,100              | 0,250                 | 0,065          | 0,035                       |
| 10                 | 0,515            | 0,100              | 0,100                 | 0,250          | 0,035                       |
| 11                 | 0,450            | 0,165              | 0,100                 | 0,250          | 0,035                       |
| 12                 | 0,450            | 0,100              | 0,165                 | 0,250          | 0,035                       |

Fuente: del autor

Posteriormente se elaboraron las 12 formulaciones con los porcentajes mostrados en la Tabla 29 y una masa de 756 g como base de cálculo, cantidad requerida de lodo para 3 probetas por triplicado (9 en total). Cada formulación se elaboró y mezcló con los agregados en el orden dado por Statgraphics ® para asegurar datos aleatorios de los ensayos.

**Tabla 29**

*Composición en masa del lodo asfáltico para una base de cálculo de 756 gramos*

| <b>Formulación</b> | <b>Gilsonita</b> | <b>Aceite base</b> | <b>Aceite vegetal</b> | <b>Aditivo</b> | <b>Solvente de petróleo</b> |
|--------------------|------------------|--------------------|-----------------------|----------------|-----------------------------|
| 1                  | 415,80           | 75,60              | 75,60                 | 162,54         | 26,46                       |
| 2                  | 340,20           | 189,00             | 162,54                | 37,80          | 26,46                       |
| 3                  | 340,20           | 189,00             | 75,60                 | 124,74         | 26,46                       |
| 4                  | 415,80           | 189,00             | 86,94                 | 37,80          | 26,46                       |

|    |        |        |        |        |       |
|----|--------|--------|--------|--------|-------|
| 5  | 415,80 | 189,00 | 75,60  | 49,14  | 26,46 |
| 6  | 340,20 | 162,54 | 189,00 | 37,80  | 26,46 |
| 7  | 340,20 | 75,60  | 189,00 | 124,74 | 26,46 |
| 8  | 415,80 | 86,94  | 189,00 | 37,80  | 26,46 |
| 9  | 415,80 | 75,60  | 189,00 | 49,14  | 26,46 |
| 10 | 389,34 | 75,60  | 75,60  | 189,00 | 26,46 |
| 11 | 340,20 | 124,74 | 75,60  | 189,00 | 26,46 |
| 12 | 340,20 | 75,60  | 124,74 | 189,00 | 26,46 |

Fuente: del autor

Se elaboraron 108 probetas y la matriz de datos resultante se encuentra en el Anexo 3. De acuerdo con la norma Invías INV E-748, fue necesario hacer un ajuste de los resultados que se presenta en el Anexo 4 y posteriormente se eliminaron valores atípicos siguiendo los parámetros de precisión de los numerales 9,1 y 9,2 de la misma norma (Anexo 5). La estabilidad y flujo de cada espécimen fue determinada en una máquina multiensayos, Figura 37.

En la Tabla 30 se indican los datos finales de estabilidad corregida y flujo que se ingresaron a Statgraphics® para el análisis y optimización de la mezcla.

**Tabla 30**

*Resultados ensayo Marshall diseño de mezclas*

| <b>Probeta</b> | <b>factor de corrección</b> | <b>Estabilidad corregida (kN)</b> | <b>Flujo (mm)</b> | <b>relación Est/flujo</b> |
|----------------|-----------------------------|-----------------------------------|-------------------|---------------------------|
| 155            | 0,98                        | 11,932                            | 2,895             | 4,121                     |
| 160            | 0,99                        | 12,469                            | 3,142             | 3,969                     |
| 165            | 1                           | 14,115                            | 3,673             | 3,843                     |
| 255            | 1,07                        | 10,577                            | 2,057             | 5,142                     |
| 260            | 1,08                        | 11,189                            | 2,675             | 4,183                     |
| 265            | 1,08                        | 16,124                            | 2,94              | 5,484                     |
| 355            | 1,07                        | 11,51                             | 2,785             | 4,132                     |
| 360            | 1,06                        | 12,183                            | 2,575             | 4,731                     |
| 365            | 1,05                        | 11,025                            | 2,742             | 4,021                     |
| 455            | 1,05                        | 12,107                            | 2,543             | 4,761                     |
| 460            | 1,07                        | 9,716                             | 3,316             | 2,93                      |
| 465            | 1,03                        | 12,242                            | 3,141             | 3,898                     |
| 555            | 1,02                        | 10,409                            | 2,157             | 4,826                     |

|      |      |        |       |       |
|------|------|--------|-------|-------|
| 560  | 1,09 | 14,252 | 2,432 | 5,86  |
| 565  | 1,09 | 11,559 | 2,339 | 4,942 |
| 655  | 1,09 | 10,34  | 2,408 | 4,294 |
| 660  | 1,13 | 11,138 | 2,437 | 4,57  |
| 665  | 1,08 | 10,573 | 2,18  | 4,851 |
| 755  | 1,1  | 10,731 | 2,945 | 3,644 |
| 760  | 1,1  | 11,128 | 2,907 | 3,828 |
| 765  | 1,1  | 11,055 | 2,772 | 3,988 |
| 855  | 1,05 | 10,238 | 2,845 | 3,599 |
| 860  | 1,18 | 11,316 | 2,321 | 4,876 |
| 865  | 1,05 | 11,876 | 2,725 | 4,359 |
| 955  | 1,03 | 10,269 | 2,185 | 4,701 |
| 960  | 1,09 | 10,776 | 2,126 | 5,07  |
| 965  | 1,05 | 11,366 | 2,33  | 4,879 |
| 1055 | 1,05 | 14,999 | 2,488 | 6,029 |
| 1060 | 1,04 | 13,764 | 2,935 | 4,691 |
| 1065 | 1,05 | 15,209 | 3,218 | 4,727 |
| 1155 | 1,1  | 12,26  | 2,795 | 4,386 |
| 1160 | 1,13 | 13,803 | 2,263 | 6,101 |
| 1165 | 1,11 | 12,602 | 3,134 | 4,022 |
| 1255 | 1,09 | 12,197 | 2,571 | 4,745 |
| 1260 | 1,11 | 12,46  | 2,367 | 5,265 |
| 1265 | 1,1  | 11,755 | 2,661 | 4,417 |

Fuente: del autor

### **Análisis Estadístico Para Determinar la Formulación Óptima**

Para determinar la formulación óptima se utilizaron los resultados de la Tabla 30, los cuales se ingresaron en Statgraphics® para analizar y encontrar el óptimo del diseño de mezclas. Sin embargo, como primera medida se validaron los supuestos de normalidad, homocedasticidad e independencia de los datos de estabilidad y flujo. En este caso se validaron supuestos para conocer la naturaleza de distribución de los datos, no obstante la optimización de la formulación en el diseño de mezclas es lo más importante.

### **Análisis Descriptivo Para Flujo**

**Pruebas de Normalidad para Flujo.** Debido a que el valor-P más pequeño de las pruebas realizadas es mayor o igual a 0.05, no se puede rechazar la idea de que Flujo proviene de una distribución normal con 95 % de confianza, Tabla 31.

**Tabla 31**

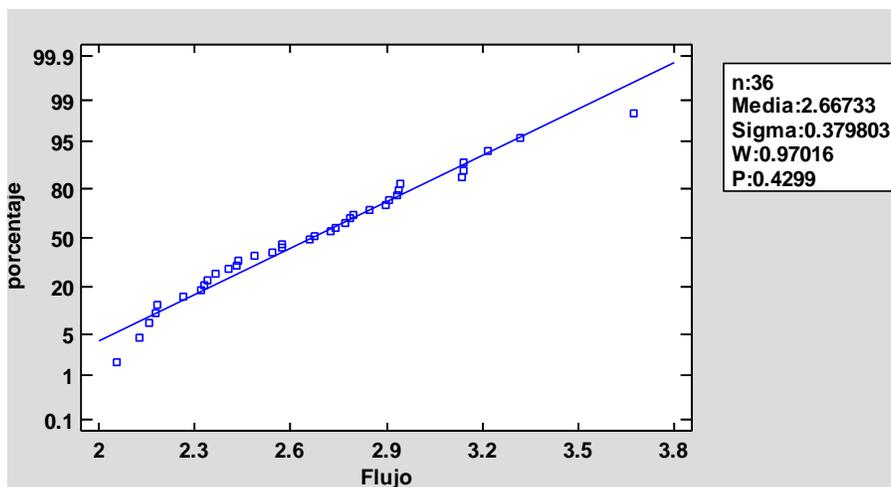
*Resultados del estadístico de prueba de normalidad para flujo*

| Prueba                        | Estadístico | Valor-P |
|-------------------------------|-------------|---------|
| Estadístico W de Shapiro-Wilk | 0,970       | 0,430   |

Los gráficos de dispersión y el histograma para flujo dejan apreciar la normalidad de los datos, Figura 38 y Figura 39 respectivamente.

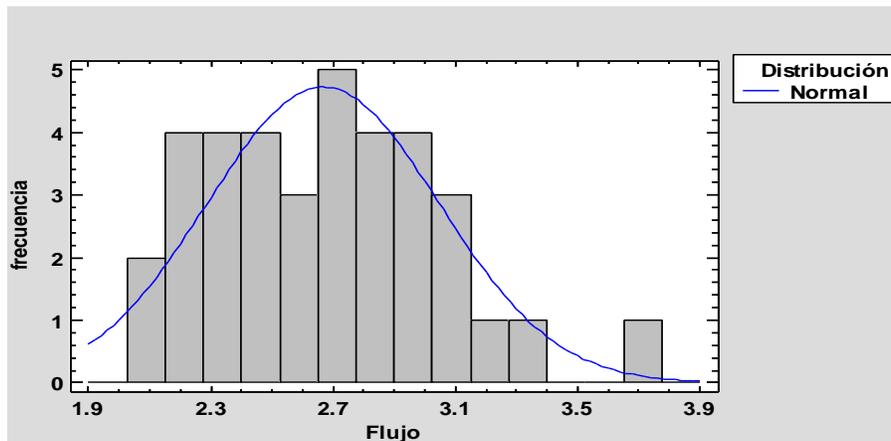
**Figura 38**

*Gráfico de probabilidad normal para flujo*



**Figura 39**

*Histograma para flujo*



**Homocedasticidad para Flujo por Gilsonita.** El estadístico mostrado en la Tabla 32 evalúa la hipótesis de que la desviación estándar de Flujo dentro de cada uno de los 3 niveles de gilsonita es la misma. De particular interés es el valor-P: puesto que el valor-P es mayor o igual que 0.05, indicando que no existe una diferencia estadísticamente significativa entre las desviaciones estándar, con un nivel del 95.0 % de confianza.

**Tabla 32**

*Prueba de Levene para verificación de varianza*

| Levene's | Prueba | Valor-P |
|----------|--------|---------|
|          | 2,871  | 0,071   |

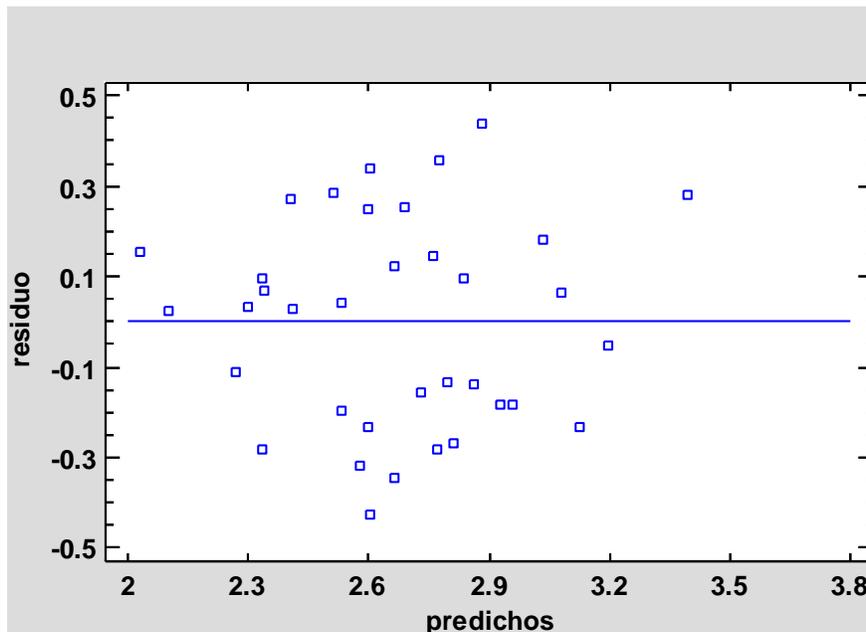
**Independencia.** Dado que el valor-P para este modelo es menor que 0.05, existe una relación estadísticamente significativa entre Flujo y los componentes, con un nivel de confianza del 95.0 %, Tabla 33.

**Tabla 33***Tabla ANOVA para flujo*

| Fuente                   | Suma de Cuadrados | Gl | Cuadrado Medio | Razón-F | Valor-P |
|--------------------------|-------------------|----|----------------|---------|---------|
| <b>Modelo Cuadrático</b> | 3,215             | 11 | 0,292          | 3,830   | 0,003   |
| <b>Error total</b>       | 1,833             | 24 | 0,076          |         |         |
| <b>Total (corr.)</b>     | 5,049             | 35 |                |         |         |

Estadístico Durbin-Watson = 1.87098 (P=0.3522)

El estadístico de Durbin-Watson (DW) prueba los residuos para determinar si hay alguna correlación significativa basada en el orden en que se presentan los datos en el archivo. Puesto que el valor-P es mayor que 5.0%, no hay indicación de auto correlación serial en los residuos con un nivel de significancia del 5.0%, Figura 40.

**Figura 40***Gráfico de residuos para flujo*

### *Análisis Descriptivo Para Estabilidad*

**Pruebas de Normalidad para Estabilidad.** Debido a que el valor-P más pequeño de las pruebas realizadas es menor a 0.05, se puede rechazar la idea de que Estabilidad proviene de una distribución normal con 95% de confianza, Tabla 34.

**Tabla 34**

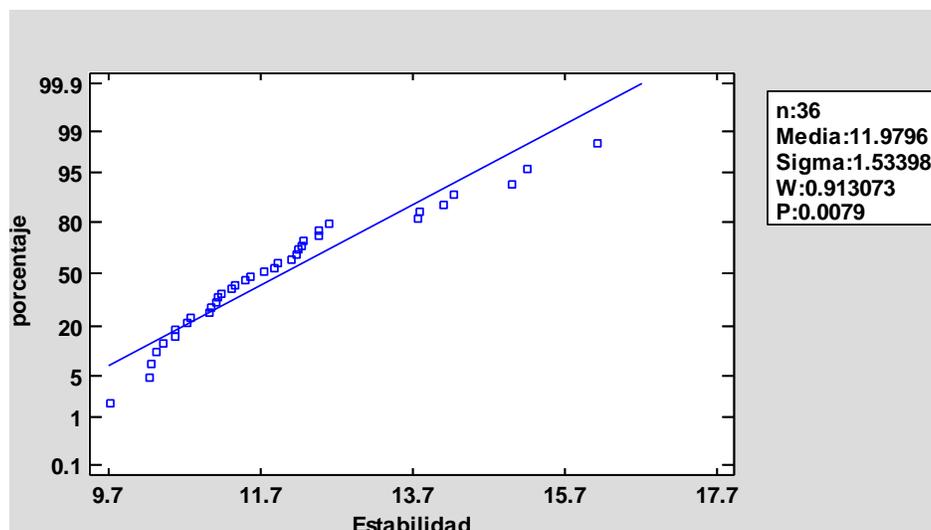
*Resultados del estadístico de prueba de normalidad para estabilidad*

| Prueba                        | Estadístico | Valor-P |
|-------------------------------|-------------|---------|
| Estadístico W de Shapiro-Wilk | 0,913       | 0,008   |

Los gráficos de dispersión indican cierta tendencia de los datos alrededor de la recta y en el histograma se observa concentración de frecuencia de datos al lado izquierdo de la gráfica, lo cual muestra la no normalidad de los datos, Figura 41 y Figura 42 respectivamente.

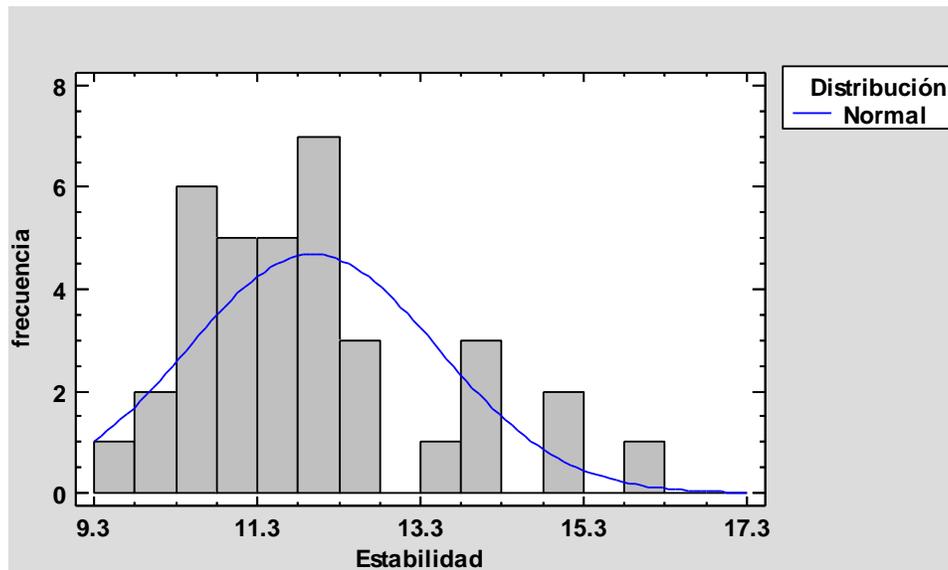
**Figura 41**

*Gráfico de probabilidad normal para estabilidad*



**Figura 42**

*Histograma para estabilidad*



**Transformación de Estabilidad.** Los valores para estabilidad no provienen de una distribución normal por lo que es necesario hacer una transformación de potencia. Esta se realizó en Statgraphics® utilizando una transformación Box-Cox en la que la variable fue la Estabilidad, con un número de observaciones de 36. El resultado de la transformación dio un valor lambda igual a -2,725. Al elevar los valores de Estabilidad a -2,725 se garantiza que los datos transformados tienen una distribución normal.

#### *Análisis Descriptivo Para Estabilidad Transformada*

**Prueba de Normalidad para estabilidad transformada.** Debido a que el valor-P más pequeño de las pruebas realizadas es mayor o igual a 0.05, no se puede rechazar la idea de que  $Estabilidad^{-2.725}$  proviene de una distribución normal con 95 % de confianza, Tabla 35.

**Tabla 35**

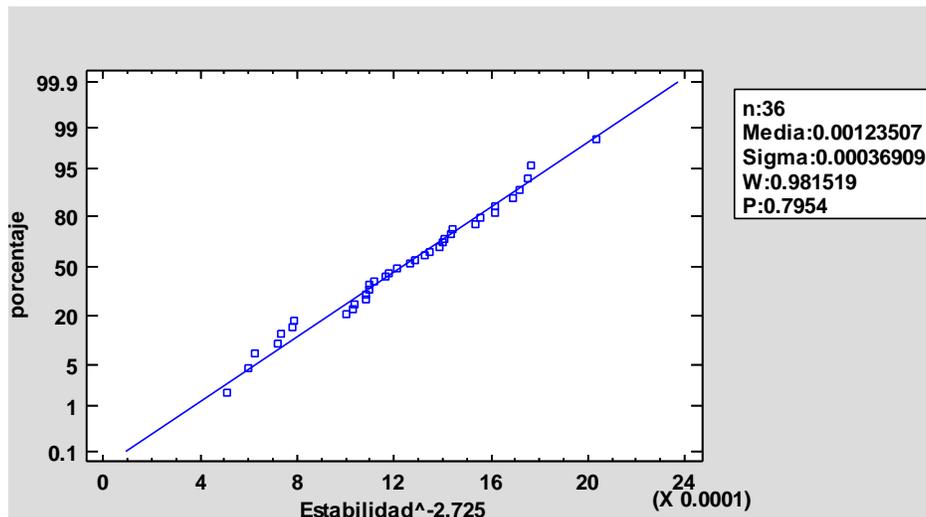
*Resultados del estadístico de prueba de normalidad para  $estabilidad^{-2,725}$*

| Prueba                        | Estadístico | Valor-P |
|-------------------------------|-------------|---------|
| Estadístico W de Shapiro-Wilk | 0,982       | 0,795   |

Los gráficos de dispersión y el histograma para flujo dejan apreciar la normalidad de los datos, Figura 43 y Figura 44 respectivamente

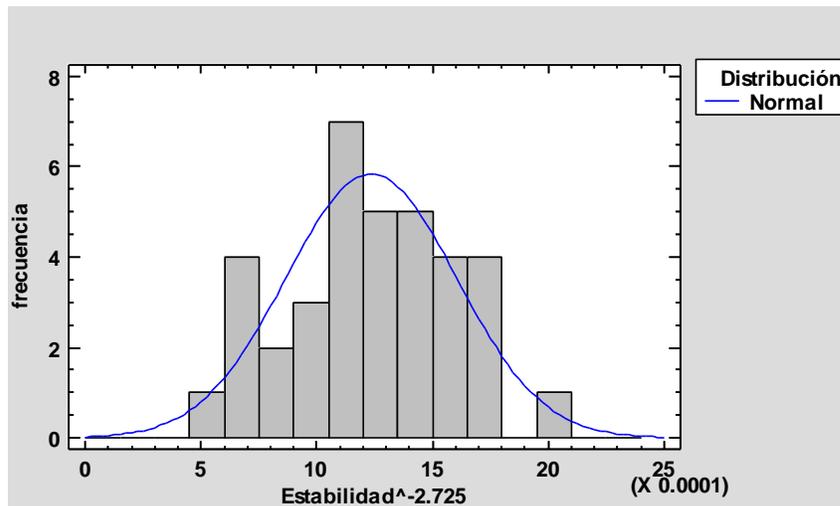
**Figura 43**

*Gráfico de probabilidad normal para estabilidad<sup>-2,725</sup>*



**Figura 44**

*Histograma para estabilidad<sup>-2,725</sup>*



Gracias a la transformación de potencia se lograron obtener datos provenientes de una distribución normal. De ahora en adelante se utilizarán los datos transformados.

**Homocedasticidad.** El estadístico mostrado en la Tabla 36 evalúa la hipótesis de que la desviación estándar de Est transformada dentro de cada uno de los 3 niveles de gilsonita es la misma. De particular interés es el valor-P. Puesto que el valor-P es mayor o igual que 0.05, no existe una diferencia estadísticamente significativa entre las desviaciones estándar, con un nivel del 95.0% de confianza.

**Tabla 36**

*Prueba de Levene para verificación de varianza*

| Levene's | Prueba | Valor-P |
|----------|--------|---------|
|          | 1,652  | 0,207   |

**Independencia.** Dado que el valor-P para este modelo es menor que 0.05, existe una relación estadísticamente significativa entre Est transformada y los componentes, con un nivel de confianza del 95.0 %, Tabla 37.

**Tabla 37**

*Tabla ANOVA para Est transformada*

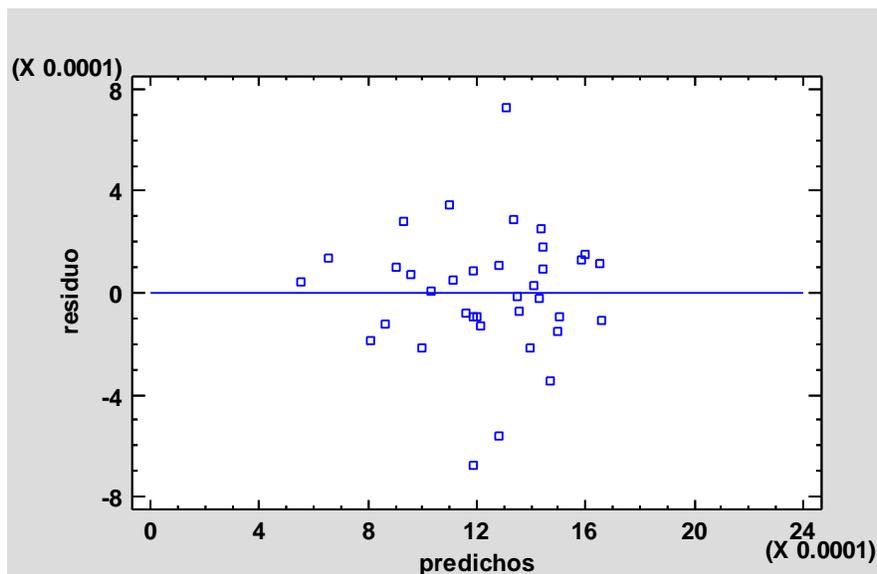
| Fuente                   | Suma de Cuadrados | Gl | Cuadrado Medio | Razón-F | Valor-P |
|--------------------------|-------------------|----|----------------|---------|---------|
| <b>Modelo Cuadrático</b> | 2,62E-06          | 11 | 0,002          | 2,660   | 0,022   |
| <b>Error total</b>       | 2,15E-06          | 24 | 0,009          |         |         |
| <b>Total (corr.)</b>     | 4,77E-06          | 35 |                |         |         |

Estadístico Durbin-Watson = 2.5977 (P=0.9638)

El estadístico de Durbin-Watson (DW) prueba los residuos para determinar si haya alguna correlación significativa basada en el orden en que se presentan los datos en el archivo. Puesto que el valor-P es mayor que 5.0%, no hay indicación de auto correlación serial en los residuos con un nivel de significancia del 5.0%, Figura 45.

**Figura 45**

*Gráfica de residuos para Est transformada*



### **Optimización del Diseño de Mezclas**

Validados los supuestos y con la certeza de que los datos provienen de una curva normal se procede a la optimización del diseño de mezclas para determinar las mejores formulaciones del lodo asfáltico, Tablas 38, 39, 40 y 41.

### ***Optimización de Múltiples Respuestas Cuando se Analiza Flujo y Relación Est trans/flujo***

Para la primera optimización en Statgraphics ® se analizaron las variables Flujo y Est trans/flujo dando como resultado un valor óptimo de deseabilidad de 0,9696. Es decir, que de los valores deseados con la estabilización se puede tener casi un 96,96% de lo deseado, que en este caso son datos que aseguren los valores límites de las especificaciones Invías.

**Tabla 38**

*Valores óptimo de los componentes en la mezcla*

| <b>Factor</b>    | <b>Bajo</b> | <b>Alto</b> | <b>Óptimo</b> |
|------------------|-------------|-------------|---------------|
| <b>Gilsonita</b> | 0,450       | 0,550       | 0,451         |
| <b>Abase</b>     | 0,100       | 0,250       | 0,250         |
| <b>Avegetal</b>  | 0,100       | 0,250       | 0,100         |
| <b>Aditivo</b>   | 0,050       | 0,250       | 0,164         |

Fuente: del autor

**Tabla 39***Respuesta esperada de las variables de interés según la formulación óptima*

| <b>Respuesta</b>                | <b>Óptimo</b> |
|---------------------------------|---------------|
| <b>Flujo</b>                    | 3             |
| <b>Relación Est trans/flujo</b> | 3,90E-04      |

Los resultados de la optimización al analizar las variables Flujo y la Relación Est Trans/Flujo dados en las Tabla 38 y la Tabla 39 indican que la formulación 3 de la Tabla 28 sería la óptima.

***Optimización de Múltiples Respuestas Cuando se Analiza Flujo y Est Transformada***

Para la segunda optimización en Statgraphics ® se analizaron las variables Flujo y Est Transformada dando como resultado un valor óptimo de deseabilidad de 0,9937. Es decir, que de los valores deseados con la estabilización se puede tener casi un 99,37% de lo deseado, que en este caso son datos que aseguren los valores límites de las especificaciones Invías.

**Tabla 40***Valores óptimos de los componentes en la mezcla*

| <b>Factor</b>    | <b>Bajo</b> | <b>Alto</b> | <b>Óptimo</b> |
|------------------|-------------|-------------|---------------|
| <b>Gilsonita</b> | 0,450       | 0,550       | 0,451         |
| <b>Abase</b>     | 0,100       | 0,250       | 0,165         |
| <b>Avegetal</b>  | 0,100       | 0,250       | 0,100         |
| <b>Aditivo</b>   | 0,050       | 0,250       | 0,249         |

**Tabla 41***Respuesta esperada de las variables de interés según la formulación óptima*

| <b>Respuesta</b>        | <b>Óptimo</b> |
|-------------------------|---------------|
| <b>Flujo</b>            | 3             |
| <b>Est transformada</b> | 1,04E-03      |

Los resultados de la optimización al analizar las variables Flujo y Est Transformada dados en la Tabla 40 y la Tabla 41 indican que la formulación 11 de la Tabla 28 sería la óptima.

En consecuencia, los resultados de las optimizaciones mostraron que las formulaciones óptimas serían la 3 y 11 de la Tabla 28, lo que concuerda con los resultados experimentales de la Tabla 30. En este caso se seleccionó la formulación 11 como la óptima debido a que se obtuvieron mejores valores de flujo de acuerdo con la normativa Invías y se apreció mayor consistencia en las probetas. De otra parte, las probetas de la formulación 3 sufrieron desprendimiento de material al ser manipuladas, lo cual se debió a los valores de flujo por debajo de 3 mm, Tabla 30.

### **Formulaciones Propuestas**

Para asegurar los valores de estabilidad, flujo y relación estabilidad/flujo se derivaron del diseño de mezclas 2 opciones de formulación: la formulación 11 de la Tabla 28 y una propuesta como “balanceada” que tiene como fin disminuir costos al bajar la cantidad de aditivo comercial, dado que es el componente con mayor costo en la formulación. En la etapa experimental se pudo apreciar que a mayor porcentaje de aditivo comercial el desempeño de la mezcla fue mejor en cuanto a la adhesión y cohesión del agregado en la mezcla asfáltica, generando probetas consistentes. Las formulaciones propuestas que se analizaron durante la investigación se dan en la Tabla 42 y se aprecia que el porcentaje de aditivo comercial en la balanceada es menor que en la formulación 11.

**Tabla 42**

*Formulación definitiva del lodo asfáltico*

| <b>Factor</b>               | <b>Bajo</b> | <b>Alto</b> | <b>Balanceada</b> | <b>Formulación 11</b> |
|-----------------------------|-------------|-------------|-------------------|-----------------------|
| <b>Gilsonita</b>            | 0,450       | 0,550       | 0,450             | 0,450                 |
| <b>Abase</b>                | 0,100       | 0,250       | 0,235             | 0,165                 |
| <b>Avegetal</b>             | 0,100       | 0,250       | 0,100             | 0,100                 |
| <b>Aditivo</b>              | 0,050       | 0,250       | 0,200             | 0,250                 |
| <b>Solvente de petróleo</b> | 0,015       | 0,015       | 0,015             | 0,035                 |

Fuente: del autor

### *Viscosidad rotacional de los componentes y de las dos formulaciones propuestas*

De las formulaciones presentadas se distinguen dos fases. La sólida que corresponde a la gilsonita en polvo y la fase líquida que es una mezcla de todos los demás componentes. Para conocer el posible aporte de cada componente en el comportamiento reológico del lodo o ligantes formulados, se determinó la viscosidad empleando un viscosímetro Brookfield de cada uno de los compuestos que conforman la fase fluida, Tabla 43.

**Tabla 43**

*Viscosidad a 25 °C de cada uno de los componentes involucrados en la formulación*

| <b>Componente</b>           | <b>Viscosidad, cP</b> |
|-----------------------------|-----------------------|
| <b>Aceite base</b>          | 269,3                 |
| <b>Aceite vegetal</b>       | 91,1                  |
| <b>Aditivo comercial</b>    | 817,0                 |
| <b>Solvente de petróleo</b> | 30,8                  |

Fuente: del autor

Una vez mezclada la gilsonita con la fase fluida se midió la evolución de la viscosidad rotacional de los lodos asfálticos en el tiempo. El procedimiento consistió en agitar cada 24 horas la mezcla durante 10 minutos a 3.000 rpm, Figura 46. Los resultados se presentan en la Tabla 44.

**Figura 46**

*Determinación de la viscosidad en viscosímetro Brookfield*



**Tabla 44**

*Evolución de la viscosidad a 25 °C del lodo asfáltico en el tiempo*

| <b>Día</b> | <b>Balanceada<br/>Viscosidad, cP</b> | <b>Formulación 11<br/>Viscosidad, cP</b> |
|------------|--------------------------------------|--|
| <b>1</b>   | 2.348                                | 2.430                                    |
| <b>2</b>   | 2.443                                | 2.457                                    |
| <b>3</b>   | 2.777                                | 2.901                                    |
| <b>4</b>   | 2.827                                | 3.007                                    |

***Destilación del lodo asfáltico***

Se procedió a destilar los lodos asfálticos propuestos para apreciar su estabilidad frente a cambios de temperatura. Para ese fin se utilizó el aparato de destilación de emulsiones asfálticas y se dispuso una masa de cada lodo en la cámara para posteriormente llevarla a 160 °C por un período de 1,5 horas, Figura 47. No hubo pérdidas significativas puesto que sólo las paredes de la trampa de vapores se “humectaron” sin que se llegase a condensar una cantidad apreciable, Tabla 45.

**Figura 47**

*Destilación del lodo asfáltico formulado*



**Tabla 45***Pérdida de masa del lodo en ensayo de destilación*

|                       | <b>Peso inicial</b> | <b>Peso final</b> | <b>Perdida, %</b> |
|-----------------------|---------------------|-------------------|-------------------|
| <b>Balanceada</b>     | 2.506,290           | 2.505,240         | 0,041             |
| <b>Formulación 11</b> | 2.506,860           | 2.504,850         | 0,080             |

**Transformación del Lodo en Ligante Asfáltico y Modificación con Polímero SBS**

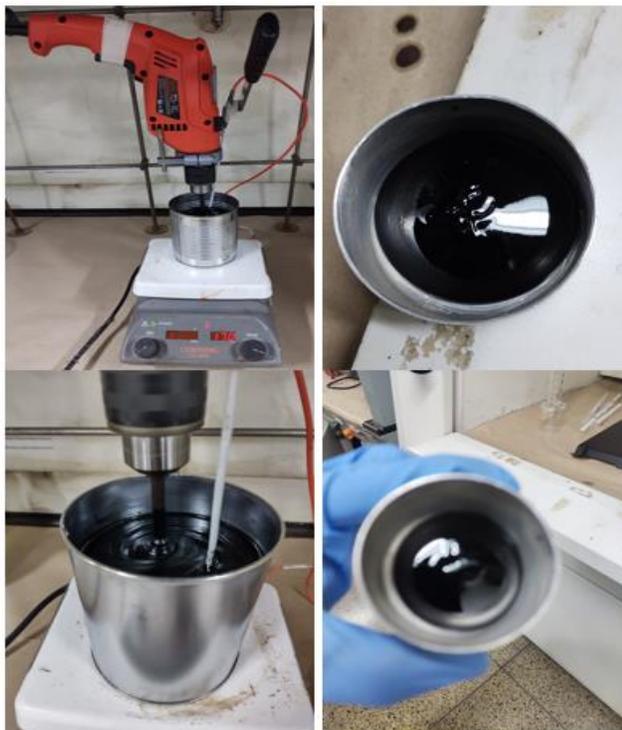
El lodo asfáltico formulado se puede aplicar directamente a los agregados pétreos calientes. Sin embargo, con el fin de ampliar su rango de aplicaciones se implementó el proceso para su transformación en un ligante asfáltico y su modificación con un polímero SBS en polvo en presencia de azufre como agente reticulante. Los procesos que se presentan a continuación se realizaron con base en la formulación 11 de la Tabla 42.

Para realizar la modificación en ligante se sometió el lodo a una temperatura de 170 °C y una agitación de 1.000 rpm por un periodo de 120 minutos. Las mismas condiciones se utilizaron para la conversión del lodo en ligante modificado, con la diferencia de que a los 60 minutos del proceso se adicionó el polímero SBS; mientras que el azufre se adicionó a los 110 minutos. La cantidad de lodo utilizado en ambas ocasiones fue de 500 gramos y el porcentaje en masa de SBS fue de 2,5 %. En la Figura 48 se observa el montaje, las condiciones del proceso y el resultado de la conversión, en la cual se aprecia que los productos desarrollados tienen una consistencia muy similar a los asfaltos convencionales de refinería.

A continuación se procedió a caracterizar estos productos que en adelante se denominarán “ligante 11” y “ligante 11+SBS”. Mediante la determinación de punto de ablandamiento, penetración, punto de inflamación, viscosidad rotacional y grado de desempeño.

## Figura 48

*Ensayos de agitación y calentamiento para la conversión del lodo en ligante*



### *Punto de Ablandamiento de los Ligantes*

El procedimiento para determinar el punto de ablandamiento de los productos se realizó de acuerdo con la norma INV E-712, en la Figura 49 se aprecia el montaje de aparato bola y anillos, también se muestra el recorrido y el momento en que las bolas llegan a la lámina inferior sin superar los 5 segundos de diferencia entre una y otra. En la Tabla 46 se indican los valores obtenidos.

## Figura 49

*Determinación del punto de ablandamiento del ligante 11 y ligante 11+SBS*



a) Montaje aparato bola y anillo

b) Recorrido de las bolas hasta la lámina inferior

## Tabla 46

*Punto de ablandamiento de ligantes formulados*

| Producto         | Punto de ablandamiento, °C |
|------------------|----------------------------|
| Ligante 11       | 77                         |
| Ligante 11 + SBS | 79                         |

## *Penetración de los Ligantes*

Los ensayos de penetración de ambas muestras se realizaron con base en la norma INV E-706, en la Figura 50 se presenta el acondicionamiento de la temperatura a 25 °C en un baño María y el equipo en que se llevó a cabo la penetración. Se tomaron 3 medidas de penetración por muestra; en la Tabla 47 se presentan los resultados promedio.

## Figura 50

*Acondicionamiento de muestras y determinación de penetración*



a) Acondicionamiento de la muestra a 25 °C

b) Equipo utilizado para el ensayo de penetración

## Tabla 47

*Valores de penetración de ligantes formulados*

| Producto         | Penetración (25 °C, 100 g, 5 seg) 0,1 mm |
|------------------|--|
| Ligante 11       | 220                                      |
| Ligante 11 + SBS | 235                                      |

## *Punto de Inflamación Cleveland de los Ligantes*

Para determinar los puntos de inflamación del ligante 11 y ligante 11 + SBS mediante copa abierta Cleveland se siguieron los procedimientos de la norma ASTM D 92, Figura 51. Los resultados obtenidos se presentan Tabla 48.

## Figura 51

*Montaje para punto de inflamación por copa abierta Cleveland*



**Tabla 48**

*Puntos de inflamación por copa abierta Cleveland para los ligantes formulados*

| <b>Producto</b>         | <b>Punto de inflamación, °C</b> |
|-------------------------|---------------------------------|
| <b>Ligante 11</b>       | 250                             |
| <b>ligante 11 + SBS</b> | 264                             |

### *Viscosidad Rotacional Para Determinar Temperatura de Mezclado y Compactación en la Mezcla Asfáltica Dosificada con Ligante*

La viscosidad rotacional es un parámetro muy importante para establecer la temperatura de mezclado y compactación de las mezclas asfálticas. El equipo utilizado fue un viscosímetro Brookfield y la celda de temperatura, en la Figura 52 se muestra el vertimiento del ligante en los recipientes para determinar la viscosidad, además se indica el equipo y celda de temperatura utilizados para tal fin. Los resultados se muestran en la Tabla 49.

## Figura 52

*Determinación de las curvas de viscosidad rotacional en los ligantes*



a) Vertimiento de muestras en recipientes

b) Equipo Brookfield y celda de temperatura para curva de viscosidad

### Tabla 49

*Valores de la curva de viscosidad rotacional*

| Producto       | Temperatura, °C | Viscosidad, cP |
|----------------|-----------------|----------------|
| Ligante 11     | 135             | 203.000        |
|                | 150             | 32.033         |
|                | 175             | 3.720          |
| Ligante 11+SBS | 135             | ∞              |
|                | 150             | 273.000        |
|                | 175             | 25.241         |

Fuente: del autor

### *Determinación del Grado de Desempeño de los Ligantes*

Los parámetros de clasificación de cementos asfálticos más comunes y accesibles son la viscosidad y penetración. Sin embargo, para mejor conocimiento del comportamiento de un ligante se utiliza la metodología Superpave orientada a medir propiedades reológicas y relacionarlas con el grado de desempeño PG, el cual indica la temperatura máxima y mínima de trabajo. El objetivo

de esta metodología es abordar completamente todos los estados en que se ve involucrado el asfalto, es decir, la producción de la mezcla en planta, los procesos de construcción de la estructura asfáltica y su funcionamiento hasta el final de la vida útil del pavimento. Por tal motivo, se realiza la caracterización reológica tanto para asfaltos vírgenes como envejecidos. Los asfaltos envejecidos comprenden dos etapas, una a corto plazo que se simula mediante envejecimiento en el horno de película delgada rotativa (RTFO) y una etapa a largo plazo que se simula con un equipo de envejecimiento a presión (PAV).

La determinación del PG de los productos se realizó en reómetro DSR TA Instruments DHR1 con aire como tipo de soporte y control de temperatura UHP, 1, Figura 53. El análisis de pérdida de masa por calentamiento sobre película delgada se realizó por duplicado y según la norma INV E-720. En vasos cilíndricos se depositaron las muestras de los ligantes y se dejaron durante 85 minutos en un horno a 163 °C

### **Figura 53**

*Reómetro DSR TA Instruments DHR1*



En la Tabla 50 y la Tabla 51 se muestran los resultados del ensayo RTFO para el ligante y el ligante modificado, respectivamente. Los porcentajes de pérdida se calcularon según la expresión:

$$\% \text{ pérdida} = 1 - \frac{C-A}{B} * 100$$

En donde:

*A: peso del vaso*

*B: peso de la muestra*

*C: peso final*

**Tabla 50**

*Resultados RTFO en ligante 11*

|                           | <b>1</b> | <b>2</b> |
|---------------------------|----------|----------|
| <b>Peso de vaso (A)</b>   | 172,680  | 171,090  |
| <b>Muestra (B)</b>        | 34,980   | 34,950   |
| <b>Peso final (C)</b>     | 205,700  | 205,100  |
| <b>% Pérdida</b>          | 5,603    | 2,690    |
| <b>Promedio % pérdida</b> | 4,146    |          |

**Tabla 51**

*Resultados RTFO en ligante 11+SBS*

|                           | <b>1</b> | <b>2</b> |
|---------------------------|----------|----------|
| <b>Peso de vaso (A)</b>   | 163,940  | 167,560  |
| <b>Muestra (B)</b>        | 35,000   | 34,960   |
| <b>Peso final (C)</b>     | 197,760  | 201,250  |
| <b>% Pérdida</b>          | 3,371    | 3,633    |
| <b>Promedio % pérdida</b> | 3,502    |          |

Para el análisis PAV se tuvieron en cuenta los procedimientos descritos en la norma ASTM D 6521 y las condiciones descritas en la Tabla 52 aplicaron para todas las muestras.

**Tabla 52**

*Condiciones para envejecimiento PAV en todas las muestras*

| <b>Descripción</b>  | <b>Medida</b> |
|---|---------------|
| Temperatura de envejecimiento de ensayo, aproximada a 0,5 °C                                      | 100           |
| Temperaturas máximas y mínimas, aproximadas a 0,1 °C  | 99,5 a 100,5  |
| Tiempo total de envejecimiento durante el cual la temperatura estuvo fuera del rango especificado | 0 minutos     |
| Tiempo total de envejecimiento  | 20 horas      |
| Tiempo de calentamiento mayor a 163 °C en cualquier momento del proceso                           | 0 minutos     |

Los tipos de platos y geometrías, además de los resultados de los análisis en asfalto virgen, RTFO y PAV en las muestras de ligante y ligante modificado con polímero se dan en las Tablas 53 y 54 respectivamente.

**Tabla 53**

*Resultados reológicos para temperatura máxima en ligante 11 virgen, envejecido a RTFO y PAV*

| <b>Estado Ligante</b>                       | <b>Temperatura, °C</b> | <b>Frecuencia angular rad/s</b> | <b>G*<br/>kPa</b>     | <b>G*/sen δ<br/>kPa</b> | <b>Status Pasa/Falla</b> |
|---|------------------------|---------------------------------|-----------------------|-------------------------|--------------------------|
| <b>Virgen</b>                               | 76                     | 10                              | 13.840                | 21,25                   | Pasa                     |
|   | 82                     | 10                              | 10.450                | 15,58                   | Pasa                     |
|   | 88                     | 10                              | 7.593                 | 10,88                   | Pasa                     |
| Geometría utilizada: 25 mm platos paralelos |                        |                                 |                       |                         |                          |
| <b>RTFO</b>                                 | 76                     | 10                              | 37.490                | 67,33                   | Pasa                     |
|   | 82                     | 10                              | 29.780                | 52,36                   | Pasa                     |
|   | 88                     | 10                              | 22.770                | 38,68                   | Pasa                     |
| Geometría utilizada: 25 mm platos paralelos |                        |                                 |                       |                         |                          |
| <b>PAV</b>                                  | 34                     | 10                              | 1,398*10 <sup>6</sup> | 525                     | Pasa                     |
|   | 31                     | 10                              | 1,653*10 <sup>6</sup> | 609                     | Pasa                     |
|   | 28                     | 10                              | 1,963*10 <sup>6</sup> | 709                     | Pasa                     |
| Geometría utilizada: 8 mm platos paralelos  |                        |                                 |                       |                         |                          |

**Tabla 54**

Resultados reológicos para temperatura máxima en ligante 11+SBS virgen, envejecido a RTFO y PAV

| Estado Ligante                              | Temperatura, °C | Frecuencia angular rad/s | G*<br>kPa             | G*/sen δ<br>kPa | Status Pasa/Falla |
|---|-----------------|--------------------------|-----------------------|-----------------|-------------------|
| Virgen                                      | 76              | 10                       | 23.880                | 39,59           | Pasa              |
|   | 82              | 10                       | 19.440                | 31,01           | Pasa              |
|   | 88              | 10                       | 14.930                | 22,56           | Pasa              |
| Geometría utilizada: 25 mm platos paralelos |                 |                          |                       |                 |                   |
| RTFO  | 76              | 10                       | 66.330                | 130             | Pasa              |
|   | 82              | 10                       | 55.210                | 100,4           | Pasa              |
|   | 88              | 10                       | 49.690                | 87,88           | Pasa              |
| Geometría utilizada: 25 mm platos paralelos |                 |                          |                       |                 |                   |
|   | Temperatura, °C | Frecuencia angular rad/s | G*<br>kPa             | G*sen δ<br>kPa  | Status Pasa/Falla |
| PAV   | 34              | 10                       | 1,338*10 <sup>6</sup> | 496             | Pasa              |
|   | 31              | 10                       | 1,557*10 <sup>6</sup> | 570             | Pasa              |
|   | 28              | 10                       | 1,808*10 <sup>6</sup> | 662             | Pasa              |
| Geometría utilizada: 8 mm platos paralelos  |                 |                          |                       |                 |                   |

En cuanto al valor de la temperatura mínima del grado de desempeño, se realizaron análisis por duplicado en asfaltos sometidos a envejecimiento PAV. Se utilizó un reómetro BBR. En las Tablas 55 y 56 se dan los detalles y resultados obtenidos para cada espécimen y los atributos de los modelos de regresión.

**Tabla 55**

Resultados ensayo BBR para temperatura mínima en ligante 11

| Espécimen | Tiempo, s | Fuerza, mN | Deflexión, mm | Rigidez medida, MPa | Rigidez estimada, MPa | Diferencia, % | Valor m |
|-----------|-----------|------------|---------------|---------------------|-----------------------|---------------|---------|
| 1         | 0         | 20,9       | 0,0126        | -                   | -                     | -             | -       |
|           | 0,5       | 659,9      | 0,1097        | -                   | -                     | -             | -       |
|           | 8         | 999,7      | 0,439         | 233,6838            | 233,8401              | 0,0669        | 0,2818  |
|           | 15        | 999,8      | 0,4174        | 195,427             | 195,2912              | -0,0695       | 0,2914  |
|           | 30        | 995        | 0,5127        | 159,1402            | 158,9912              | -0,0936       | 0,3018  |

|     |       |        |          |          |         |        |
|-----|-------|--------|----------|----------|---------|--------|
| 60  | 995,1 | 0,6356 | 128,4178 | 128,4919 | 0,0572  | 0,3126 |
| 120 | 997   | 0,7491 | 102,9625 | 103,0826 | 0,1166  | 0,3232 |
| 240 | 999   | 0,997  | 82,1568  | 82,0932  | -0,0774 | 0,3337 |
| 250 | 3,1   | 0,6897 | -        | -        | -       | -      |

Atributos del modelo

|  |                |             |             |
|--|----------------|-------------|-------------|
| Coefficiente de correlación R <sup>2</sup> | 0,999          |             |             |
| Coefficiente de regresión                  | A = 5,6090     | B = -0,2499 | C = -0,0176 |
| Carga máxima y mínima                      | De 0,5 a 240 s | 659,9 mN    | 1005,5 mN   |
| Carga promedio                             | De 0,5 a 240 s | 996,1 mN    |             |
| Desviación de carga máxima                 |                | 291,3 mN    |             |
| Desviación de carga máxima                 |                | 4,3 mN      |             |
| Temperatura máxima                         |                | -12,2 °C    |             |
| Temperatura mínima                         |                | -12 °C      |             |

|     |       |        |          |          |         |        |
|-----|-------|--------|----------|----------|---------|--------|
| 0   | 44,2  | 0,0142 | -        | -        | -       | -      |
| 0,5 | 678   | 0,1048 | -        | -        | -       | -      |
| 8   | 989,7 | 0,3069 | 263,1144 | 263,5336 | -0,1601 | 0,2569 |
| 15  | 989,8 | 0,3616 | 223,3371 | 222,9904 | -0,1552 | 0,2745 |
| 30  | 988,3 | 0,4393 | 183,7265 | 183,1086 | 0,3363  | 0,2939 |
| 60  | 988,6 | 0,5459 | 147,7421 | 147,7421 | 0,4105  | 0,3134 |
| 120 | 988,2 | 0,6801 | 118,5466 | 118,5466 | 0,0278  | 0,3328 |
| 240 | 987,7 | 0,8608 | 93,6153  | 93,6153  | -0,1052 | 0,3523 |
| 250 | 43,3  | 0,5873 | -        | -        | -       | -      |

2

Atributos del modelo

|  |                |             |             |
|--|----------------|-------------|-------------|
| Coefficiente de correlación R <sup>2</sup> | 0,999          |             |             |
| Coefficiente de regresión                  | A = 5,6265     | B = -0,1987 | C = -0,0323 |
| Carga máxima y mínima                      | De 0,5 a 240 s | 678 mN      | 1003,2 mN   |
| Carga promedio                             | De 0,5 a 240 s | 987,5 mN    |             |
| Desviación de carga máxima                 |                | 309,5 mN    |             |
| Desviación de carga máxima                 |                | 2,9 mN      |             |
| Temperatura máxima                         |                | -12,1 °C    |             |
| Temperatura mínima                         |                | -11,9 °C    |             |

Fuente: del autor

**Tabla 56**

*Resultados ensayo BBR para temperatura mínima en ligante 11+SBS*

| Espécimen | Tiempo, s | Fuerza, mN | Deflexión, mm | Rigidez medida, MPa | Rigidez estimada, MPa | Diferencia, % | Valor m |
|-----------|-----------|------------|---------------|---------------------|-----------------------|---------------|---------|
| 1         | 0         | 64,9       | 0,0388        | -                   | -                     | -             | -       |
|           | 0,5       | 646,3      | 0,1315        | -                   | -                     | -             | -       |

|     |       |        |          |          |         |        |
|-----|-------|--------|----------|----------|---------|--------|
| 8   | 992,6 | 0,3734 | 216,8646 | 216,6305 | -0,1079 | 0,2769 |
| 15  | 973,5 | 0,4422 | 179,6229 | 180,4128 | 0,4397  | 0,3051 |
| 30  | 977,1 | 0,5492 | 145,1591 | 144,4644 | -0,4785 | 0,3161 |
| 60  | 976,3 | 0,7024 | 113,3997 | 113,2202 | -0,1583 | 0,3371 |
| 120 | 976,5 | 0,9223 | 86,3874  | 86,8472  | 0,5322  | 0,3681 |
| 240 | 983,4 | 1,2278 | 65,3472  | 65,2014  | -0,2232 | 0,3991 |
| 250 | 92,4  | 0,9271 | -        | -        | -       | -      |

Atributos del modelo

|  |                                    |
|--|------------------------------------|
| Coefficiente de correlación R <sup>2</sup> | 0,999                              |
| Coefficiente de regresión                  | A = 5,5439 B = -0,1839 C = -0,0515 |
| Carga máxima y mínima                      | De 0,5 a 240 s 646,3 mN 994 mN     |
| Carga promedio                             | De 0,5 a 240 s 977 mN              |
| Desviación de carga máxima                 | 331,3 mN                           |
| Desviación de carga máxima                 | 16,3 mN                            |
| Temperatura máxima                         | -12 °C                             |
| Temperatura mínima                         | -11,9 °C                           |

|     |       |        |          |          |         |        |
|-----|-------|--------|----------|----------|---------|--------|
| 0   | 81,4  | 0,0352 | -        | -        | -       | -      |
| 0,5 | 639,8 | 0,1196 | -        | -        | -       | -      |
| 8   | 953,2 | 0,3287 | 263,6354 | 237,0632 | 0,1694  | 0,2604 |
| 15  | 964   | 0,393  | 200,1378 | 199,4769 | -0,3302 | 0,2885 |
| 30  | 951,6 | 0,4808 | 161,4839 | 161,5751 | 0,0564  | 0,3195 |
| 60  | 945,3 | 0,6033 | 127,8438 | 128,0907 | 0,1936  | 0,3305 |
| 120 | 950,1 | 0,7794 | 99,4483  | 99,3854  | -0,0633 | 0,3515 |
| 240 | 959,8 | 1,0372 | 75,4914  | 75,4725  | -0,0249 | 0,3826 |
| 250 | 98    | 0,7487 | -        | -        | -       | -      |

2

Atributos del modelo

|  |                                    |
|--|------------------------------------|
| Coefficiente de correlación R <sup>2</sup> | 0,999                              |
| Coefficiente de regresión                  | A = 5,5679 B = -0,1673 C = -0,0515 |
| Carga máxima y mínima                      | De 0,5 a 240 s 639,8 mN 973,3 mN   |
| Carga promedio                             | De 0,5 a 240 s 957,7 mN            |
| Desviación de carga máxima                 | 317,9 mN                           |
| Desviación de carga máxima                 | 15,6 mN                            |
| Temperatura máxima                         | -12,1 °C                           |
| Temperatura mínima                         | -12,3 °C                           |

Fuente: del autor

Finalmente en las Tablas 57 y 58 se proporciona el resumen de resultados y el grado de desempeño para el ligante 11 y ligante 11+SBS, respectivamente.

**Tabla 57**

*Resultados grado de desempeño en ligante*

| Etapa                | Característica   | Unidades     | Norma ensayo | Especificación ASTM D6373-16 |        | Resultado | Status    |
|----------------------|--|--------------|--------------|------------------------------|--------|-----------|-----------|
|                      |  |              |              | Mínimo                       | Máximo |           |           |
| Original             | Módulo reológico de corte dinámico a 88 °C (G*/senδ)                                     | kPa          | ASTM D 7175  | 1                            | -      | 10,88     | Cumple    |
|                      | ángulo de fase δ a 88 °C   | °            | ASTM D 7175  | -                            | -      | 44,3      | -         |
| RTFO                 | Pérdida de masa por calentamiento en película delgada en movimiento (163 °C, 85 minutos) | %            | ASTM D 2872  | -                            | 1      | 4,2       | No cumple |
|                      | Módulo reológico de corte dinámico a 88 °C (G*/senδ)                                     | kPa          | ASTM D 7175  | 2,2                          | -      | 38,68     | Cumple    |
| PAV                  | ángulo de fase δ a 88 °C   | °            | ASTM D 7175  | -                            | -      | 36,1      | -         |
|                      | Módulo reológico de corte dinámico a 25 °C (G*/senδ)                                     | kPa          | ASTM D 7175  | -                            | 5000   | 525       | Cumple    |
|                      | Rigidez en CREEP a -12°, 60 s, s(t)  | Mpa          | ASTM D 6648  | -                            | 300    | 138       | Cumple    |
|                      | Valor m(t) a -12 °C, 60 s, s(t)  | Adimensional | ASTM D 6648  | 0,3                          | -      | 0,31      | Cumple    |
| <b>LIGANTE 88-22</b> |  |              |              |                              |        |           |           |

Fuente: del autor

**Tabla 58***Resultados grado de desempeño en ligante 11+SBS*

| Etapa           | Característica   | Unidades     | Norma ensayo | Especificación ASTM D6373-16 |        | Resultado | Status    |
|-----------------|--|--------------|--------------|------------------------------|--------|-----------|-----------|
|                 |  |              |              | Mínimo                       | Máximo |           |           |
| <b>Original</b> | Módulo reológico de corte dinámico a 88 °C ( $G^*/\text{sen}\delta$ )                    | kPa          | ASTM D 7175  | 1                            | -      | 22,56     | Cumple    |
|                 | ángulo de fase $\delta$ a 88°C   | °            | ASTM D 7175  | -                            | -      | 41,4      | -         |
| <b>RTFO</b>     | Pérdida de masa por calentamiento en película delgada en movimiento (163 °C, 85 minutos) | %            | ASTM D 2872  | -                            | 1      | 3,5       | No cumple |
|                 | Módulo reológico de corte dinámico a 88 °C ( $G^*/\text{sen}\delta$ )                    | kPa          | ASTM D 7175  | 2,2                          | -      | 87,9      | Cumple    |
| <b>PAV</b>      | ángulo de fase $\delta$ a 88 °C  | °            | ASTM D 7175  | -                            | -      | 34,4      | -         |
|                 | Módulo reológico de corte dinámico a 25 °C ( $G^*/\text{sen}\delta$ )                    | kPa          | ASTM D 7175  | -                            | 5000   | 496       | Cumple    |
|                 | Rigidez en CREEP a -12 °C, 60 s, s(t)  | Mpa          | ASTM D 6648  | -                            | 300    | 120       | Cumple    |
|                 | Valor m(t) a -12 °C, 60 s, s(t)  | Adimensional | ASTM D 6648  | 0,3                          | -      | 0,33      | Cumple    |

**LIGANTE 88-22**

Fuente: del autor

Para ampliar el nivel de detalle sobre los procedimientos realizados para determinar punto de ablandamiento, penetración, inflamación, viscosidad rotacional y PG de los ligantes, se siguieron las normas descritas en la tabla 8 para cada ensayo en particular.

En total se formularon dos ligantes a base de gilsonita, ambos con PG 88-22, lo que implica que estos productos tendrían buen desempeño hasta elevadas temperaturas, sin embargo, los resultados de viscosidad tan elevados indican que ambos ligantes son susceptibles de ser

mejorados. Se debe tener en cuenta que la formulación de los ligantes tuvo como base la de lodo asfáltico, que es de consistencia líquida y fluida a temperatura ambiente; por lo que el porcentaje de gilsonita puede representar un valor elevado para los ligantes. En este caso, resulta factible proponer nuevos diseños de experimentos para un ligante y otro para ligantes modificados con polímeros.

### **Formulación de Una Emulsión Asfáltica**

Se formuló una emulsión catiónica de rompimiento rápido empleando un molino coloidal, Figura 54. El emulsificante utilizado fue de naturaleza catiónica. En la Tabla 59 se presentan las condiciones para realizar la emulsificación.

#### **Figura 54**

*Molino coloidal utilizado en el proceso de emulsificación*



**Tabla 59***Condiciones de formulación para el proceso de emulsión*

| <b>Asfalto, %</b> | <b>Temperatura asfalto, °C</b> | <b>Surfactante, %</b> | <b>pH solución jabonosa</b> | <b>Temperatura solución jabonosa, °C</b> | <b>Temperatura de salida emulsión, °C</b> |
|-------------------|--------------------------------|-----------------------|-----------------------------|--|---|
| 60                | 160                            | 0,8                   | 2                           | 40                                       | 82  |

Fuente: del autor

No fue posible lograr la emulsificación del ligante debido a que se rompió a la salida del molino. Según los resultados de penetración y PG tiene sentido que la emulsión no se haya dado, pues se trata de un asfalto duro y requerirá que se mejore su viscosidad y PG.

## Capítulo 7. Mezclas Asfálticas

Los productos desarrollados se evaluaron en mezclas asfálticas; se realizó el análisis de las probetas teniendo en cuenta la formulación del lodo crudo, los ligantes de las formulaciones 11, balanceada y ambos modificados con polímero SBS. La evaluación de las formulaciones se realizó en 2 tipos de granulometrías: MDC-19 y MSC-19.

### Granulometría MDC-19 y MSC-19

Las mezclas asfálticas se componen en  $95\pm 2\%$  de agregados pétreos, son los que dan las propiedades mecánicas a la estructura del pavimento y por tanto es muy importante que las granulometrías estén bien gradadas. Se analizaron dos tipos de curvas granulométricas: una para Mezclas Densas en Caliente (MDC-19) y otra para Mezclas Semidensas en Caliente (MSC-19). Ambas franjas granulométricas se definen en la tabla 450-6 del capítulo 4 de las Especificaciones Invías, en donde el punto inicial de los porcentajes pasante en cada granulometría se estableció como el valor medio en cada rango establecido (Anexo 1).

El material pétreo fue obtenido de una cantera que dedica su inventario para estructuras de pavimento flexible en la ciudad de Medellín, por lo que se considera que este material es apto para los análisis de este estudio, debido a que son utilizados masivamente en las carreteras del departamento de Antioquia. En la Figura 55 se muestran las gravas, arenas y finos tamizados y lavados que se usaron para generar las probetas de mezclas asfálticas.

### Figura 55

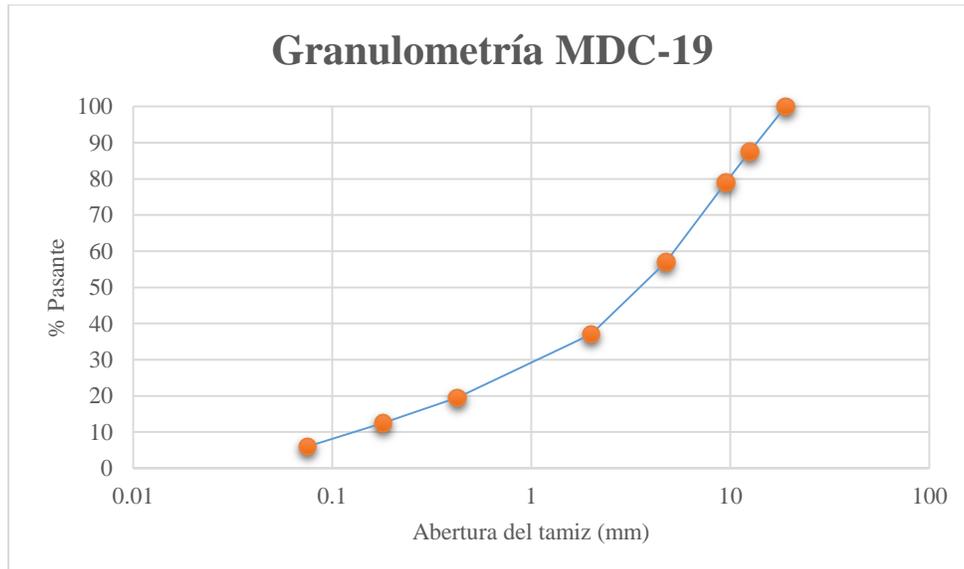
*Tipos de agregados: tamizados, lavados y preparados para elaborar las mezclas asfálticas*



En la Figura 56 y la Figura 57 se muestran las curvas granulométricas para las mezclas MDC-19 y MSC-19 respectivamente. Como se puede apreciar en ambas figuras, las curvas son suaves indicando buena gradación entre el filler, arenas y gravas. Cabe recordar que para formar ambas granulometrías se tuvo en cuenta los rangos del porcentaje pasante establecidos por la normatividad colombiana para materiales pétreos en mezclas asfálticas, por lo tanto, las mezclas que se presentan en esta investigación cumplen con rigor en lo concerniente a los agregados pétreos.

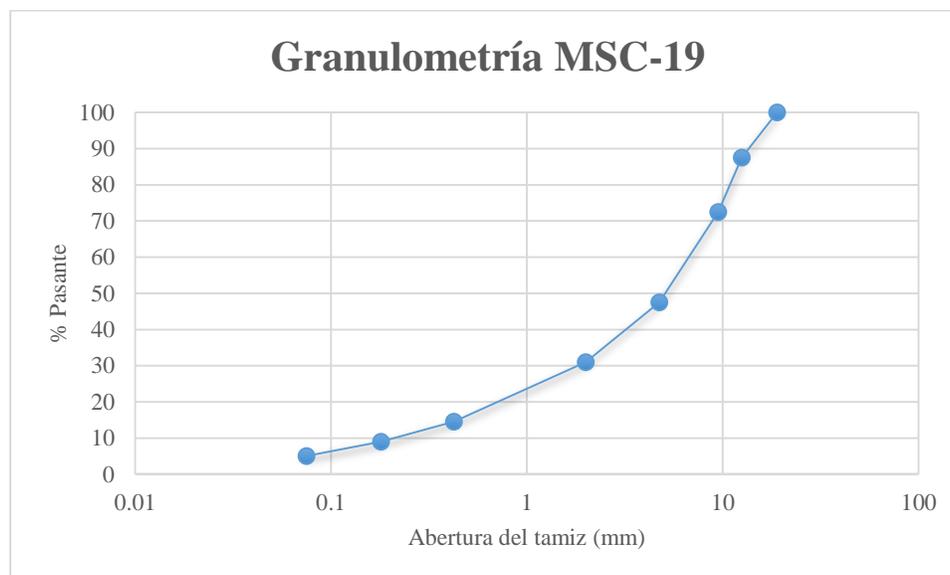
### Figura 56

*Curva granulométrica MDC-19*



**Figura 57**

*Curva granulométrica MSC-19*



### **Elaboración de Mezclas Asfálticas**

Las dosificaciones de cada probeta fueron de 5,5 %, 6,0 % y 6,5 %. El análisis se realizó por duplicado para un total de 54 probetas. La Tabla 60 recoge los tipos de mezclas analizadas y su codificación.

**Tabla 60**

*Tipo de mezclas y codificación de las mismas según el diseño de experimentos*

| <b>Tipo de ligante</b> | <b>Tipo de mezcla</b> | <b>Codificación de las probetas</b> | <b>Cantidad de probetas</b> |
|------------------------|-----------------------|-------------------------------------|-----------------------------|
| Lodo                   | MDC-19                | MDC-19 NORMAL 11                    | 6                           |
| Ligante 11             | MDC-19                | MDC-19 LIG 11                       | 6                           |
|                        | MSC-19                | MSC-19 LIG 11                       | 6                           |
| Ligante 11 + SBS       | MDC-19                | MDC-19 11 SBS                       | 6                           |
|                        | MSC-19                | MSC-19 11 SBS                       | 6                           |
| Balanceada             | MDC-19                | MDC-19 BAL                          | 6                           |
|                        | MSC-19                | MSC-19 BAL                          | 6                           |
| Balanceada + SBS       | MDC-19                | MDC-19 BAL SBS                      | 6                           |
|                        | MSC-19                | MSC-19 BAL SBS                      | 6                           |

Cada probeta se elaboró según la metodología Marshall; se midieron las dimensiones y peso de cada probeta, masa saturada superficialmente seca, masa sumergida y luego de secado en horno. Posteriormente en la máquina multiensayos se determinaron la estabilidad y flujo, (Anexo 6). La estabilidad se recalculó según el factor de corrección dado por la norma INV E-748 (Anexo 4). La Tabla 61 resume los valores para flujo, estabilidad corregida, relación estabilidad/flujo y si cumple los valores mínimos para un nivel de tránsito 3 (NT3) según el capítulo 4 de las Especificaciones Invías.

**Tabla 61**

*Resultados de estabilidad y flujo del ensayo Marshall*

|                        | Dosificación | Estabilidad, kN | Flujo, mm | Estabilidad corregida, kN | Relación Estabilidad/flujo, kN/mm | Status para NT3 Cumple/No cumple |
|------------------------|--------------|-----------------|-----------|---------------------------|-----------------------------------|----------------------------------|
| MDC-19<br>NORMAL<br>11 | 5,5          | 10,820          | 1,828     | 11,361                    | 6,215                             | No cumple                        |
|                        | 5,5          | 9,430           | 2,688     | 10,279                    | 3,824                             | Cumple                           |
|                        | 6            | 11,020          | 2,120     | 11,902                    | 5,614                             | Cumple                           |
|                        | 6            | 10,580          | 2,173     | 11,638                    | 5,356                             | Cumple                           |
|                        | 6,5          | 11,670          | 2,467     | 12,487                    | 5,062                             | Cumple                           |
|                        | 6,5          | 11,340          | 2,375     | 12,474                    | 5,252                             | Cumple                           |
| MDC-19<br>LIG 11       | 5,5          | 7,320           | 2,163     | 7,466                     | 3,452                             | No cumple                        |
|                        | 5,5          | 7,890           | 2,267     | 8,048                     | 3,550                             | No cumple                        |
|                        | 6            | 6,210           | 2,618     | 6,210                     | 2,372                             | No cumple                        |
|                        | 6            | 8,560           | 2,701     | 8,902                     | 3,296                             | No cumple                        |
|                        | 6,5          | 8,920           | 2,601     | 9,366                     | 3,601                             | Cumple                           |
|                        | 6,5          | 9,010           | 2,693     | 9,280                     | 3,446                             | Cumple                           |
| MSC-19<br>LIG 11       | 5,5          | 8,350           | 2,242     | 8,517                     | 3,799                             | No cumple                        |
|                        | 5,5          | 8,120           | 2,456     | 8,445                     | 3,438                             | No cumple                        |
|                        | 6            | 8,910           | 2,242     | 9,266                     | 4,133                             | Cumple                           |
|                        | 6            | 8,780           | 2,372     | 9,482                     | 3,998                             | Cumple                           |
|                        | 6,5          | 9,410           | 1,972     | 9,598                     | 4,867                             | No cumple                        |
|                        | 6,5          | 9,900           | 2,209     | 10,395                    | 4,706                             | Cumple                           |
| MDC-19<br>11 SBS       | 5,5          | 8,570           | 2,354     | 8,827                     | 3,750                             | No cumple                        |
|                        | 5,5          | 8,120           | 2,653     | 8,364                     | 3,153                             | No cumple                        |
|                        | 6            | 8,350           | 2,576     | 8,684                     | 3,371                             | No cumple                        |
|                        | 6            | 9,230           | 2,723     | 9,507                     | 3,491                             | Cumple                           |
|                        | 6,5          | 10,560          | 1,878     | 10,982                    | 5,848                             | No cumple                        |

|         |     |        |       |        |       |           |
|---------|-----|--------|-------|--------|-------|-----------|
|         | 6,5 | 10,090 | 2,012 | 10,191 | 5,065 | Cumple    |
|         | 5,5 | 8,020  | 2,732 | 8,261  | 3,024 | No cumple |
|         | 5,5 | 8,560  | 2,507 | 8,902  | 3,551 | No cumple |
| MSC-19  | 6   | 8,520  | 2,068 | 8,776  | 4,244 | No cumple |
| 11 SBS  | 6   | 8,820  | 2,432 | 8,908  | 3,663 | No cumple |
|         | 6,5 | 9,490  | 3,603 | 10,059 | 2,792 | No cumple |
|         | 6,5 | 9,810  | 2,998 | 10,202 | 3,403 | Cumple    |
|         | 5,5 | 8,420  | 2,191 | 8,757  | 3,997 | No cumple |
|         | 5,5 | 8,980  | 2,334 | 9,519  | 4,078 | Cumple    |
| MDC-19  | 6   | 7,470  | 2,715 | 7,694  | 2,834 | No cumple |
| BAL     | 6   | 8,670  | 2,673 | 9,017  | 3,373 | No cumple |
|         | 6,5 | 9,480  | 2,688 | 10,049 | 3,738 | Cumple    |
|         | 6,5 | 10,110 | 2,742 | 10,211 | 3,724 | Cumple    |
|         | 5,5 | 7,330  | 2,278 | 7,477  | 3,282 | No cumple |
|         | 5,5 | 8,010  | 2,387 | 8,330  | 3,490 | No cumple |
| MSC-19  | 6   | 8,480  | 2,399 | 8,650  | 3,606 | No cumple |
| BAL     | 6   | 8,690  | 2,652 | 8,777  | 3,310 | No cumple |
|         | 6,5 | 7,410  | 2,720 | 7,484  | 2,752 | No cumple |
|         | 6,5 | 7,980  | 2,581 | 8,299  | 3,215 | No cumple |
|         | 5,5 | 8,930  | 1,877 | 9,198  | 4,900 | Cumple    |
|         | 5,5 | 9,340  | 2,013 | 9,433  | 4,686 | Cumple    |
| MDC-19  | 6   | 9,170  | 2,183 | 9,812  | 4,495 | Cumple    |
| BAL SBS | 6   | 9,780  | 2,234 | 10,465 | 4,684 | Cumple    |
|         | 6,5 | 9,530  | 1,936 | 10,292 | 5,316 | No cumple |
|         | 6,5 | 9,650  | 2,001 | 9,747  | 4,871 | Cumple    |
|         | 5,5 | 8,550  | 2,381 | 8,636  | 3,627 | No cumple |
|         | 5,5 | 7,890  | 2,445 | 8,127  | 3,324 | No cumple |
| MSC-19  | 6   | 8,710  | 2,787 | 8,884  | 3,188 | No cumple |
| BAL SBS | 6   | 8,560  | 2,878 | 8,731  | 3,034 | No cumple |
|         | 6,5 | 7,500  | 2,728 | 7,575  | 2,777 | No cumple |
|         | 6,5 | 8,230  | 2,734 | 8,312  | 3,040 | No cumple |

Fuente: del autor

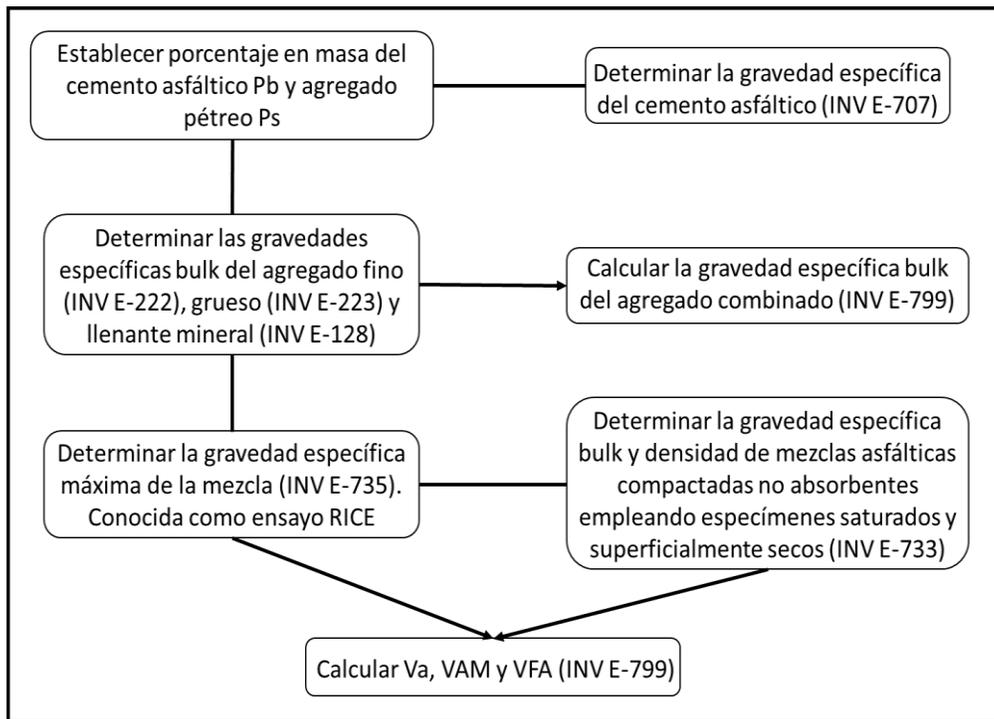
### **Análisis Volumétrico**

El análisis volumétrico de las mezclas asfálticas en caliente se desarrolló según la metodología de la norma INV E-799-13, en la que se presentan los métodos para determinar el porcentaje de vacíos con aire (Va), porcentaje de volumen de vacíos en el agregado mineral (VAM) y los vacíos llenos de asfalto (VFA). A continuación se indica el marco metodológico para el análisis volumétrico, Figura 58. Las líneas con flecha indican que para llegar a una etapa es

necesario calcular la inmediatamente anterior, mientras que las líneas sin flecha indican que se pueden realizar en forma paralela.

**Figura 58**

*Marco metodológico para el análisis volumétrico*



### ***Gravedad Específica del Lodo Asfáltico***

La densidad relativa del lodo asfáltico se determinó empleando un picnómetro de 25 ml y baño de agua a 25 °C de acuerdo con la metodología de la norma INV E-707, Figura 59.

## Figura 59

*Determinación de la densidad de las formulaciones, picnómetro y baño de agua*



En la Tabla 62 se presentan los valores obtenidos y la gravedad específica del lodo, ligante y ligante modificado con polímero.

**Tabla 62**

*Densidad relativa de los diferentes ligantes formulados*

| Tipo de ligante | A      | B      | C      | D      | Densidad relativa |
|-----------------|--------|--------|--------|--------|-------------------|
| Lodo            | 54,521 | 79,189 | 70,090 | 79,214 | 1,002             |
| Ligante 11      | 54,518 | 79,273 | 71,241 | 79,187 | 0,995             |
| Ligante 11 SBS  | 54,527 | 79,070 | 70,268 | 78,999 | 0,996             |
| Balanceado      | 54,523 | 79,205 | 70,171 | 79,168 | 0,998             |
| Balanceado SBS  | 54,520 | 79,117 | 71,239 | 80,651 | 1,101             |

Fuente: del autor

### ***Gravedad Específica Bulk del Agregado Fino, Grueso y Llenante Mineral***

#### **Gravedad Específica del Agregado Fino en las Granulometrías MDC-19 y MSC-19.**

Para calcular la gravedad específica de la fracción de finos se siguió el procedimiento de la norma ASTM C128-07, Figura 60.

**Figura 60**

*Cono, pisón y matraz para prueba de arena superficialmente seca*



La gravedad específica se calculó siguiendo el método gravimétrico con la siguiente expresión:

$$\text{Gravedad específica SH} = \frac{A}{B+S-C}$$

A: masa al aire de la muestra seca al horno, en gramos

B: masa del matraz aforado con agua, g

C: masa del matraz aforado con la muestra y agua, g

S: masa de la muestra saturada y superficialmente seca añadida al matraz, g

En la Tabla 63 se muestran los resultados para las fracciones finas de cada granulometría.

**Tabla 63**

*Resultados gravedad específica agregados finos de las series granulométricas*

| <b>Granulometría</b> | <b>A</b> | <b>B</b> | <b>C</b> | <b>S</b> | <b>Gravedad específica SH</b> |
|----------------------|----------|----------|----------|----------|-------------------------------|
| MDC-19               | 494,270  | 648,210  | 967,100  | 500,010  | 2,729                         |
| MSC-19               | 493,020  | 659,520  | 977,320  | 500,030  | 2,705                         |

Fuente: del autor

**Gravedad Específica del Agregado Grueso en las Granulometrías MDC-19 y MSC-19.** Para calcular la gravedad específica de la fracción de gruesos se siguió el procedimiento de la norma ASTM C127-07, Figura 61.

**Figura 61**

*Condición superficie saturada seca y montaje para medir peso de la muestra sumergida*



Para calcular la gravedad específica de los agregados gruesos se utilizó la expresión:

$$\text{Gravedad específica SH} = \frac{A}{B - C}$$

A: masa al aire de la muestra seca al horno, g

B: masa al aire de la muestra saturada y superficialmente seca, g

C: masa aparente de la muestra saturada en agua (masa sumergida), g

En la Tabla 64 se muestran los resultados para las fracciones gruesas de cada granulometría.

**Tabla 64**

*Resultados gravedad específica agregados gruesos de las series granulométricas*

| Granulometría | A        | B        | C       | Gravedad específica SH |
|---------------|----------|----------|---------|------------------------|
| MDC-19        | 1.993,44 | 2.023,61 | 1.305,5 | 2,776                  |
| MSC-19        | 2.078,69 | 2.107,46 | 1.359,1 | 2,778                  |

Fuente: del autor

**Gravedad Específica del Llenante Mineral o Filler.** Para calcular la gravedad específica del llenante mineral se siguió el procedimiento de la norma ASTM D854-10, Figura 62.

**Figura 62**

*Procedimientos para calcular la gravedad específica del llenante mineral*



Para calcular la gravedad específica del llenante se emplea la expresión:

$$G_t = \frac{\rho_s}{\rho_{w,t}} = \frac{M_s}{M_{pw,t} - (M_{pws,t} - M_s)}$$

$\rho_s$ : densidad de las partículas sólidas,  $\frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$

$\rho_{w,t}$ : densidad del agua a temperatura de ensayo,  $\frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$

$M_s$ : masa de los sólidos del suelo seco secado en el horno

$M_{pw,t}$ : masa del picnómetro lleno de agua a la temperatura de ensayo, en gramos

$M_{pws,t}$ : masa del picnómetro con agua y muestra a la temperatura de ensayo, en gramos

En la Tabla 65 se dan los resultados de la gravedad específica a la temperatura de ensayo y a 20 °C.

**Tabla 65**

*Resultado gravedad específica del llenante mineral*

| <b>Ms</b> | <b>Mpw,t</b> | <b>Mpws,t</b> | <b>Gt</b> | <b>Gt, 20 °C</b> |
|-----------|--------------|---------------|-----------|------------------|
| 52,430    | 672,680      | 707,060       | 2,905     | 2,902            |

***Cálculo de la Gravedad Específica Bulk del Agregado Combinado***

Una vez determinadas las gravedades específicas de los agregados finos, gruesos y llenante mineral se calcula la gravedad combinada según la expresión:

$$G_{sb} = \frac{P_1 + P_2 + \dots + P_n}{\frac{P_1}{G_1} + \frac{P_2}{G_2} + \dots + \frac{P_n}{G_n}}$$

$G_{sb}$ : gravedad específica bulk del agregado combinado

$P_1, P_2, P_n$ : porcentajes individuales de los distintos agregados y llenante que intervienen en el agregado combinado

$G_1, G_2, G_n$ : gravedades específicas bulk individuales de las fracciones del agregado

En la Tabla 66 se muestran los resultados de las gravedades específicas de los agregados combinados para las dos granulometrías propuestas en esta investigación.

**Tabla 66**

*Resultados de la gravedad específica Bulk de los agregados combinados*

| Granulometría | P <sub>1</sub> ,<br>%gruesos | P <sub>2</sub> ,<br>%finos | P <sub>3</sub> ,<br>Llenante | Gravedad específica Bulk |       |          | G <sub>sb</sub> |
|---------------|------------------------------|----------------------------|------------------------------|--------------------------|-------|----------|-----------------|
|               |                              |                            |                              | Gruesos                  | Finos | Llenante |                 |
| <b>MDC-19</b> | 43                           | 51                         | 6                            | 2,776                    | 2,729 | 2,906    | 2,759           |
| <b>MSC-19</b> | 52,5                         | 42,5                       | 5                            | 2,778                    | 2,705 | 2,906    | 2,752           |

Fuente: del autor

### **Gravedad Específica de la Mezcla**

Para determinar la gravedad específica máxima de las mezclas asfálticas se realizaron los procedimientos de las normas ASTM D2041/D2041M-11 e INV E-799 (numerales 4,5 y 4,8). El procedimiento descrito en la norma ASTM D2041/D2041M-11 se realizó para un porcentaje de asfalto de 6,0 %, Figura 63.

**Figura 63**

*Procedimiento para determinar la gravedad específica de la mezcla asfáltica*



Las gravedades específicas máximas de las diferentes mezclas con 6,0 % de ligante se calcularon de acuerdo con la siguiente expresión:

$$G_{mm} = \frac{A}{A + D - E}$$

$G_{mm}$ : gravedad específica máxima de la mezcla

A: masa neta de la muestra

D: masa del matraz lleno con agua y la placa de vidrio

E: masa del matraz con muestra, lleno con agua y placa de vidrio

En la Tabla 67 se presentan los resultados obtenidos de las gravedades específicas.

**Tabla 67**

*Resultados obtenidos para las gravedades específicas máxima de las mezclas*

| Mezcla                      | A        | D        | E        | $G_{mm}$<br>6,0 % | $G_{mm}$<br>5,5 % | $G_{mm}$<br>6,5 % |
|-----------------------------|----------|----------|----------|-------------------|-------------------|-------------------|
| <b>MDC-19<br/>NORMAL 11</b> | 1.579,82 | 3.537,38 | 4.500,02 | 2,560             | 2,581             | 2,539             |
| <b>MDC-19 LIG<br/>11</b>    | 1.582,11 | 3.537,91 | 4.504,73 | 2,571             | 2,592             | 2,549             |
| <b>MSC-19 LIG<br/>11</b>    | 1.580,46 | 3.537,30 | 4.504,12 | 2,576             | 2,559             | 2,517             |
| <b>MDC-19 11<br/>SBS</b>    | 1.577,76 | 3.537,58 | 4.501,12 | 2,569             | 2,590             | 2,547             |
| <b>MSC-19 11<br/>SBS</b>    | 1.584,19 | 3.537,21 | 4.502,39 | 2,559             | 2,581             | 2,538             |
| <b>MDC-19<br/>BAL</b>       | 1.580,89 | 3.537,34 | 4.502,87 | 2,569             | 2,591             | 2,548             |
| <b>MSC-19<br/>BAL</b>       | 1.581,34 | 3.537,42 | 4.501,87 | 2,563             | 2,584             | 2,541             |
| <b>MDC-19<br/>BAL SBS</b>   | 1.582,39 | 3.537,19 | 4.503,23 | 2,567             | 2,594             | 2,557             |
| <b>MSC-19<br/>BAL SBS</b>   | 1.579,23 | 3.537,61 | 4.503,45 | 2,575             | 2,585             | 2,548             |

Fuente: del autor

En la norma INV E-799 en su numeral 4.8 hay un procedimiento en el que se puede utilizar la gravedad específica del agregado pétreo para calcular de manera alterna la densidad máxima de las mezclas en porcentajes de asfalto diferente al calculado con el numeral 4,5. En este caso, según el numeral 4.5 se realizaron los cálculos con 6,0 % de ligante; y con el numeral 4,8 se calcularon las gravedades máximas en 5,5 % y 6,5 %. Así, en primer lugar se calculó la gravedad específica del agregado pétreo con la siguiente relación:

$$G_{se} = \frac{P_{mm} - P_b}{\frac{P_{mm}}{G_{mm}} - \frac{P_b}{G_b}}$$

$G_{se}$ : gravedad específica del agregado combinado

$G_{mm}$ : gravedad específica máxima de la mezcla (Tabla 63)

$P_{mm}$ : porcentaje en masa de la mezcla total = 100

$G_b$ : gravedad específica del ligante asfáltico (Tabla 58)

$P_b$ : porcentaje de ligante en la mezcla (6,0 % en este caso)

En la Tabla 68 se consignan los resultados de la gravedad  $G_{se}$  para los diferentes tipos de mezcla. Dicho parámetro fue utilizado para calcular las gravedades  $G_{mm}$ .

**Tabla 68**

*Resultados de la gravedad  $G_{se}$  de las diferentes mezclas*

| <b>Mezcla</b>    | <b>Gravedad específica <math>G_{se}</math></b> |
|------------------|--|
| MDC-19 NORMAL 11 | 2,842  |
| MDC-19 LIG 11    | 2,859  |
| MSC-19 LIG 11    | 2,816  |
| MDC-19 11 SBS    | 2,857  |
| MSC-19 11 SBS    | 2,844  |
| MDC-19 BAL       | 2,856  |
| MSC-19 BAL       | 2,848  |
| MDC-19 BAL SBS   | 2,816  |
| MSC-19 BAL SBS   | 2,805  |

Fuente: del autor

A continuación se utilizó la siguiente expresión para calcular la gravedad específica máxima de las mezclas en los porcentajes de 5,5 % y 6,5 %; columnas 6 y 7 de la Tabla 67.

$$G_{mm} = \frac{P_{mm}}{\frac{P_s}{G_{se}} - \frac{P_b}{G_b}}$$

$G_{mm}$ : gravedad específica máxima de la mezcla

$P_{mm}$ : porcentaje en masa de la mezcla total suelta = 100

$P_s$ : porcentaje de agregado en la mezcla

$G_{se}$ : gravedad específica efectiva del agregado combinado

$P_b$ : porcentaje de ligante asfáltico en la mezcla

$G_b$ : gravedad específica del ligante asfáltico

En este caso el porcentaje de agregado en la mezcla  $P_s$  es de 94,5 % y 93,5 % para las columnas 6 y 7, respectivamente. Mientras que el porcentaje de cemento  $P_b$  es de 5,5 % y 6,5 %, y son los valores que se ingresaron en la ecuación anterior.

***Gravedad específica bulk y densidad de mezclas asfálticas compactadas no absorbentes empleando especímenes saturados y superficialmente secos***

Este ensayo se realizó de acuerdo con la norma ASTM D2726-11, Figura 64.

**Figura 64**

*Determinación de gravedad específica bulk y densidad de las mezclas asfálticas compactadas*



Para calcular la gravedad específica bulk se empleó la relación:

$$G_{mb} = \frac{A}{B - C}$$

$G_{mb}$ : gravedad específica bulk

A: masa del espécimen seco en el aire, en gramos

B – C: masa del volumen de agua correspondiente al volumen del espécimen a 25 °C

B: masa en el aire del espécimen saturado y superficialmente seco (SSS), en gramos

C: masa del espécimen sumergido en agua, en gramos

En la Tabla 69 se presentan los valores obtenidos en laboratorio de los parámetros para calcular la gravedad específica bulk  $G_{mb}$  de las mezclas asfálticas compactadas.

**Tabla 69**

*Resultados de gravedad específica bulk  $G_{mb}$  de las mezclas asfálticas compactadas*

|                        | Probeta,<br>% dosificación | $M_{SSS}$<br>g | M sumergida<br>en agua, g | Masa en aire luego<br>de secado en horno a<br>110° C, g | $G_{mb}$ |
|------------------------|----------------------------|----------------|---------------------------|---|----------|
| MDC-19<br>NORMAL<br>11 | 5,5                        | 1.149,180      | 668,500                   | 1.145,430   | 2,383    |
|                        | 5,5                        | 1.147,210      | 673,800                   | 1.145,500   | 2,420    |
|                        | 6,0                        | 1.157,670      | 683,900                   | 1.154,310   | 2,436    |
|                        | 6,0                        | 1.160,280      | 686,100                   | 1.156,090   | 2,438    |
|                        | 6,5                        | 1.163,250      | 685,700                   | 1.160,430   | 2,430    |
|                        | 6,5                        | 1.162,400      | 689,800                   | 1.160,230   | 2,455    |
| MDC-19<br>LIG 11       | 5,5                        | 1.156,950      | 660,500                   | 1.150,660   | 2,318    |
|                        | 5,5                        | 1.156,870      | 661,200                   | 1.151,770   | 2,324    |
|                        | 6,0                        | 1.161,420      | 672,400                   | 1.154,680   | 2,361    |
|                        | 6,0                        | 1.162,340      | 671,620                   | 1.155,290   | 2,354    |
|                        | 6,5                        | 1.171,330      | 686,600                   | 1.166,780   | 2,407    |
|                        | 6,5                        | 1.170,010      | 685,190                   | 1.164,780   | 2,402    |
| MSC-19<br>LIG 11       | 5,5                        | 1.157,510      | 674,200                   | 1.146,450   | 2,372    |
|                        | 5,5                        | 1.157,140      | 673,900                   | 1.147,120   | 2,374    |
|                        | 6,0                        | 1.165,130      | 679,900                   | 1.157,590   | 2,386    |
|                        | 6,0                        | 1.163,920      | 678,300                   | 1.155,560   | 2,380    |
|                        | 6,5                        | 1.170,660      | 684,800                   | 1.163,800   | 2,395    |
|                        | 6,5                        | 1.170,920      | 682,800                   | 1.164,780   | 2,386    |

|         |     |           |         |           |       |
|---------|-----|-----------|---------|-----------|-------|
|         | 5,5 | 1.157,750 | 666,500 | 1.150,080 | 2,341 |
|         | 5,5 | 1.157,340 | 664,890 | 1.151,680 | 2,339 |
| MDC-19  | 6,0 | 1.162,360 | 676,000 | 1.156,010 | 2,377 |
| 11 SBS  | 6,0 | 1.163,220 | 675,980 | 1.155,970 | 2,372 |
|         | 6,5 | 1.164,780 | 677,100 | 1.157,460 | 2,373 |
|         | 6,5 | 1.166,190 | 677,230 | 1.158,230 | 2,369 |
|         | 5,5 | 1.157,020 | 664,100 | 1.148,320 | 2,330 |
|         | 5,5 | 1.155,730 | 665,760 | 1.147,110 | 2,341 |
| MSC-19  | 6,0 | 1.162,270 | 674,100 | 1.154,060 | 2,364 |
| 11 SBS  | 6,0 | 1.161,230 | 673,670 | 1.153,010 | 2,365 |
|         | 6,5 | 1.166,850 | 682,800 | 1.157,880 | 2,392 |
|         | 6,5 | 1.167,940 | 682,400 | 1.159,230 | 2,388 |
|         | 5,5 | 1.157,020 | 671,400 | 1.152,310 | 2,373 |
|         | 5,5 | 1.156,640 | 670,800 | 1.150,470 | 2,368 |
| MDC-19  | 6,0 | 1.166,380 | 681,100 | 1.160,200 | 2,391 |
| BAL     | 6,0 | 1.163,330 | 680,300 | 1.157,700 | 2,397 |
|         | 6,5 | 1.167,480 | 681,900 | 1.160,310 | 2,390 |
|         | 6,5 | 1.167,010 | 682,500 | 1.159,880 | 2,394 |
|         | 5,5 | 1.167,120 | 678,600 | 1.154,900 | 2,364 |
|         | 5,5 | 1.164,560 | 677,200 | 1.151,750 | 2,363 |
| MSC-19  | 6,0 | 1.168,710 | 680,500 | 1.158,100 | 2,372 |
| BAL     | 6,0 | 1.169,120 | 680,300 | 1.157,480 | 2,368 |
|         | 6,5 | 1.172,620 | 686,200 | 1.162,220 | 2,389 |
|         | 6,5 | 1.172,450 | 687,200 | 1.162,870 | 2,396 |
|         | 5,5 | 1.153,240 | 670,000 | 1.148,100 | 2,376 |
|         | 5,5 | 1.154,010 | 671,400 | 1.147,800 | 2,378 |
| MDC-19  | 6,0 | 1.156,370 | 677,800 | 1.151,280 | 2,406 |
| BAL SBS | 6,0 | 1.157,340 | 677,100 | 1.149,670 | 2,394 |
|         | 6,5 | 1.163,910 | 684,300 | 1.160,840 | 2,420 |
|         | 6,5 | 1.162,910 | 684,800 | 1.159,210 | 2,425 |
|         | 5,5 | 1.161,950 | 673,600 | 1.151,130 | 2,357 |
|         | 5,5 | 1.160,670 | 672,500 | 1.151,670 | 2,359 |
| MSC-19  | 6,0 | 1.169,520 | 680,700 | 1.158,080 | 2,369 |
| BAL SBS | 6,0 | 1.167,990 | 680,500 | 1.156,010 | 2,371 |
|         | 6,5 | 1.172,740 | 684,200 | 1.161,110 | 2,377 |
|         | 6,5 | 1.171,810 | 685,200 | 1.161,660 | 2,387 |

Fuente: del autor

### ***Determinación de Va, VAM y VFA***

Según la norma INV E-799 los términos y definiciones para realizar el análisis volumétrico son los siguientes:

- Vacíos con aire (Va): se refiere a pequeñas bolsas de aire entre las partículas del agregado cubierto con el ligante en la mezcla asfáltica compactada.
- Vacíos en el agregado mineral (VAM): corresponde al volumen del espacio vacío entre partículas del agregado en la mezcla asfáltica en caliente. Incluyen los vacíos con aire y volumen del asfalto efectivo.
- Vacíos llenos de asfalto (VFA): fracción de vacíos en el agregado mineral que contiene asfalto. Representan el volumen de asfalto efectivo en la mezcla asfáltica.

Para el cálculo de Va, VAM y VFA se siguieron las siguientes expresiones, tomadas de la norma INV E-799, respectivamente.

$$V_a = 100 \left( \frac{G_{mm} - G_{mb}}{G_{mm}} \right)$$

$G_{mm}$ : gravedad específica máxima de la mezcla, numeral 6.4

$G_{mb}$ : gravedad específica bulk de la mezcla compactada, numeral 6.5

$$VAM = 100 - \frac{G_{mb}}{G_{sb}} * P_s$$

$G_{mb}$ : gravedad específica bulk de la mezcla compactada, numeral 6.5

$G_{sb}$ : gravedad específica del agregado combinado, numeral 6.3

$$VFA = 100 \left( \frac{VAM - V_a}{VAM} \right)$$

VAM: vacíos en el agregado mineral en probeta compactada

$V_a$ : vacíos con aire en probeta compactada

En el Anexo 7 se consignan todos los resultados para el análisis volumétrico realizado. En la Tabla 70 se presenta un resumen de estos resultados. Los valores resaltados en verde cumplen con los rangos establecidos en el capítulo 4 de las Especificaciones Invías.

**Tabla 70**

*Valores calculados de los términos relacionados con el análisis volumétrico*

|                        | <b>Probeta</b> | <b>Estabilidad<br/>corregida<br/>(kN)</b> | <b>Flujo (mm)</b> | <b>Relación<br/>Estabilidad/flujo<br/>(kN/mm)</b> | <b>Va</b> | <b>VAM</b> | <b>VFA</b> |
|------------------------|----------------|---|-------------------|---|-----------|------------|------------|
|                        | 5,5            | 10,820                                    | 2,258             | 5,019   | 6,965     | 17,752     | 60,856     |
| MDC-19<br>NORMAL<br>11 | 6              | 11,770                                    | 2,147             | 5,485   | 4,785     | 16,962     | 71,791     |
|                        | 6,5            | 12,480                                    | 2,421             | 5,157   | 3,792     | 17,227     | 78,045     |
|                        | 5,5            | 7,757                                     | 2,215             | 3,501   | 10,466    | 20,512     | 48,977     |
| MDC-19<br>LIG 11       | 6              | 7,556                                     | 2,660             | 2,834   | 8,295     | 19,671     | 57,835     |
|                        | 6,5            | 9,323                                     | 2,647             | 3,524   | 5,658     | 18,504     | 69,426     |
|                        | 5,5            | 8,481                                     | 2,349             | 3,619   | 7,271     | 18,546     | 60,797     |
| MSC-19<br>LIG 11       | 6              | 9,374                                     | 2,307             | 4,065   | 7,328     | 18,647     | 60,705     |
|                        | 6,5            | 9,997                                     | 2,091             | 4,786   | 5,014     | 18,801     | 73,338     |
| MDC-19<br>11 SBS       | 5,5            | 8,595                                     | 2,504             | 3,451   | 9,673     | 19,855     | 51,281     |

|                   |     |        |       |       |       |        |        |
|-------------------|-----|--------|-------|-------|-------|--------|--------|
|                   | 6   | 9,095  | 2,650 | 3,431 | 7,554 | 19,094 | 60,438 |
|                   | 6,5 | 10,587 | 1,945 | 5,456 | 6,919 | 19,646 | 64,784 |
| MSC-19<br>11 SBS  | 5,5 | 8,582  | 2,620 | 3,287 | 9,508 | 19,834 | 52,071 |
|                   | 6   | 8,842  | 2,250 | 3,953 | 7,611 | 19,267 | 60,498 |
|                   | 6,5 | 10,131 | 3,301 | 3,098 | 5,841 | 18,836 | 68,989 |
| MDC-19<br>BAL     | 5,5 | 9,138  | 2,263 | 4,038 | 8,504 | 18,809 | 54,790 |
|                   | 6   | 8,355  | 2,694 | 3,104 | 6,823 | 18,444 | 63,009 |
|                   | 6,5 | 10,130 | 2,715 | 3,731 | 6,123 | 18,946 | 67,686 |
| MSC-19<br>BAL     | 5,5 | 7,904  | 2,333 | 3,386 | 8,531 | 18,865 | 54,775 |
|                   | 6   | 8,713  | 2,526 | 3,458 | 7,514 | 19,077 | 60,612 |
|                   | 6,5 | 7,892  | 2,651 | 2,984 | 5,843 | 18,731 | 68,807 |
| MDC-19<br>BAL SBS | 5,5 | 9,316  | 1,945 | 4,793 | 8,359 | 18,581 | 55,013 |
|                   | 6   | 10,138 | 2,209 | 4,589 | 6,819 | 18,238 | 62,618 |
|                   | 6,5 | 10,019 | 1,969 | 5,094 | 5,269 | 17,905 | 70,572 |

|                   |     |       |       |       |       |        |        |
|-------------------|-----|-------|-------|-------|-------|--------|--------|
|                   | 5,5 | 8,381 | 2,413 | 3,475 | 8,775 | 19,053 | 53,945 |
| MSC-19<br>BAL SBS | 6   | 8,808 | 2,833 | 3,111 | 7,665 | 19,069 | 59,805 |
|                   | 6,5 | 7,944 | 2,731 | 2,909 | 6,534 | 19,101 | 65,802 |

Fuente: del autor

### Análisis TSR

Los pavimentos flexibles son estructuras que expuestas a condiciones naturales de intemperismo; las mezclas asfálticas al estar compuestas por gravas, arenas y llenante mineral son susceptibles de ser afectadas por la acción del agua, ya que tienden a absorberla o eliminarla dependiendo de la temperatura y humedad que experimenten. Con el propósito de conocer qué tan susceptible es la mezcla MDC-19 dosificada con el lodo asfáltico a la acción de la humedad, se realizó el análisis de TSR siguiendo los procedimientos de la norma ASTM D4867. Para ello se elaboraron 4 especímenes al 6,5 % en peso del lodo para cada prueba, 2 para el grupo en seco y 2 para el grupo en húmedo (saturación parcial y acondicionamiento en agua); las condiciones de temperatura y mezclado fueron las mismas que para las probetas de los ensayos Marshall anteriores, excepto que en este caso la compactación fue mecánica y no manual. El número de golpes fue de 39 y no 75 para poder asegurar el rango de porcentaje de vacíos. En la Figura 65 se aprecia los procesos de mezclado, compactación, medidas espaciales y de peso.

**Figura 65**

*Elaboración de probetas para ensayo TSR*



Los especímenes del grupo en húmedo se dejaron a saturación al vacío e inmersión en agua por 24 horas a 60 °C; se fallaron en la máquina multiensayos y se analizó la rotura de cada probeta, Figura 66.

**Figura 66**

*Procedimiento para realizar el análisis TSR*



En la tabla 71 se dan todos los resultados obtenido del ensayo TSR.

**Tabla 71**

*Resultados del ensayo TSR*

| Propiedades   | Grupo húmedo |         | Grupo seco |         |
|---|--------------|---------|------------|---------|
|   | 1            | 2       | 3          | 4       |
| <b>Número briquetas</b>                               | 1            | 2       | 3          | 4       |
| <b>Diámetro (mm)</b>                                  | 101,6        | 101,6   | 101,6      | 101,6   |
| <b>Altura (mm)</b>                                    | 63,1         | 63,2    | 63,6       | 64,3    |
| <b>A: peso seco (gramos)</b>                          | 1.237,4      | 1.230,9 | 1.242,8    | 1.245,9 |
| <b>B: peso SSS (gramos)</b>                           | 1.245        | 1.238   | 1.252,3    | 1.253,6 |
| <b>C: peso en agua (gramos)</b>                       | 725,5        | 720,2   | 723,5      | 730     |
| <b>D: volumen (B-C) (cm3)</b>                         | 519,5        | 517,8   | 528,8      | 523,6   |
| <b>E: temperatura (°C)</b>                            | 25           |         |            |         |
| <b>F: factor de corrección por temperatura</b>        | 1            |         |            |         |
| <b>G: gravedad específica bulk (A/D)*F</b>            | 2,382        | 2,377   | 2,350      | 2,379   |
| <b>H: gravedad específica máxima teórica</b>          | 2,539        | 2,539   | 2,539      | 2,539   |
| <b>I: % de vacíos con aire</b>                        | 6,187        | 6,374   | 7,435      | 6,282   |
| <b>J: volumen de vacíos con aire</b>                  | 32,1         | 33      | 39,3       | 32,9    |
| <b>Acondicionamiento mediante saturación al vacío</b> |              |         |            |         |
| <b>M: peso SSS (gramos)</b>                           | 1.256,5      | 1.252,4 |            |         |
| <b>N: peso en agua (gramos)</b>                       | 738,3        | 736,8   |            |         |
| <b>O: volumen (M-N) (cm3)</b>                         | 518,2        | 515,6   |            |         |

|  |         |         |       |       |
|--|---------|---------|-------|-------|
| <b>P: volumen agua absorbida (M-A)</b><br>(cm <sup>3</sup> ) | 19,1    | 21,5    |       |       |
| <b>Q: % de saturación</b>                                    | 59,4    | 65,1    |       |       |
| <b>R: % de expansión</b>                                     | -0,3    | -0,4    |       |       |
| <b>Acondicionamiento bajo inmersión 24 horas a 60 °C</b>     |         |         |       |       |
| <b>S: altura después de inmersión (mm)</b>                   | 63,39   | 63,52   |       |       |
| <b>T: peso SSS (gramos)</b>                                  | 1.268,5 | 1.262,1 |       |       |
| <b>U: peso en agua (gramos)</b>                              | 738,4   | 736,5   |       |       |
| <b>V: volumen (T-U) (cm<sup>3</sup>)</b>                     | 530,1   | 525,6   |       |       |
| <b>W: volumen agua absorbida (T-A)</b><br>(cm <sup>3</sup> ) | 31,1    | 31,2    |       |       |
| <b>X: % saturación</b>                                       | 96,8    | 94,5    |       |       |
| <b>Y: % de expansión</b>                                     | 2       | 1,5     |       |       |
| <b>Esfuerzo de tracción</b>                                  |         |         |       |       |
| <b>Carga (N)</b>   | 2.690   | 2.500   | 2.800 | 2.700 |
| <b>Resistencia a la tracción (kPa)</b>                       | 267,1   | 248     | 276,1 | 263,1 |
| <b>Resistencia promedio húmedas (kPa)</b>                    | 257,5   |         |       |       |
| <b>Resistencia promedio secas (kPa)</b>                      | 269,6   |         |       |       |
| <b>Relación de esfuerzos a tracción (%)</b>                  | 95,5    |         |       |       |

Fuente: del autor

## Análisis Ambiental

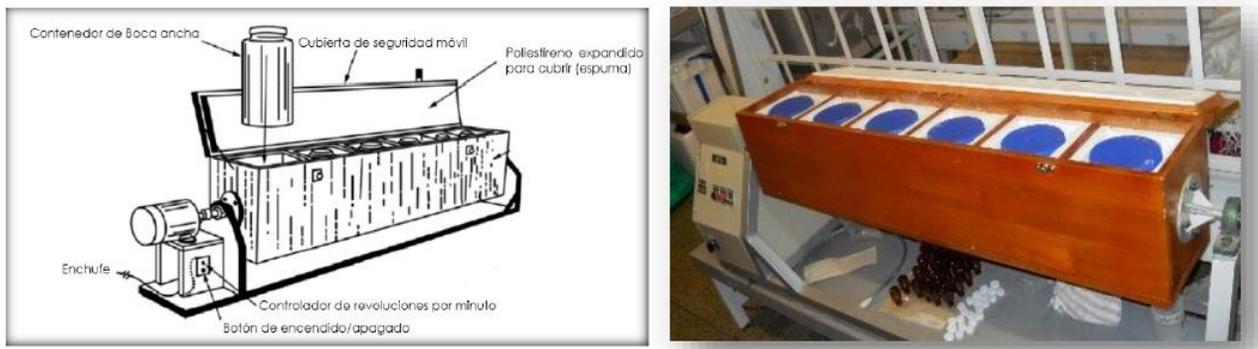
Las materias primas utilizadas en la formulación de los productos en este trabajo son mayoritariamente residuos industriales. En este sentido, su potencial incorporación en un nuevo producto implicaría plantear una estrategia de valorización y el cierre de ciclos de sustancias que han sido calificadas como nocivas para el medio ambiente, tales como los aceites quemados de motor, vegetales y polímeros de desecho.

Por lo anteriormente expuesto, es importante realizar análisis ambiental a las mezclas asfálticas en caliente que contienen los nuevos productos obtenidos en esta investigación y establecer si representan algún riesgo ambiental. Para ello se empleó una metodología de análisis de los lixiviados de las mezclas asfálticas en caliente tanto del lodo como el ligante.

El proceso de lixiviación se realiza por extracción sólido-líquido de acuerdo con la metodología establecida en la norma ASTM D3987 [119] en una cámara dinámica de lixiviación, Figura 67.

## Figura 67

### *Cámara dinámica de lixiviación*



Las mezclas asfálticas dosificadas con los productos desarrollados: lodo y ligante 11 fueron sometidas al proceso de lixiviación depositando 100 gramos de cada muestra de mezcla asfáltica suelta en los frascos dispuestos para ello con adición de 2000 ml de agua destilada y desionizada. El sistema se dejó en agitación continua por 18 horas, Figura 68.

## Figura 68

### *Proceso de lixiviación de las mezclas asfálticas dosificadas con lodo y ligante 11*



Al final del periodo de agitación el sistema se dejó en reposo durante 10 minutos. Posteriormente cada muestra fue filtrada al vacío para separar partículas sólidas y obtener un líquido clarificado al cual se le determinaron los parámetros fisicoquímicos Demanda Química de Oxígeno DQO, Demanda Bioquímica de Oxígeno DBO y contenido de metales: aluminio, hierro, magnesio y vanadio. Se empleó agua destilada y desionizada como blanco; se empleó la resolución

0631 de 2015 del Ministerios de Ambiente y Desarrollo Sostenible para los valores de referencia de estos parámetros. En la Tabla 72 se presentan los resultados del análisis de lixiviados.

**Tabla 72**

*Resultados del análisis de lixiviados*

| <b>Muestra</b>         | <b>Parámetro</b> | <b>Método de referencia</b>                            | <b>Resultado</b>          | <b>Incertidumbre, ±</b> | <b>Valor referencia, Resolución 0631 de 2015 art 8</b> |
|------------------------|------------------|--|---------------------------|-------------------------|--|
| <b>Blanco</b>          | DQO              | SM 5220<br>D*; Ed 23.<br>2017                          | -                         | -                       | 180  |
|                        | DBO              | SM 5210<br>D; Ed 23,<br>2017                           | -                         | -                       | 90   |
|                        | Aluminio         | SM 3030<br>E, 3030 F<br>y 3120 B,<br>Ed. 23 de<br>2017 | < 0,100 mg Al/L           | 0,013                   | Análisis y reporte                                     |
|                        | Hierro           | SM 3030<br>E, 3030 F<br>y 3120 B,<br>Ed. 23 de<br>2017 | < 0,100 mg Fe/L           | 0,013                   | Análisis y reporte                                     |
|                        | Magnesio         | SM 3030<br>E, 3030 F<br>y 3120 B,<br>Ed. 23 de<br>2017 | < 0,750 mg Mg/L           | 0,084                   | Análisis y reporte                                     |
|                        | Vanadio          | SM 3030<br>E, 3030 F<br>y 3120 B,<br>Ed. 23 de<br>2017 | < 0,0075 mg V/L           | 0,0009                  | Análisis y reporte                                     |
| <b>Lixiviados lodo</b> | DQO              | SM 5220<br>D; Ed 23.<br>2017                           | 75,3 mg O <sub>2</sub> /L | 14,1                    | 180  |
|                        | DBO              | SM 5210<br>D; Ed 23,<br>2017                           | 47,0 mg O <sub>2</sub> /L | 2,9                     | 90   |
|                        | Aluminio         | SM 3030<br>E, 3030 F<br>y 3120 B,                      | 47,57 mg Al/L             | 6,17                    | Análisis y reporte                                     |

|                                  |          |  |                           |       |                    |
|----------------------------------|----------|--|---------------------------|-------|--------------------|
|                                  |          | Ed. 23 de<br>2017                                      |                           |       |                    |
|                                  | Hierro   | SM 3030<br>E, 3030 F<br>y 3120 B,<br>Ed. 23 de<br>2017 | 51,04 mg Fe/L             | 6,51  | Análisis y reporte |
|                                  | Magnesio | SM 3030<br>E, 3030 F<br>y 3120 B,<br>Ed. 23 de<br>2017 | 15,19 mg Mg/L             | 1,7   | Análisis y reporte |
|                                  | Vanadio  | SM 3030<br>E, 3030 F<br>y 3120 B,<br>Ed. 23 de<br>2017 | 0,114 mg V/L              | 0,013 | Análisis y reporte |
|                                  | DQO      | SM 5220<br>D; Ed 23.<br>2017                           | 86,1 mg O <sub>2</sub> /L | 16,1  | 180                |
|                                  | DBO      | SM 5210<br>D; Ed 23,<br>2017                           | 22,0 mg O <sub>2</sub> /L | 1,4   | 90                 |
|                                  | Aluminio | SM 3030<br>E, 3030 F<br>y 3120 B,<br>Ed. 23 de<br>2017 | 19,76 mg Al/L             | 2,56  | Análisis y reporte |
| <b>Lixiviados<br/>ligante 11</b> | Hierro   | SM 3030<br>E, 3030 F<br>y 3120 B,<br>Ed. 23 de<br>2017 | 19,14 mg Fe/L             | 2,44  | Análisis y reporte |
|                                  | Magnesio | SM 3030<br>E, 3030 F<br>y 3120 B,<br>Ed. 23 de<br>2017 | 9,60 mg Mg/L              | 1,08  | Análisis y reporte |
|                                  | Vanadio  | SM 3030<br>E, 3030 F<br>y 3120 B,<br>Ed. 23 de<br>2017 | 0,065 mg V/L              | 0,008 | Análisis y reporte |

\*SM: Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater.

## **Análisis de Intemperismo Acelerado**

Una alternativa para evaluar el desempeño de un material en el tiempo es someterlo a condiciones extremas de intemperismo, para lo cual existen cámaras de envejecimiento acelerado QUV en las que es posible simular y controlar condiciones como radiación UV, temperatura y humedad relativa, lo que garantiza la repetitividad y evaluación a diferentes tiempos de exposición. Además, teóricamente se puede determinar el tiempo necesario de exposición en cámara que simule una cantidad de irradiancia total acumulada correspondiente a la recibida en forma natural en un periodo de tiempo determinado [162].

Para estimar el desempeño de los productos desarrollados en el tiempo teniendo en cuenta las consideraciones anteriores, se realizaron ensayos de intemperismo acelerado empleando una cámara de envejecimiento QUV y los métodos propuestos en la norma ASTM D4799/D4799M-17 y ASTM D4799/D4799M-17. Para ello se elaboraron probetas MDC-19 con el lodo, MDC-19 y MSC-19 con el ligante 11. Se dispusieron las probetas en la cámara de intemperismo acelerado y se dejaron por un tiempo de 216 horas, Figura 69. Posteriormente se determinaron la estabilidad y flujo Marshall.

### **Figura 69**

*Procedimientos para el análisis de intemperismo acelerado en mezclas asfálticas aditivadas con los productos obtenidos*



Una vez finalizada la exposición en cámara QUV se retiraron las probetas y se realizó el ensayo Marshall en cada una. En la Tabla 73 se presentan los valores estabilidad, flujo y su relación; y en las Figuras 70, 71 y 72 las curvas de estabilidad versus flujo.

**Tabla 73**

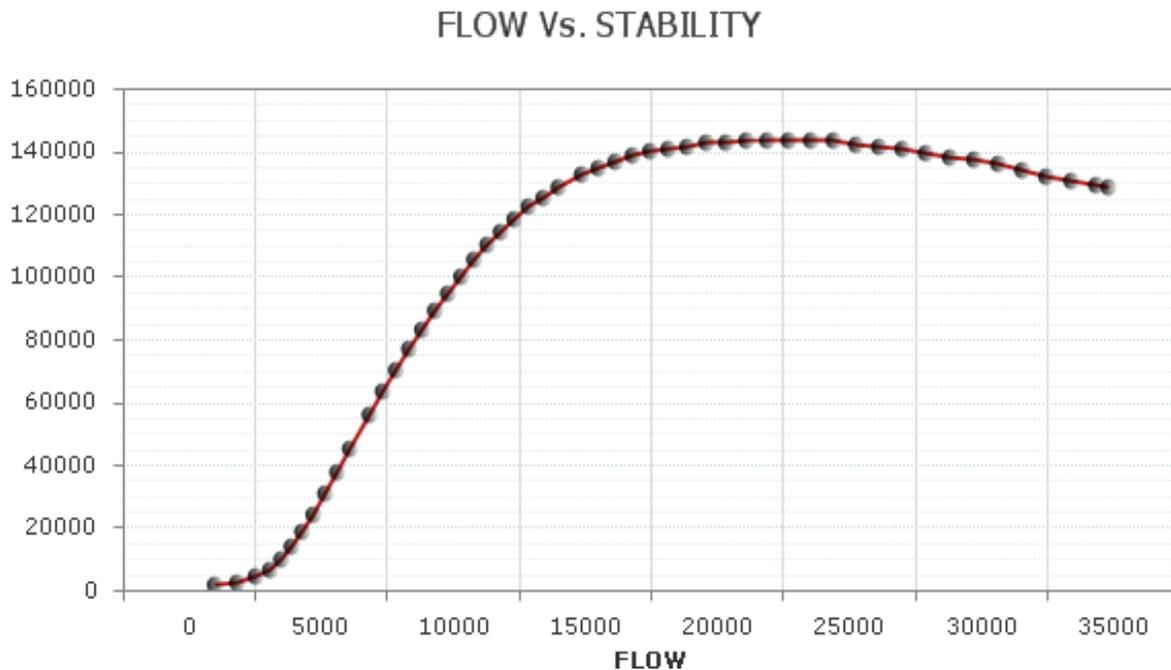
*Resultados para estabilidad y flujo de probetas sometidas a envejecimiento acelerado*

| <b>Ligante</b>    | <b>Tipo de probeta</b> | <b>Estabilidad, kN</b> | <b>Flujo, mm</b> | <b>Relación Estabilidad/flujo, kN/mm</b> |
|-------------------|------------------------|------------------------|------------------|--|
| <b>Lodo</b>       | MDC-19                 | 14,367                 | 2,397            | 5,994                                    |
| <b>Ligante 11</b> | MDC-19                 | 14,081                 | 2,962            | 4,754                                    |
| <b>Ligante 11</b> | MSC-19                 | 13,953                 | 2,554            | 5,463                                    |

Fuente: del autor

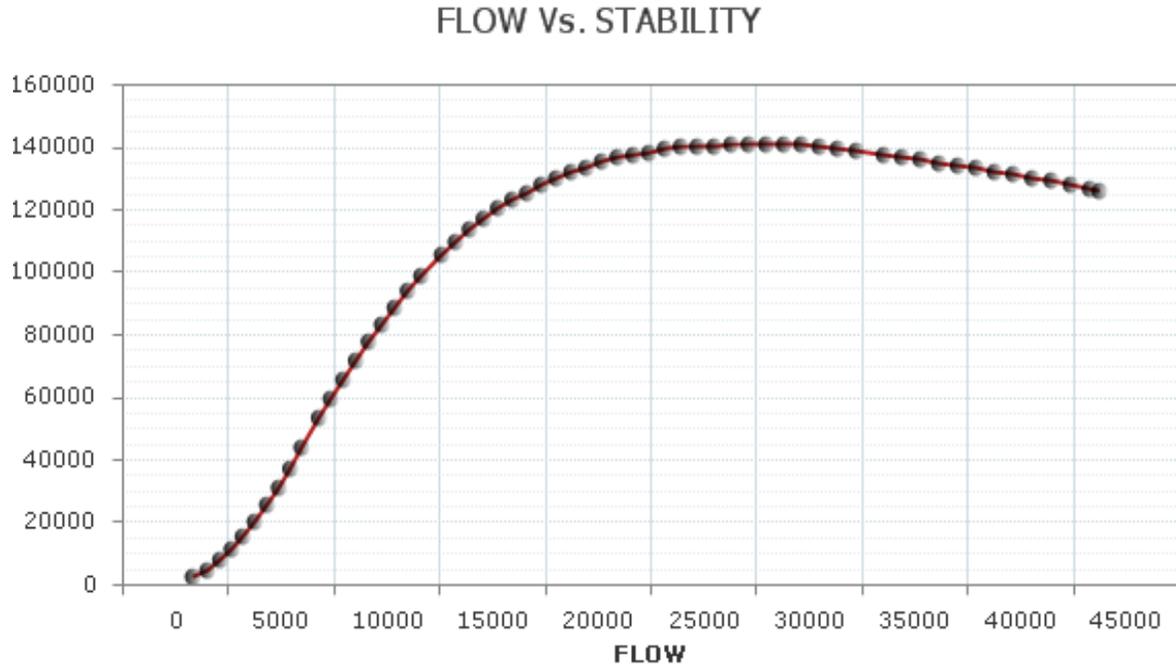
**Figura 70**

*Curva de estabilidad vs flujo para la MDC-19 con lodo 11*

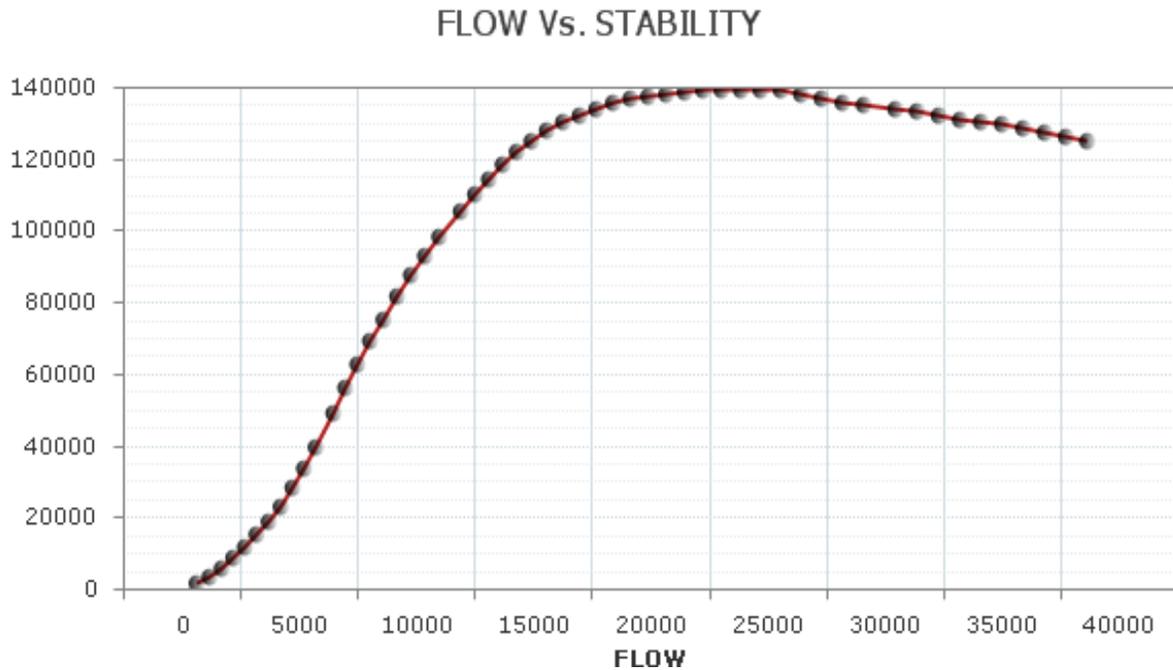


**Figura 71**

*Curva de estabilidad vs flujo para la MDC-19 con ligante 11*



**Figura 72** *Curva de estabilidad vs flujo para la MSC-19 con ligante 11*



### ***Factor de Aceleración***

Se define el factor de aceleración (FA) como la equivalencia numérica entre el periodo en condiciones de intemperismo acelerado y el periodo bajo condiciones de intemperismo natural en que es sometido un material determinado. Para calcularlo de manera teórica se relacionan la irradiación UV recibida por las muestras en la cámara de intemperismo acelerado y la irradiación UV recibida en condiciones de intemperismo natural [163]. Para calcular el FA teórico se tienen en cuenta las siguientes condiciones:

- El ciclo F (ASTM G154 Cycle6) fue seleccionado en la cámara y consta de 8 horas de radiación UV y 4 horas de condensación a un 100% de humedad relativa.
- La irradiancia aplicada en la cámara es de 1,55 W/m<sup>2</sup>nm que a 340 nm equivalen a 5271,55 W/m<sup>2</sup>.
- Según los datos de Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales IDEAM, el promedio de radiación en Medellín en los últimos 4 años es de 4375,6 Wh/m<sup>2</sup>. Únicamente el 7% de la energía emitida por el sol corresponde a radiación UV, por tanto en Medellín se tiene una radiación UV de aproximadamente 306,29 Wh/m<sup>2</sup> por día.

Teniendo en cuenta las anteriores consideraciones se obtiene un  $FA_{teórico}=27,5:1$ ; lo que indica que una hora de intemperismo acelerado es equivalente a 27,5 horas de intemperismo natural. Se debe tener en cuenta que el cálculo teórico del FA en este caso es una aproximación que solo relacionó los efectos de la radiación UV y no se contemplaron los posibles efectos de combinar otros factores de intemperismo como la temperatura y humedad. Por tanto, el periodo aproximado de intemperismo natural simulado fue de 8 meses y 25 días.

## Capítulo 8. Análisis Económico: Estudio de Caso Puerto Caicedo, Putumayo, Colombia

Con el propósito de poder establecer un criterio que indique la viabilidad económica de los productos desarrollados, se realizó un análisis que consistió en comparar los costos económicos asociados a la intervención de 5,3 km de una vía con una emulsión asfáltica en frío y con el lodo asfáltico desarrollado en esta investigación. Los datos del análisis para la emulsión asfáltica son reales, mientras que, para el lodo formulado son estimados.

El tramo de vía seleccionado para este estudio se encuentra ubicado en área rural del municipio de Puerto Caicedo, departamento de Putumayo, Colombia. Es una zona alejada de grandes ciudades y centros industriales del país; lo que implica que cualquier proyecto de mejoramiento de sus vías presenta costos importantes inherentes al transporte de productos asfálticos desde el lugar que se producen hasta el sitio de aplicación. Para este caso particular, se consideró que tanto la emulsión asfáltica como el lodo provienen del complejo petrolero de Barrancabermeja, ciudad situada al norte del país, Figura 73.

### Figura 73

*Ubicación proyecto caso de estudio*

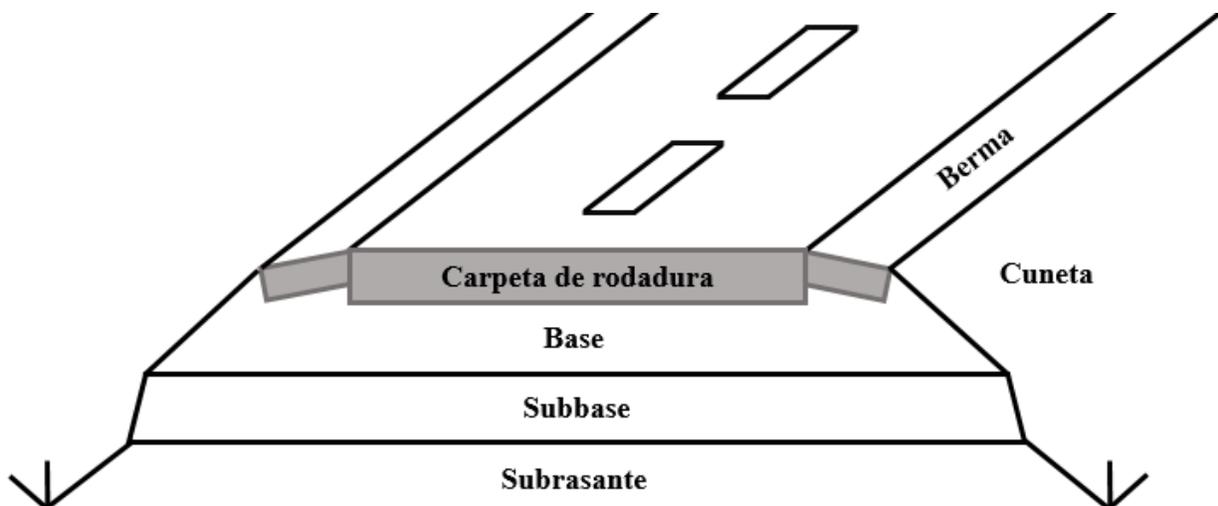


El pavimento es la capa o base que constituye el suelo de una construcción o de una superficie no natural. En ingeniería civil, se considera como pavimento a la capa de materiales que se colocan sobre el terreno natural, para aumentar su resistencia y servir para la circulación de personas o vehículos. Consiste en un sistema de capas comprendidas entre la subrasante y la superficie de rodamiento de una obra vial; su finalidad es proporcionar una superficie de rodadura lisa y uniforme sobre la cual los vehículos puedan pasar con seguridad en todas las condiciones climáticas durante el período de rendimiento específico del pavimento: resistente al tránsito, al intemperismo producido por los agentes naturales y a cualquier otro agente perjudicial [164].

De manera general, por sus capas superiores y superficie de rodadura, los pavimentos pueden ser clasificados en pavimentos flexibles, rígidos, semirrígidos y articulados. Una estructura de pavimento flexible está formada por una capa bituminosa apoyada generalmente sobre dos capas no rígidas: la base y la subbase, que transmiten los esfuerzos al terreno de soporte o fundación mediante un mecanismo de disipación de tensiones, las cuales van disminuyendo con la profundidad [165]. En la Figura 74 se aprecia una estructura típica de un pavimento flexible; las capas se extienden y compactan sobre la subrasante, pudiendo tener además otras capas dependiendo del sitio de la construcción [166].

#### **Figura 74**

*Estructura típica de un pavimento flexible (Adaptada de: [166])*



Para el análisis de costos, tanto el lodo formulado como la emulsión en frío conforman en cada caso analizado la capa superficial o carpeta asfáltica.

En la Tabla 74 se presentan los costos del proceso constructivo de la carpeta de rodadura empleando emulsión. Los precios corresponden a valores típicos de obra para el departamento de Putumayo, año 2020.

**Tabla 74**

*Costos relacionados con la carpeta asfáltica por m<sup>3</sup> empleando emulsión en frío*

| Componente/Actividad      | Descripción  | COSTO          |                |
|---------------------------|--|----------------|----------------|
|                           |  | COP            | USD            |
| <b>Equipos</b>            | Camión cisterna, vibro compactador, motoniveladora, herramienta menor, retroexcavadora | 30.415         | 7,962          |
|                           | Material de base   | 80.000         | 20,942         |
| <b>Materiales de obra</b> | Cemento Portland   | 20.300         | 5,314          |
|                           | Emulsión CRL-1h  | 302.418        | 79,167         |
| <b>Transporte</b>         | Material de base   | 39.000         | 10,209         |
| <b>Mano de obra</b>       | Obreros  | 4.440          | 1,162          |
| <b>TOTAL</b>              |  | <b>476.573</b> | <b>124,757</b> |

\*TRM para Colombia 2020: 3.570 pesos colombianos por dólar estadounidense

Se emplean 159 litros de emulsión asfáltica en frío tipo CRL-1 por m<sup>3</sup> de carpeta asfáltica, de los cuales el 57 % corresponde a asfalto residual; es decir, 90,63 litros. Fueron necesarios 4.770 m<sup>3</sup> de carpeta asfáltica, de los cuales aproximadamente el 63 % corresponden a la emulsión, Tabla 74 materiales de obra, por lo que se emplearon en total alrededor de 432.305,1 litros de asfalto. Este valor se tomó como base de cálculo para estimar la cantidad del lodo que se necesitaría para este proyecto.

En la Tabla 75 se enlistan los valores para la densidad del lodo (norma INV E-707). Con el volumen de referencia y la densidad del lodo se calculó la masa total estimada requerida.

**Tabla 75***Cálculo estimado de lodo asfáltico para el proyecto*

| <b>Parámetro</b>                             | <b>Magnitud</b> |
|--|-----------------|
| <b>Densidad agua 25 °C, kg/m<sup>3</sup></b> | 997,130         |
| <b>Densidad relativa lodo</b>                | 1,002           |
| <b>Densidad lodo, kg/m<sup>3</sup></b>       | 999,124         |
| <b>Volumen lodo, l</b>                       | 432.305,100     |
| <b>Volumen lodo, m<sup>3</sup></b>           | 432,305         |
| <b>Masa lodo, kg</b>                         | 431.926,413     |

Con base en 431.926 toneladas de lodo que se requerirían para este proyecto, se estiman los costos de cada componente involucrado en la producción de 1kg de lodo asfáltico. Tabla 76.

**Tabla 76***Costos asociados a los componentes para la producción de 1 kg de lodo*

| <b>Componente</b>    | <b>Costo/kg</b> |            | <b>% En la formulación 11</b> | <b>Costo en la formulación de 1 kg</b> |            |
|----------------------|-----------------|------------|-------------------------------|--|------------|
|                      | <b>COP</b>      | <b>USD</b> |                               | <b>COP</b>                             | <b>USD</b> |
| Gilsonita            | 550             | 0,14       | 45                            | 247,500                                | 0,063      |
| Abase                | 400             | 0,10       | 17                            | 66,000                                 | 0,017      |
| Avegetal             | 4.500           | 1,18       | 10                            | 450,000                                | 0,118      |
| Aditivo comercial    | 3.325           | 0,87       | 25                            | 831,250                                | 0,218      |
| Solvente de petróleo | 2.203           | 0,58       | 4                             | 77,105                                 | 0,020      |
| <b>TOTAL</b>         |                 |            | 100                           | 1.671,855                              | 0,435      |

\*TRM para Colombia 2020: 3.570 pesos colombianos por dólar estadounidense

Teniendo en cuenta solo los componentes del lodo, el costo de su producción sería de 1.671,855 COP/kg. Se debe tener en cuenta además que la fabricación del lodo involucra costos asociados a la reducción del tamaño de la gilsonita y el proceso de mezclado; en la Tabla 77 se muestra un compilado de los valores que fueron calculados en el Capítulo 5.

**Tabla 77***Costos de los procesos de reducción de tamaño y mezclado de la gilsonita (Capítulo 5)*

| Proceso                              | Costo/kg |                      |
|--------------------------------------|----------|----------------------|
|                                      | COP      | USD                  |
| <b>Reducción de tamaño gilsonita</b> | 21,84    | 5,6*10 <sup>-3</sup> |
| <b>Mezclado</b>                      | 344,02   | 0,087                |

\*TRM para Colombia 2020: 3.570 pesos colombianos por dólar estadounidense

En la Tabla 78 se indican las cantidades requeridas de cada componente para producir el lodo necesario de reemplazo del asfalto residual de la emulsión.

**Tabla 78***Cantidad de componentes necesaria para la producción del lodo requerida en el proyecto*

| Componente                  | Cantidad requerida para el proyecto, kg | Cantidad requerida para el proyecto, t |
|-----------------------------|---|--|
| <b>Gilsonita</b>            | 194.366,886                             | 194,367                                |
| <b>Abase</b>                | 71.267,858                              | 71,268                                 |
| <b>Avegetal</b>             | 43.192,641                              | 43,193                                 |
| <b>Aditivo comercial</b>    | 107.981,603                             | 107,982                                |
| <b>Solvente de petróleo</b> | 15.117,424                              | 15,117                                 |
| <b>Lodo asfáltico 11</b>    | 431.926,413                             | 431,926                                |

Fuente: del autor

Una cantidad considerable de cemento portland se utilizó en el proyecto empleando la emulsión, 35 kg por cada m<sup>3</sup> de carpeta. Debido a que el lodo reemplazaría este material para asegurar los 4.770 m<sup>3</sup> de mezcla, tal valor debe ser considerado en los cálculos. De esta manera la cantidad de lodo total requerido se da en la Tabla 79.

**Tabla 79***Cantidad de lodo requerido para reemplazar asfalto residual y cemento de la emulsión*

| <b>Lodo requerido para reemplazar asfalto residual kg</b> | <b>Cemento Portland, kg</b> | <b>Lodo total requerido, kg</b> | <b>Lodo total requerido, t</b> |
|---|-----------------------------|---------------------------------|--------------------------------|
| 431.926,413   | 166.950                     | 598.876,413                     | 598,876                        |

A continuación se determinaron los costos de cada componente y los procesos de molienda y agitación. Se debe tener en cuenta que la molienda solo se lleva sobre el 45% de la masa del lodo asfáltico; es decir, 269.494,386 kg de gilsonita. Mientras que la agitación sí se realiza a la mezcla completa. En la Tabla 80 se presentan los resultados obtenidos.

**Tabla 80***Costos totales por componentes y procesos*

| <b>Componente</b>    | <b>Cantidad requerida para el proyecto, kg</b> | <b>Cantidad requerida para el proyecto, t</b> | <b>Costo/kg</b>          |                    |
|----------------------|--|---|--------------------------|--------------------|
|                      |  |   | <b>COP</b>               | <b>USD</b>         |
| Gilsonita            | 269.494,386                                    | 269,494                                       | 148.221.912,218          | 38.801,548         |
| Abase                | 98.814,608                                     | 98,815  | 39.525.843,258           | 10.347,079         |
| Avegetal             | 59.887,641                                     | 59,888  | 269.494.385,850          | 70.548,269         |
| Aditivo comercial    | 149.719,103                                    | 149,719                                       | 497.816.018,306          | 130.318,329        |
| Solvente de petróleo | 20.960,674                                     | 20,961  | 46.176.365,824           | 12.088,054         |
| Molienda             | -  | -   | 5.885.757,387            | 1.540,774          |
| Agitación            | -  | -   | 206.025.463,600          | 53.933,367         |
| <b>TOTAL</b>         | <b>598.876,413</b>                             | <b>598,876</b>                                | <b>1.213.145.746,443</b> | <b>317.577,421</b> |

\*TRM para Colombia 2020: 3.570 pesos colombianos por dólar estadounidense

Asumiendo una dosificación del 5,5 % de asfalto en la mezcla se puede llegar a una aproximación de la cantidad de mezcla necesaria. En el mercado las plantas mezcladoras de asfalto manejan un rango promedio de consumo de combustible de aproximadamente 6 kg de aceite Diésel por tonelada de mezcla en caliente. En la Tabla 81 se muestran los resultados para el total de Diésel necesario en el proceso de mezclado de agregados con el lodo.

**Tabla 81***Cantidad y costo de combustible requerido para la mezcla asfáltica en caliente*

| Masa<br>carpeta, t | Diésel<br>kg/t | Masa<br>Diésel<br>necesario<br>kg | Densidad<br>Diésel<br>kg/m <sup>3</sup> | Volumen<br>Diésel<br>necesario<br>m <sup>3</sup> | Diésel<br>necesario<br>gal | Costo       |            |
|--------------------|----------------|-----------------------------------|---|--|----------------------------|-------------|------------|
|                    |                |                                   |   |  |                            | COP         | USD        |
| 10.887             | 6              | 65.322                            | 850                                     | 76,849   | 20.301,358                 | 176.053.376 | 46.087,271 |

\*TRM para Colombia 2020: 3.570 pesos colombianos por dólar estadounidense

Finalmente, se debió recalculer el volumen del lodo total requerido en galones para determinar el costo del transporte. El volumen total es menor que en el caso de la emulsión debido a que el lodo no contempla agua en su formulación, Tabla 82.

**Tabla 82***Lodo requerido en galones*

| Lodo total<br>requerido kg | Densidad<br>lodo kg/m <sup>3</sup> | Volumen gal | Costo envío/gal |            |
|----------------------------|------------------------------------|-------------|-----------------|------------|
|                            |                                    |             | COP             | USD        |
| 598.876,413                | 999,124                            | 158.344,992 | 236.567.418     | 61.928,643 |

\*TRM para Colombia 2020: 3.570 pesos colombianos por dólar estadounidense

En la Tabla 83 se presenta el comparativo de los costos del proyecto con emulsión asfáltica en frío y el lodo asfáltico desarrollado en esta investigación. Para los valores de los ítems operativos y de administración, aun cuando obedecen al proyecto en particular, entidades y empresas involucradas, se tomaron los porcentajes típicos de un proyecto de obra en el país.

**Tabla 83***Resumen comparativo de costos entre el uso de emulsión en frío y el lodo asfáltico desarrollado*

| <b>Descripción ítem</b>         | <b>Proyecto Puerto Caicedo, Putumayo</b> |                   |
|---------------------------------|--|-------------------|
|                                 | <b>Emulsión en frío</b>                  | <b>Lodo</b>       |
| <b>Costos técnicos</b>          | 6.384.282.320,400                        | 5.540.886.034,291 |
| <b>Administración 22 %</b>      | 1.404.542.110,488                        | 1.218.994.927,544 |
| <b>Imprevistos 3 %</b>          | 191.528.469,612                          | 166.226.581,029   |
| <b>Utilidad 5 %</b>             | 319.214.116,020                          | 277.044.301,715   |
| <b>Interventoría 6,5 %</b>      | 414.978.350,826                          | 360.157.592,229   |
| <b>Gestión ambiental 6,28 %</b> | 401.023.700,000                          | 401.023.700,000   |
| <b>TOTAL COP</b>                | 9.115.569.067,346                        | 7.964.333.136,807 |
| <b>TOTAL USD</b>                | 2.363.916,431                            | 2.065.369,460     |
| <b>Diferencia</b>               | COP 1.151.235.930,539 (USD 298.546,971)  |                   |

\*TRM para Colombia 2020: 3.570 pesos colombianos por dólar estadounidense

## Capítulo 9. Análisis de Resultados

El análisis de resultados se hará por etapas debido a que cada una de ellas tiene un espectro de ensayos y derivaciones propias.

### Lodo y ligantes asfálticos

La formulación del lodo inició con la caracterización de cada uno de sus componentes. La primera etapa de este trabajo fue conocer la naturaleza, estructura y composición de la gilsonita. Los ensayos de composición atómica, FTIR, punto de ablandamiento, punto de inflamación y penetración indicaron que la gilsonita empleada en este estudio presenta características similares a las gilsonitas reportadas en otras contribuciones, con algunas diferencias propias asociadas a su fuente de origen; como se mencionó, la gilsonita es una especie alóctona de asfalto natural que tiene su origen en el kerógeno sapropélico y por ende los diferentes yacimientos de gilsonita presentan composiciones diversas.

Los ensayos de copa abierta Cleveland y TGA mostraron que es un material con alta estabilidad térmica y que es seguro trabajar con ella a temperaturas relativamente altas, puesto que en la industria asfaltera no son comunes valores por encima de los 200 °C. Luego del fraccionamiento SARA de la gilsonita, fue evidente su alto contenido de asfaltenos (68,84%) por lo que *per se* es un material que no presenta propiedades adecuadas para su empleo como ligante. Sin embargo, esta característica se constituyó en el punto de partida para abordar un nuevo escenario de investigación consistente en mezclarla con otras sustancias de su misma naturaleza química para obtener nuevos productos con propiedades específicas. Con este propósito se seleccionaron compuestos que tuvieran afinidad química con la gilsonita tales como: una resina de petróleo, un solvente de petróleo, un aceite vegetal y un aceite base, obteniéndose resultados aceptables de estabilidad y flujo Marshall.

En una siguiente etapa se cambió la resina por un aditivo comercial obedeciendo a consideraciones económicas, puesto que el costo por kilogramo de la resina es aproximadamente tres veces más que el aditivo; además, los resultados en estabilidad y flujo fueron mejores. Los espectros FTIR de cada componente mostraron su afinidad química con la gilsonita, ya que muchas de sus bandas de absorción son señales indicativas de enlaces químicos presentes en las familias

de hidrocarburos; el análisis del estado del arte además mostró el gran potencial de estas sustancias para su uso como modificadores de asfaltos.

El termograma del aceite vegetal, del solvente de petróleo, del aditivo comercial y del aceite base dio indicios sobre la composición que tendría el lodo. Las temperaturas de descomposición fueron: aceite vegetal 395,85 °C, aceite base 347,31 °C, aditivo comercial 316,62 °C y solvente de petróleo 197,45 °C; con esos datos y teniendo en cuenta las temperaturas comunes de mezclado y compactación de mezclas ( $170 \pm 5$  °C) se establecieron rangos para el porcentaje de cada componente en la formulación. Bajo esta premisa, se encontró que el solvente de petróleo debería estar en menor porcentaje debido a que según su termograma y temperatura de descomposición es muy susceptible a descomponerse y generar vapores a temperaturas por encima de los 110 °C. De esta manera se establecieron los componentes que harían parte de la formulación y los porcentajes límites en masa en el lodo.

Una vez establecidos los componentes del lodo se realizó un diseño de experimentos de mezclas para encontrar la fórmula de trabajo para el lodo. El software estadístico dio un total de 12 fórmulas probables cuyas variables de salida fueron la estabilidad y flujo Marshall. Ensayos como penetración, punto de ablandamiento o PG no eran posibles por su consistencia líquida y fluida a condiciones ambientales. La formulación 11 fue la que presentó mejores características y se seleccionó para continuar en las siguientes etapas de la investigación.

Se propuso además una formulación denominada como “Balanceada” en la que se disminuyó el contenido de aditivo comercial y se aumentó el de aceite base para disminuir costos, dado que el primero es más costoso que el segundo. Los resultados de viscosidad rotacional de ambas formulaciones y cada componente de la mezcla, excepto para la gilsonita, mostraron que los lodos se ven fuertemente influenciados por la viscosidad del aditivo comercial que fue el que presentó mayor consistencia espesa. En la Tabla 44 se evidencia que la viscosidad con el tiempo presenta una tendencia a aumentar, probablemente por interacciones químicas entre los componentes del lodo; esto es, una especie de peptización de los asfaltenos. En cuanto a la destilación de los lodos formulados, los porcentajes de pérdida fueron bajos y no se logró condensar una muestra considerable de vapores lo que indica que hasta 160 °C el lodo es estable; la pequeña cantidad de muestra que se condensó en la trampa de vapores, quizá se debió al solvente de petróleo. Este resultado es un indicativo de que los valores establecidos para los porcentajes en masa de los componentes en cada formulación fueron adecuados; de haberse generado una cantidad

considerable de vapores y condensados sería un aspecto crítico para la implementación del proceso a mayor escala, ya que sería un problema técnico, de salud y ambiental.

El proceso de calentamiento y agitación del lodo logró la conversión en ligante produciendo un cemento de consistencia similar a la de asfaltos de refinería, es decir, un material viscoelástico y “moldeable” en condiciones ambientales. A diferencia del lodo, en este caso sí se pudieron realizar ensayos de caracterización convencionales. El punto de ablandamiento para el ligante 11 fue de 77 °C, un valor alto si se considera que para los asfaltos convencionales suele estar alrededor de los 50 °C, pero aceptable teniendo en cuenta que el de la gilsonita fue de 214±5 °C lo que implicó una reducción de aproximadamente 140 °C. Con este resultado como referencia se presumía un valor de penetración bajo; contrario a ello se obtuvo un resultado de 220 milésimas de milímetro, ya que se esperaba una matriz sólida que presentara mayor resistencia a la presión de la aguja.

La curva de viscosidad rotacional para el ligante dio valores muy elevados; por ejemplo a 175 °C dio 3.720 cP, un valor muy similar a la del lodo de 3.007 cP. En este punto fue evidente que disminuir la viscosidad del lodo traería implicaciones directas en la del ligante. Finalmente, el grado de desempeño para el ligante mostró que se comportaría como un cemento con PG 88-22; comportamiento que resultó ser muy particular aunque esperado, pues indicó que se trata de un ligante apto tanto para altas temperaturas debido a la presencia de la gilsonita, como para bajas temperaturas por la presencia de la matriz líquida aceitosa.

La relación entre el módulo de corte complejo  $G^*$  y el  $\delta$  del ángulo de desfase disminuye a medida que se aumenta la temperatura, pero a los 88 °C se obtiene un valor de 10,88 kPa que asegura el valor límite de 1 kPa para la relación entre esos parámetros. El ángulo de fase para el ligante 11 virgen fue de 44,3° y para el ligante 11 envejecido en película delgada rotatorio 36,1°; concuerda con lo esperado desde la teoría, pues el asfalto envejecido tiende a tener un comportamiento más cercano al estado elástico al perder los componentes que le dan fluidez, pero que al mismo tiempo enriquecen la fase asfáltica. No obstante, ambos resultados son relativamente bajos respecto a los que se encuentran para los asfaltos convencionales, lo cual explica que el PG haya dado en ese rango. El punto de inflamación Cleveland fue de 250 °C que lo cataloga como un material seguro para trabajar en las temperaturas comunes de la industria asfaltera.

El ligante 11 modificado tuvo un punto de ablandamiento de 79 °C, resultado consistente en función de la acción del polímero en la estructura. La penetración de 235 milésimas de milímetro fue un valor un poco más elevado que antes de la modificación; se esperaba un valor menor obedeciendo a que el polímero en presencia de azufre ha debido generar interacciones tipo puentes de azufre para lograr una matriz asfáltica reticulada compleja que diera mayor cohesión entre sus componentes, no obstante, la pérdida de componentes volátiles de la mezcla en el proceso de formulación y modificación del ligante, probablemente afectó el ambiente químico propicio para la reticulación por puentes de azufre.

Los valores de la curva de viscosidad fueron muy elevados y para este caso el comportamiento se asocia a la modificación con polímero SBS. Al igual que en el caso del ligante 11, se obtuvo un PG 88-22. Se aprecia un comportamiento similar al del ligante 11, pues la relación entre el módulo de corte complejo  $G^*$  y el  $\sin \delta$  del ángulo de desfase disminuye a medida que se aumenta la temperatura, pero al llegar a los 88 °C se obtiene un valor de 22,56 kPa que asegura el valor límite de 1 kPa para la relación entre esos parámetros. El ángulo aumenta pero no de manera significativa, pasa de 30,67° en 76 °C a 34,43° en 88 °C. El ángulo de fase para el ligante 11 virgen fue de 41,4° y para el ligante 11 envejecido en película delgada rotatorio 34,43°; como era de esperarse al sufrir el proceso de envejecimiento. El punto de inflamación Cleveland fue 264 °C lo que asegura que se pueda mezclar y compactar en las temperaturas comunes de mezclas asfálticas.

Los resultados hasta aquí obtenidos ofrecieron claridad respecto a que para concebir un ligante y un ligante modificado con menor temperatura máxima en el PG y disminuir la viscosidad, se tendría que disminuir la cantidad de gilsonita en la formulación y/o sustituir el aditivo comercial por otro con una consistencia menos espesa. Además, para lograrlo se requiere un diseño de experimentos de mezclas propio para formular ligantes, ya que en este caso particular los resultados derivaron de la formulación 11 del lodo.

La emulsión asfáltica propuesta se rompió a razón de su baja estabilidad, comportamiento que se atribuye a lo observado en el ensayo de penetración, que se interpreta como una mezcla en que los asfaltenos de la gilsonita no lograron una dispersión estable en el ligante. El ligante al ser calentando pasaba de su estado sólido a líquido y al entrar en contacto con la solución jabonosa se rompía por la poca cohesión de la matriz asfáltica, sufriendo un proceso de coalescencia que generaba dos fases marcadas que se precipitaban al fondo del recipiente.

Los resultados son promisorios y muestran viabilidad técnica para la incorporación del lodo y los ligantes en mezclas asfálticas en caliente. La apuesta metodológica y el uso de residuos aportan a la generación de una tecnología para la obtención de nuevos productos para aplicaciones en infraestructura vial.

### **Mezclas asfálticas**

Entre el lodo de la formulación 11 y los ligantes del lodo 11, balanceada y modificadas con polímero se lograron generar 9 tipos de matrices diferentes para la elaboración de mezclas asfálticas en caliente. Según el Status en la Tabla 61 es claro que los mejores desempeños para un NT3 se lograron en las mezclas con lodo; es decir, se obtuvieron mejores resultados en flujo, estabilidad corregida y la relación entre ambos. Se aprecian datos muy interesantes puesto que las probetas con ligante y ligante modificado muchas no cumplieron para un NT3 pero si para un NT2 y/o NT1; comportamiento que pudo darse por varios factores. El primero es que someter el lodo a un proceso de agitación con temperatura condujo a un proceso de envejecimiento en el que se desmejoran las propiedades ingenieriles del ligante (PG 88-22). Así por ejemplo en el caso de las MSC-19 BAL SBS ninguna cumplió. En cuanto a las probetas con lodo solo una de ellas en la dosificación no cumplió con el flujo mínimo de 2.

Aun cuando con las mezclas con ligantes no se obtuvieron valores adecuados, el hecho de que con el lodo sí se hayan logrado evidencia un comportamiento promisorio para llevar el proceso a una escala mayor, dado que resulta muy conveniente desde el punto de vista técnico y económico que no se requieran procesos de agitación y calentamiento. El análisis se completó con los parámetros volumétricos que se presentan en la Tabla 70, en la que se evidencia que ninguna cumplió con los límites de VAM para un NT3; sin embargo algunas dieron valores muy cercanos al límite permitido como en el caso de la MDC-19 NORMAL 11 dosificación al 6 %. Por otra parte, 5 matrices: MDC-19 NORMAL 11, MDC-19 LIG 11, MSC-19 LIG 11, MSC-19 11 SBS y MSC-19 BAL cumplieron con los Va y VFA. Los VAM representan los vacíos entre partículas del agregado, ninguna de las matrices cumplió con este parámetro volumétrico y por tanto es necesario hacer una corrección a la curva granulométrica. Para tal fin se puede emplear más llenante mineral, lo cual es posible porque los valores usados para conformarla fueron los puntos medios del rango permitido de acuerdo con la Especificaciones Invías, es decir, que sí hay un nivel de ajuste para cualquiera de los tamaños del agregado. Dicha corrección es necesaria para evitar que la mezcla

sea muy permeable al aire y agua, lo que genera endurecimiento del asfalto y desprendimiento prematuro del agregado en la estructura asfáltica.

El ensayo TSR solo se realizó con el lodo atendiendo a los resultados de estabilidad, flujo y análisis volumétrico. La importancia del ensayo a tracción indirecta es que cuantifica la susceptibilidad de la mezcla al agua. En este hubo resultados muy reveladores debido a que el porcentaje de relación de esfuerzos a tracción fue del 95,5 %; un valor bueno y aceptable entendiendo que el mínimo es 80%. Lo que a priori apunta a que las mezclas con lodo presentan gran resistencia a la acción de la humedad. Por otro lado, los resultados de las cargas no fueron los esperados ya que se ubicaron en un rango entre 2.500 a 3.000 N. El número de golpes fue de 39 por cara y no de 75 como en el ensayo Marshall; hecho así para lograr un porcentaje de vacíos entre 6 a 8% y maximizar el daño simulado por el agua en las mezclas. Este cambio probablemente causó los bajos valores de carga obtenidos. De manera general, en las fallas de las probetas se apreciaron áridos con fisuras y algunas partículas sin asfalto; lo primero se puede mejorar con la adición del filler y lo segundo, la adhesividad, con un aditivo. Cabe mencionar que la norma solo exige una relación de esfuerzos mínima de 80%, por lo que bajo esta consideración puede afirmarse que las probetas elaboradas con el lodo cumplen para el TSR; no obstante, no se debe minimizar el bajo desempeño en los resultados de carga.

Un análisis en conjunto de los ligantes y las mezclas asfálticas dan un indicio de que los cementos aquí formulados tienden a poseer un desempeño de asfaltos envejecidos. Sin embargo, se pueden mejorar los resultados con un diseño de optimización de mezclas en las que se fijen otros porcentajes de contribución. Por ejemplo, partir de un rango de 30 % a 45 % de gilsonita y el resto fase fluida, y sustituir el aditivo comercial por uno menos viscoso.

### **Análisis ambiental e intemperismo acelerado**

Los resultados obtenidos para el análisis de metales en los líquidos lixiviados fueron muy cercanos a cero. Se utilizó agua destilada y desionizada como muestra de referencia o blanco con el fin de garantizar que las concentraciones observadas de los metales en las muestras lixiviadas correspondieran netamente a su presencia en el lodo y ligante. No obstante la detección de cantidades mínimas de los metales evaluados en los lixiviados, cabe destacar que estos metales también se encuentran en los suelos de manera natural, por lo que no ofrecen un impacto negativo para el medioambiente.

En cuanto a DBO y DQO ninguna muestra superó los valores límites permisibles por la normativa del país; de hecho, los valores obtenidos fueron muy bajos. De manera general se entiende que entre más altos sean la DBO y DQO mayor es el grado de contaminación del líquido, indicando esto que en este caso no hay impactos negativos en el agua no es significativo.

La biodegradabilidad es un parámetro importante al momento de evaluar el comportamiento ambiental de un material y una propiedad deseable de los productos que pueden ser liberados al medio natural. Mediante el proceso de biodegradación, los microorganismos generalmente transforman los compuestos orgánicos en sustancias menos tóxicas que las originales [167].

Para su evaluación se han diseñado pruebas de biodegradabilidad que tienen como finalidad cuantificar el grado de persistencia de las sustancias en cuestión en los ambientes naturales [168]. En particular para valorar la biodegradabilidad del líquido lixiviado empleando un método inmediato, se emplea la relación DBO5/DQO, en donde las relaciones mayores a 0.4 indican que el medio analizado es biodegradable, aquellas inferiores a 0.2 se consideran no biodegradables y para valores intermedios se adopta la clasificación de moderadamente biodegradable [169]. Los resultados obtenidos de la relación DBO5/DQO para todos los lixiviados de 0.5 indican que son biodegradables, lo que en términos ambientales puede considerarse positivo ya que es un indicativo que el empleo de estos productos no presenta afectaciones por lixiviación.

En las curvas de las Figuras 70, 71 y 72 se pueden observar los resultados del análisis de estabilidad y flujo Marshall después de que las muestras fueron sometidas a condiciones de intemperismo acelerado en cámara QUV; estas curvas son suaves y características para ese ensayo. De acuerdo con los resultados de los factores de aceleración calculados, se simularon aproximadamente 9 meses de condiciones ambientales naturales y se obtuvieron valores de estabilidad y flujo por encima de lo esperado para todas las muestras que continuaron cumpliendo para un NT3. Las consideraciones anteriores indican que el lodo desarrollado genera una estructura asfáltica que presenta durabilidad bajo las condiciones simuladas para las mezclas MDC-19 y MSC-19; todo lo cual ofrece una gran potencialidad técnica y perspectivas de un desarrollo para su evaluación a mayor escala.

### **Análisis Económico: Estudio de Caso Puerto Caicedo, Putumayo, Colombia**

Un aspecto trascendental en la innovación de productos, materiales, procesos y tecnologías en la industria es su viabilidad económica e impacto en el mercado. Si bien un desarrollo tecnológico puede ser viable técnicamente e incluso cumplir aspectos asociados a la normativa particular de un país, la posibilidad de escalamiento a nivel industrial depende del proceso de valuación de la tecnología, teniendo en cuenta los costos de desarrollo, valor de tecnologías similares en el mercado, así como la generación de productividad y competitividad al explotar comercialmente la tecnología [170]. En particular, un estudio de viabilidad económica se centra en evaluar factores económicos del proyecto para determinar su rentabilidad financiera. Por ejemplo, se puede utilizar un análisis de costo beneficio para comparar los costos con los beneficios previstos [171].

Con el propósito de evaluar la posibilidad de avanzar en el desarrollo de los productos desarrollados a mayor escala, se seleccionó como herramienta la comparación de dos tecnologías similares desde el punto de vista económico. De acuerdo con los resultados de este ejercicio mostrados en forma resumida en la Tabla 81, se estimó un costo global más bajo para el uso del lodo con una diferencia de aproximadamente USD 300.000 para la intervención de un tramo de vía de 5,3 km en el municipio de Puerto Caicedo, departamento del Putumayo.

El transporte es un aspecto para resaltar en la tecnología desarrollada con base en el lodo; no requeriría condiciones especiales de temperatura, contrario a lo que sucede con los productos de refinería que son susceptibles de enfriarse por lo que deben ser calentados al momento de su aplicación. En el caso de las emulsiones, estas contienen un gran porcentaje de agua que aumenta considerablemente los volúmenes que deben ser transportados, lo que no sucedería con el lodo con el que además no existiría peligro de rompimiento de la estructura como sí lo presentan las emulsiones.

## Capítulo 10. Conclusiones

La gilsonita es un material con elevado contenido de asfaltenos y consecuentemente un IC relativamente alto. Esta fracción representa la dureza del asfalto y al combinarla con agregados la mezcla resultante será susceptible a la falla por fatiga a bajas temperaturas. De otra parte, su alto punto de ablandamiento y su penetración cero indican que se requiere alcanzar una temperatura muy elevada para que la gilsonita se comporte como un fluido, lo que conlleva costos asociados al consumo energético requerido y limita el espectro de sus aplicaciones.

El uso de la gilsonita *per se* en pavimentos flexibles no resulta ser una aplicación promisoriosa. No obstante, los resultados de esta investigación mostraron que es posible emplear cierto tipo de aditivos que puedan complementar las fracciones malténicas faltantes en la gilsonita. En tal sentido, se estableció una ruta de investigación enmarcada en escenarios de economía circular para el desarrollo de nuevos materiales que involucró el uso de residuos industriales afines y/o de la misma naturaleza química de la gilsonita.

En los ensayos preliminares con mezclas asfálticas los valores de estabilidad resultaron promisorios, y los valores de flujo se ubicaron muy cerca al límite establecido por la normativa nacional y con incidencia directa en la relación de estabilidad/flujo. Bajo estas consideraciones, se establecieron estrategias en el desarrollo de la investigación orientadas al mejoramiento del flujo para obtener más y mejores productos a base de gilsonita; tal fue el caso del cambio de la resina por un aditivo rejuvenecedor.

Para el empleo de la gilsonita en los propósitos establecidos en esta investigación, se requirió un acondicionamiento de tamaño menor a malla 50 o 297  $\mu\text{m}$ . Bajo las condiciones de reducción de tamaño empleadas, se encontró que 5 minutos de tiempo de residencia en el molino de bolas sería suficiente para lograr un polvo de gilsonita útil para modificar asfaltos. Sin embargo, los parámetros de tamaño encontrados indicaron que se obtiene un material más uniforme en un tiempo de 10 minutos. Tiempos mayores de residencia ocasionaron fenómenos de aglomeración de partículas pequeñas con el consecuente aumento del tamaño promedio de partícula, debido a fuerzas de fricción, impacto y aumento de temperatura en el interior del molino. Sin consideraciones diferentes a las evaluadas en este estudio, en tiempo de 10 minutos resultó ser el más adecuado para obtener el tamaño requerido para la gilsonita en aplicaciones como ligante asfáltico, con un costo energético asociado de un 3,97 % del valor por kilogramo de este material.

En el primer ensayo para determinar la fórmula de trabajo y la cantidad de cada componente en el lodo, se obtuvieron resultados aceptables en estabilidad y flujo en mezclas asfálticas cumpliendo en su gran mayoría para un NT3. Mediante optimización empleando Statgraphics® y otras consideraciones de resistencia y desempeño, se establecieron las formulaciones 11 y “Balanceada” que avanzaron hacia las siguientes etapas de la propuesta metodológica de la investigación.

La viscosidad rotacional de cada componente de la fórmula y del lodo indicó la existencia de una correlación entre el tiempo y la aparición de interacciones químicas entre los solventes y la gilsonita. El aumento de la viscosidad posiblemente se deba a procesos de peptización de los asfaltenos de la gilsonita generando estructuras micelares que se polidispersan en la fase fluida. De otra parte, fue evidente que el aditivo comercial presentó mayor viscosidad lo que tuvo implicaciones directas en los ligantes generados a partir del lodo.

Con base en las formulaciones de los lodos se concibieron otros productos denominados ligantes, con apariencia de asfaltos de refinería y cuyas propiedades de punto de ablandamiento, penetración, viscosidad y grado PG indicaron que se trataba de ligantes duros; en particular la viscosidad rotacional dio valores muy altos.

El diseño preliminar Marshall con el lodo y los ligantes propuestos mostró que las probetas con mejor desempeño fueron las dosificadas con lodo; este comportamiento es debido a que el lodo en condiciones ambientales es fluido y tiene más facilidad para mezclarse con los agregados. Los ligantes también presentaron consistencia líquida al momento de adicionarse al suelo; sin embargo, para este caso las condiciones de temperatura tienen un rol preponderante por su efecto sobre la viscosidad del ligante; con lo cual, un pequeño cambio entre la temperatura del ligante y los agregados podría desmejorar considerablemente el proceso de mezclado.

Los resultados del ensayo TSR en cuanto a la susceptibilidad en agua fueron relevantes: la norma solo exige el cumplimiento de la relación de esfuerzos a tracción de 80% y en este estudio se obtuvo un valor de 95,5%, lo que indica que la acción del agua no genera impactos negativos significativos en la estructura de las mezclas asfálticas.

Los productos formulados y aplicados en mezclas asfálticas se compararon con mezclas asfálticas para niveles de tránsito NT3, obteniéndose valores prometedores para los nuevos desarrollos. De haberse hecho el análisis comparativo para niveles de tránsito NT1, NT2 y/o Mezclas Asfálticas Naturales MAN los resultados serían inclusive mejores porque las exigencias

son menores; lo que indica la alta viabilidad técnica de los productos desarrollados de esta investigación

Los análisis ambientales realizados mostraron que los productos desarrollados no representan un riesgo para los cuerpos de agua o suelos con los cuales puedan interaccionar. Las cantidades de metales encontradas en los lixiviados son muy bajas; y estos metales también se encuentran naturalmente en el suelo. Los valores de los parámetros fisicoquímicos DBO y DQO están por debajo de la normativa colombiana y su relación con un valor de 0.5 en todos los casos analizados indica que los lixiviados son biodegradables.

La evaluación por metodologías de intemperismo acelerado empleando cámara QUV mostraron que las mezclas asfálticas elaboradas con el lodo formulado pueden conservar en el tiempo valores aceptables de estabilidad y flujo. De acuerdo con los resultados obtenidos la mezcla aumentó la estabilidad y flujo a través del tiempo hasta el punto de que siguieron cumpliendo los rangos para un NT3. Cabe destacar que estos fueron los mejores resultados para estabilidad y flujo de todo el estudio. El análisis realizado representa un gran aporte de la investigación en el campo de los asfaltos; esta metodología no ha sido reportada, con la particularidad adicional de simular tanto humedad como radiación UV en probetas Marshall. A diferencia del TSR que solo tiene en cuenta la acción del agua durante un periodo de 24 horas.

Se realizó un ejercicio prospectivo que permitiera hacer una aproximación a un análisis de costo beneficio de la tecnología desarrollada, mediante el cual se compararon los costos de intervención de un tramo de vía ubicado en el municipio de Puerto Caicedo, departamento del Putumayo, empleando dos tecnologías similares: emulsión asfáltica en frío y el lodo asfáltico desarrollado. Desde el punto de vista económico, el lodo desarrollado presentó ventajas al disminuir los costos globales en aproximadamente 300.000 USD, pudiéndose además destacar el no requerimiento de condiciones especiales de temperatura en su transporte; menores volúmenes en las cantidades que se requeriría transportar debido a contenido de agua y mayor estabilidad estructural. Al lograr un producto que no presenta susceptibilidad a la temperatura en su transporte y aplicación, se potencian sus bondades y posibilidades de aplicación como material de construcción. Así mismo, los costos de energía inferiores y las emisiones reducidas son también ventajas en relación con otros productos de refinería.

Los productos aquí formulados tienen un gran porcentaje de aditivos que son residuos provenientes de la industria, por lo que en medio de la coyuntura ambiental actual el valor agregado

es mucho más significativo. En este sentido, estos productos pueden catalogarse como ligantes verdes y su costo por kilogramo podría ser más competitivo en términos económicos ya que las mezclas asfálticas con asfaltos verdes convencionales son relativamente mucho más costosas.

Los resultados de esta investigación conjugan tanto el desarrollo de nuevos materiales como la innovación en metodologías de síntesis y procesamiento de materiales. La gilsonita es un material natural disponible en el país, que posee una estructura química y una matriz asfáltica que ofrece una gran versatilidad para ser combinada con un amplio abanico de sustancias que presenten similitud con su naturaleza química. Bajo escenarios de sostenibilidad y economía circular, estas sustancias pueden encontrarse en residuos industriales, los cuales perderían su condición de residuo al adquirir el carácter de recurso para formar nuevos productos tecnológicos para el desarrollo de la infraestructura vial del país.

### **Perspectivas y Trabajos Futuros**

Para complementar el estudio de esta contribución se propone un nuevo diseño de experimento de mezclas consistente en disminuir la cantidad de gilsonita y sustituir el aditivo comercial por otro menos viscoso. Con esto se pretende generar ligantes con una viscosidad rotacional más acorde a los asfaltos convencionales y un PG con temperatura máxima más baja. Para la modificación de asfaltos con polímeros se debe contemplar el uso de un agitador de corte y aumentar las rpm. Además de determinar el PG se proponen ensayos como el de estabilidad durante almacenamiento, MSCR y LAS para completar los análisis. Los nuevos diseños de experimentos deben tener como variables de salida los resultados de algunos de los ensayos mencionados, en ese sentido se espera obtener mejores resultados en el desempeño de nuevos productos.

Estudios adicionales para el proceso de acondicionamiento de tamaño, en los cuales se evalúen otros parámetros involucrados en la molienda y mejorarla en términos energéticos y económicos.

En cuanto a la evaluación de desempeño de las mezclas asfálticas, además del diseño preliminar se recomienda incluir ensayos como el módulo complejo y la rueda cargada de Hamburgo, debido a que son ensayos modernos y simulan condiciones reales de carga, temperatura y frecuencia de tránsito. Estos ensayos en conjuntos con todos los aquí realizados pueden ser el paso previo a un posible escalamiento de este tipo de desarrollos.

Realizar y estandarizar el procedimiento de intemperismo acelerado en cámara QUV para ensayos de tensión indirecta en las probetas envejecidas. Paralelamente analizar probetas sumergidas en agua según el ensayo TSR y realizar un cuadro comparativo de resultados para apreciar diferencias y similitudes entre el envejecimiento simulado e inmersión de probetas en agua. De esta manera se podría generar una nueva metodología para evaluar el desempeño y la durabilidad de materiales asfáltico.

Demostrados los resultados a escala laboratorio, es factible escalar el proceso por etapas: nivel de banco y planta piloto que permita optimizar variables, ajustar formulaciones, diseñar y simular equipos y procesos, y realizar el análisis económico de la fabricación de los productos.

Evaluar los productos en un tramo de prueba que permita establecer costos reales de su aplicación.

### **Agradecimientos**

El autor de esta Tesis Doctoral agradece a la gobernación de Putumayo y Minciencias por el crédito educativo otorgado y a la Universidad de Antioquia por el apoyo para el desarrollo de esta investigación.

## Bibliografía

- [1] La República, «Del total de la red vial terciaria con la que cuenta Colombia, 96% está en mal estado,» *Diario La República*, 15 Febrero 2019.
- [2] D. Jones y R. Surdahl, «New Procedure for Selecting Chemical Treatments for Unpaved Roads,» *Journal of the Transportation Research Board*, vol. 2433, nº 1, pp. 87-99, 2014.
- [3] L. Cong, F. Yang, G. Guo, M. Ren, J. Shi y L. Tan, «The use of polyurethane for asphalt pavement engineering applications: a stata-of-the-art reiew,» *Construction and Building Materials*, vol. 225, pp. 1012-1025, 2019.
- [4] M. Ameri, M. Ahmad, S. S. Ashani y G. Yadollahi, «Technical study on the Iranian Gilsonite as an additive for modification of asphalt binders used in pavement construction,» *Construction and Building Materials*, vol. 25, pp. 1379-1387, 2011.
- [5] D. E. Cruz-Chala y W. O. Salazar-Cuellar, «Estudio del desempeño mecánico de una mezcla asfáltica natural, proveniente de la mina de Pavas, en el departamento del Caquetá,» Bogotá, 2019.
- [6] M. Bilski, « Natural asphalts – properties and use,» Poznán, 2018.
- [7] G. L. Muñoz Montenegro, «Asfaltos naturales en Colombia,» Bogotá, 2018.
- [8] D. Santos y R. Luna, *Asfaltos naturales: la "mapia" y "asfaltita", alternativas de construcción para obras de infraestructura vial en el contrato ruta del sol tramo 1*, Bucaramanga, Santander, 2012.
- [9] Y. D. Sánchez Torres, «Utilización de asfalto natural en la construcción de pavimentos en Colombia: una recopilación bibliográfica,» Bogotá, 2018.
- [10] L. F. Alarcón Peña, «Uso de la asfaltita para pavimentos en vías terciarias en Boyacá y Cundinamarca en la república de Colombia,» Bogotá, 2014.
- [11] Invías, «Especificación particular mezcla asfáltica natural. Artículo 442P-17,» Bogotá, 2017.
- [12] J. Helms, X. Kong, E. Salmon, P. Hatcher, K. Schmidt-Rohr y J. Mao, «Structural characterization of gilsonite bitumen by advanced nuclear magnetic resonance spectroscopy and ultrahigh resolution mass spectrometry revealing pyrrolic and aromatic rings substituted with aliphatic chains,» *Organic Geochemistry*, vol. 44, pp. 21-36, 2012.
- [13] N. Nciri, S. Song, N. Kim y N. Cho, «Chemical characterization of gilsonite bitumen,» *Petroleum & Environmental Biotechnology*, vol. 5, nº 5, pp. 1-10, 2014.
- [14] R. Villamil Rojas, «El asfalto natural como material de construcción de carreteras,» Bogotá, 2008.

- [15] T. E. Ruble, K. Hooghan, W. Dorsey, W. R. Knowles y C. D. Laughrey, «Pore-Scale Imaging of Solid Bitumens: Insights for Unconventional Reservoir Characterization,» de *AAPG Hedberg Research Conference*, Santa Fe, New Mexico, 2016.
- [16] A. Akbari Nasrekani, M. Nakhaei, K. Naderi, E. Fini y A. S. Aflaki, «Improving moisture sensitivity of asphalt concrete using 1 natural bitumen (gilsonite),» Washington D.C, 2017.
- [17] D. A. Zuluaga Astudillo, H. A. Rendón Quintana y C. A. Zafra Mejía, «Mechanical Performance of Gilsonite Modified Asphalt Mixture Containing Recycled Concrete Aggregate,» *Applied Sciences*, vol. 11, pp. 4409-4425, 2021.
- [18] H. Al Hawesah, M. Sadique, C. Harris, H. Al Nageim, K. Stopp, H. Pearl y A. Shubbar, «A Review on Improving Asphalt Pavement Service Life Using Gilsonite-Modified Bitumen,» *Sustainability*, vol. 13, nº 12, pp. 6634-6652, 2021.
- [19] J. Liu y P. Li, «Experimental study on gilsonite-modified asphalt,» *Airfield and Highway Pavements 2008*, pp. 222-228, 2008.
- [20] B. Jahangiri, H. Majidifard, J. Meister y W. Buttlar, «Performance Evaluation of Asphalt Mixtures with RAP and RAS in Missouri,» *Transportation Research Record Journal of the Transportation Research Board*, 2019.
- [21] H. Rondón, E. Sánchez y J. Castaño, «Resistencia bajo carga monotónica de mezclas de concreto asfáltico modificadas con gilsonita por vía seca,» *Tecnura*, vol. 18, pp. 31-37, 2014.
- [22] Grupo GCA, «Grupo GCA S.A.S,» 1 Agosto 2019. [En línea]. Available: <http://www.grupogca.co>.
- [23] J. A. García Castilla y M. A. Vargas Escudero, «Interpretación de la madurez termal y discusión sobre la génesis a partir de la caracterización fisicoquímica de los hidrocarburos sólidos hospedados en rocas sedimentarias cretácicas y cenozoicas en el valle del Magdalena y cordillera oriental, Colombia,» Bucaramanga, 2015.
- [24] R. Babagoli, H. Hasaninia y N. Mohammad Namazi, «Laboratory evaluation of the effect of gilsonite on the performance of stone matrix asphalt mixtures,» *Road Mater. Pavement Des.*, nº 16, pp. 889-906, 2015.
- [25] H. Hawesah, M. Sadique, C. Harris, H. Nageim, K. Stopp, H. Pearl y A. Shubbar, «A Review on Improving Asphalt Pavement Service Life Using Gilsonite-Modified Bitumen,» *Sustainability*, nº <https://doi.org/10.3390/su13126634>, 2021.
- [26] Invías, «La asfaltita como modificador de los asfaltos colombianos. Modificación de asfalto de la refinería de Cartagena con asfaltita,» Instituto Nacional de Vías - Ministerio de obras públicas, Bogotá, 1997.
- [27] H. Rondón y F. Reyes, «Evaluación de las propiedades mecánicas de una mezcla densa en caliente modificada con asfaltita,» *Revista de ingeniería*, nº 36, pp. 12-19, 2012.

- [28] S. Ren, M. Liang, W. Fan, Y. Zhang, C. Qian, Y. He y J. Shi, «Investigating the effects of SBR on the properties of gilsonite modified asphalt,» *Construction and building materials*, vol. 190, pp. 1103-1116, 2108.
- [29] E. Yasar, «Obtaining of modified bitumen with optimum quality through mixing of natural bitumen (gilsonite), bitumen and thinner oil,» *Geomech. Geophys. Geo-energ. Geo-resour*, pp. 103-107, 2015.
- [30] N. Tang, W. Huang, M. Zheng y J. Hu, «Investigation of gilsonite-, Polyphosphoric acid- and styrene-butadiene-styrene- modified asphalt binder using the multiple stress crrep and recovery test,» *Road materials and pavemtn design*, pp. 1-14, 2016.
- [31] A. Ameli, R. Babagoli, S. Asadi y N. Norouzi, «Investigation of the performance properties of asphalt binders and mixtures modified by Crumb Rubber and Gilsonite,» *Construction and Building Materials*, nº <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.122424>, 2021.
- [32] P. Gopinath y N. Kumar, «Performance evaluation of HMAC mixes produced with gilsonite modified bitumen for heavily traffcked roads,» *Materials Today: Proceedings* , nº <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.07.224>.
- [33] R. Rodríguez, V. Castaño, M. Martínez y G. Hernández, «Desarrollo de aditivos para asfaltos odificados con bajos contenidos de hule,» *Instituto Mexicano del Trasporte*, 2001.
- [34] M. Saghafi y N. Tabatabaee, «Performance Evaluation of Slurry Seals Containing Reclaimed Asphat Pavement,» *Transportation Research Record Journal of the Transportation Research Board*, pp. 1-15, 2019.
- [35] F. Elizondo, J. Salazar y E. Villegas, «Caracterización de asfaltos modificados con diferentes aditivos,» *Ingeniería*, pp. 81-92, 2010.
- [36] P. González, L. Medina, C. Schrauwen, C. Fonteix, F. Pla y R. Herrera, «Morphology and Rheological Behavior of Maltene-polymer blends. I. Effect of partial Hydrogenation of Poly (styrene-block-butadiene-block-styrene-block)-Type Copolymers,» *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 112, pp. 1330-1344, 2009.
- [37] S. Tahami, A. Mirhosseini, S. Dessouky, H. Mork y A. Kavussi, «The use of high content of fine crumb rubber in asphalt mixes using dry process,» *Construction and Building Materials*, pp. 643-653, 2019.
- [38] I. Pérez, A. Rodríguez, J. Carvalho y P. Alves, «Use of lignin biopolymer from industrial waste as bitumen extender for asphalt mixtures,» *Journal of Cleaner Production*, 2019.
- [39] M. Zaumanis, R. B. Mallick, L. Poulidakos y R. Frank, «Influence of six rejuvenators on the performance properties of Reclaimed Asphalt Pavement (RAP) binder and 100% recycled asphalt mixtures,» *Computers and Chemical Engineering* , pp. 538-550, 2014.

- [40] M. Chen, F. Xiao, B. Putman, B. Leng y S. Wu, «Hig temperature properties of rejuvenating recovered binder with rejuvenator, waste cooking and cotton seed oils,» *Construction and Building Materials*, pp. 10-16, 2014.
- [41] R. D. Sharma, A. K. Yadav y A. Kumar, «Waste Cookin Oil as Rejuvenating Agent Bitumen,» *Int. Journal of Control Theory and Applications*, vol. 10, nº 30, pp. 127-134, 2017.
- [42] L. Sanabria, «Usos del aceite de palma y sus derivados oleoquímicos en la industria de los pavimentos,» *Palmas*, pp. 163-172, 2016.
- [43] X. Jia, B. Huang, J. Moore y S. Zhao, «Influence of Waste Engine Oil on Asphalt Mixtures Containing Reclaimed Asphalt Pavement,» *Journal Material Civil Engineering*, pp. 1-9, 2015.
- [44] C. DeDene, «Investigation of using waste engine oil blended with reclaimed asphalt materials to improve pavement recyclability (Tesis de maestría),» *Michigan Technological University*, 2011.
- [45] J. C. Petersen, «Asphaltenes and Asphalts, 2: Chapter 14 Chemical Composition of Asphalt as Related to Asphalt Durability,» *Developments in Petroleum Science*, vol. 40 B, pp. 363-399, 2000.
- [46] D. Lesueur, «The colloidal structure of bitumen: Consequences on the rheology and on the mechanisms of bitumen modification,» *Advances in Colloid and Interface Science*, vol. 145, nº 1-2, pp. 42-82, 2009.
- [47] R. Mercado, C. Bracho y J. Avendaño, *Emulsiones asfálticas usos-rompimiento*, Mérida: Universidad de los Andes, 2008.
- [48] G. V. C. T. F. Y. Chaur Shyong Wen, «Bitumens, Asphalts and Tar Sands: Chapter 7 Properties and Structure of Bitumens,» *Developments in Petroleum Science*, vol. 7, pp. 155-190, 1978.
- [49] J. C. Petersen, «A review of the fundamentals of asphalt oxidation: chemical, physicochemical, physical property, and durability relationships,»,» *Transportation Research Circular*, nº E-C140, 2009.
- [50] R. Villegas, «Introducción a los modelos reológicos del asfalto,» Abril 2018. [En línea]. Available: <https://www.lanamme.ucr.ac.cr>.
- [51] Y. Becker, A. Muller y Y. Rodriguez, «Use of Rheological Compatibility Criteria to Study SBS Modified Asphalts,» *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 90, pp. 1772-1782, 2003.
- [52] L. Champion, J. F. Gerard, D. Martin y D. Anderson, «Low temperature fracture properties of polymer-modified asphalts relationships with the morphology,» *Journal of Materials Science*, vol. 36, nº 2, pp. 451-460, 2001.
- [53] D. Li y M. Grennfield, «Chemical composition of improved model asphalt systems for molecular simulations,» *Fuel*, vol. 115, pp. 347-356, 2013.

- [54] M. A. Bestougeff y R. J. Byramjee, «Asphaltenes and Asphalts, I: Chapter 3 Chemical Constitution of Asphaltenes,» *Developments in Petroleum Science*, Vols. %1 de %240, A, pp. 67-94, 1994.
- [55] M. Alayon, *Asfaltos Ocurrencia y Floculación*, Mérida: Universidad de los Andes, 2004.
- [56] J. G. Speight, «Petroleum Asphaltenes Part 1 Asphaltenes, Resins and the Structure of Petroleum,» *Oil & Gas Science and Technology – Rev. IFP*, vol. 59, nº 5, pp. 467-477, 2004.
- [57] L. Brito y G. Del Valle, «Modelaje termodinámico de la solubilidad de los asfaltos de un yacimiento en el oriente del país, utilizando la ecuación de estado (Ede) cúbica de Peng Robinson,» Barcelona, 2012.
- [58] J. G. Speight, «Petroleum Asphaltenes - Part 1: Asphaltenes, Resins and the Structure of Petroleum,» *Oil & Gas Science and Technology – Rev. IFP*, vol. 59, nº 5, pp. 467-477, 2004.
- [59] G. V. Chilingarian y Teh Fu Yen, «Asphaltenes and Asphalts, 2: Chapter 1 Introduction to Asphaltenes and Asphalts, Volume 2,» *Developments in Petroleum Science*, Vols. %1 de %240, B, pp. 1-5, Teh FuYen 2000.
- [60] F. Reyes, C. Daza y H. Rondón, «Determinación de las fracciones SARA de asfaltos colombianos envejecidos al medio ambiente empleando cromatografía líquida en columna,» *Revista EIA*, vol. 9, nº 17, pp. 47-56, Julio 2012.
- [61] L. W. Corbett, «Composition of Asphalt Based on Generic Fractionation, Using Solving Deasphalting, Elution-Adsorption Chromatography, and Densimetric Characterization,» *Analytical Chemistry*, pp. 576-579, 1969.
- [62] S. Sultana y A. Bashin, «Effect of chemical composition on rheology and mechanical properties of asphalt binder,» *Construction and Building Materials*, vol. 72, nº 15, pp. 293-300, 2014.
- [63] F. Soorghali, A. Zolghadr y S. Ayatollahi, «Effect of Resins on Asphaltene Deposition and the Changes of Surface Properties at Different Pressures: A microstructure Study,» *Energy & Fuels*, vol. 28, nº 4, pp. 2415-2421, 2014.
- [64] J. G. Speight, «3.3.5 Bitumen,» de *The Chemistry and Technology of Petroleum*, CRC Press-Taylor & Francis Group, 2006.
- [65] F. Roberts, P. Kandhal, E. Brown, D. Lee y T. Kennedy, *Hot mix asphalt materials, mixture design, and construction*, 2nd ed ed., Lanham, Maryland: National Asphalt Pavement Association, 1996.
- [66] C. Lira-Galeana y A. Hammami, «Wax precipitation from petroleum fluids: a review,» de *Asphalt and asphaltenes, 2. Developments in petroleum science series*, vol. 40B, T. F. Yen y G. V. Chilingarian, Edits., New York, 2000, pp. 557-608.
- [67] N. Piéri, «Etude du Vieillissement Simulé et In-Situ des Bitumes Routiers par IRTF et Fluorescence UV en Excitation-Emission Synchrones,» Univ. Aix Marseille St-Joseph, France, 1995.

- [68] J. A. Koots y J. G. Speight, «Relation of petroleum resins to asphaltenes,» *Fuel*, vol. 54, pp. 179-184, 1975.
- [69] L. Navarro, M. Álvarez, J. Grosso y U. Navarro, «Separación y caracterización de resinas y asfaltenos provenientes del crudo castilla. Evaluación de su interacción molecular,» *Ciencia, Tecnología y Futuro*, vol. 2, nº 5, pp. 53-67, 2004.
- [70] A. Behnood y M. Modiri, «Morphology, rheology, and physical properties of polymer-modified asphalt binder,» *European Polymer Journal*, pp. 766-791, 2019.
- [71] G. Polacco, J. Stastna, D. Biondi, F. Antonelli, Z. Vlachovicova y L. Zanzotto, «Rheology of asphalts modified with glycidylmethacrylate functionalized polymers,» *Journal of Colloid and Interface Science*, vol. 280, nº 2, pp. 366-373, 2004.
- [72] M. Boduszynski, «Asphaltene in Petroleum Asphalts,» *American Chemical Society*, pp. 119-135, 1982.
- [73] J. Murgich, J. Rodríguez y Y. Aray, «Molecular Recognition and Molecular Mechanics of Micelles of Some Model Asphaltene and Resins,» *Energy & Fuels*, pp. 68-76, 1996.
- [74] J. Delgado, *Asfaltenos composición, agregación, precipitación*, Mérida: Universidad de los Andes, 2006.
- [75] A. Pauli, «Asphalt compatibility testing using the automated Heithaus titration test,» *Division of Fuel Chemistry*, pp. 1276-1281, 1996.
- [76] J. Boué, «Consideraciones entorno al bitumen natural,» de *El síndrome de la Orimulsión*, Fondo Editorial Darío Ramírez, 2013, pp. 227-239.
- [77] R. F. Meyer y J. W. de Witt, «Definition and world resources of natural bitumens,» Londres, 1990.
- [78] H. K. Esfeh, B. Ghanavati y T. GhaleGolabi, «Properties of modified bitumen obtained from natural bitumen by adding pyrolysis fuel oil,» *International Journal of Chemical Engineering and Applications*, vol. 2, nº 3, pp. 168-172, June 2011.
- [79] Encyclopedia Britannica, «Asphaltite,» Noviembre 2006. [En línea]. Available: <http://www.britannica.com/science/asphaltite>.
- [80] Encyclopaedia Britannica, «Asphaltite,» 10 Noviembre 2006. [En línea]. Available: <http://www.britannica.com/science/asphaltite>.
- [81] Raha Gilsonite Co, «Gilsonite.co,» Gilsoniteco, Inc, 2017. [En línea]. Available: <http://gilsoniteco.com/2017/04/09/gilsonite/>. [Último acceso: 2021].
- [82] J. S. Vélez, S. Velásquez y D. Giraldo, «Mechanical and rheometric properties of gilsonite/carbon black/ natural rubber compounds cured using conventional and efficient vulcanization systems,» *Polymer testing*, vol. 56, pp. 1-9, 2016.

- [83] ATDM, «ATDM,» 2009. [En línea]. Available: <https://atdmco.com/>. [Último acceso: 2021].
- [84] P. Kilpatrick, «Water-in-Crude Oil Emulsion Stabilization: Review and Enanswered Questions,» *Energy Fuels*, vol. 26, nº 7, pp. 4017-4026, 2012.
- [85] J. Tingle, K. Newman, S. Larson, C. Weiss y J. Rushing, «Stabilization mechanisms of nontraditional additives,» *Transportation Research Record*, pp. 59-67, 2007.
- [86] S. Kokal y S. Aramco, «Crude Oil Emulsions: a state of the art review,» de *Annual Technical Conference and Exhibition held in San Antonio, Texas*, 2002.
- [87] E. Ekott y E. Akpabio, «A review of water-in-Crude oil emulsion stability, destabilization and interfacial rheology,» *Journal of Engineering and Applied Sciences*, vol. 5, nº 6, pp. 447-452, 2010.
- [88] A. James, «Asphal Emulsion Technology. Overview of Asphalt Emulsions,» *Transportation Research Board*, nº Circular E-C102, pp. 1-15, 2006.
- [89] H. Medina, J. García y D. Núñez, «El método del hidrómetro: base teórica para su empleo en la determinación de la distribbución del tamaño de partícula de suelo,» *Revista Ciencias Técnicas Agropecuarias*, pp. 19-24, 2007.
- [90] L. Ebels, «Characterization of material properties and behaviour of cold bituminous mixtures for road pavements,» 2008.
- [91] Nouryon, «Nouryon Surface Chemistry,» 12 Agosto 2019. [En línea]. Available: <https://surfacechemistry.nouryon.com>.
- [92] Baumgardner, «Asphal Emusion Technology. Asphalt Emulsion Manufacturing Today and Tomorrow,» *Transportation Research Circular E-C102*, pp. 16-25, 2006.
- [93] J. Salazar, «Evaluación de la factibilidad del uso en Costa Rica de polímeros modificantes de asfalto incorporados en planta,» Unidad de Investigación en Infraestructura Vial, San José, 2008.
- [94] P. Duggal, A. S. Shisodia, S. Havelia y K. Jolly, «Use of Waste Plastic in Wearing Coirse of Flexible Pavement,» *Advances in Structural Engineering and Rehabilitation*, pp. 177-187, 2020.
- [95] Y. Yildirim, «Polymer Modified Asphalt Binders,» *Construction and Building Materials*, pp. 66-72, 2007.
- [96] M. Murphy, M. O'Mahony, C. Lycett y I. Jamieson, «Bitumens modified with recycled polymers,» *Materials and Structures*, pp. 438-444, 2000.
- [97] I. Hussein, M. Iqba y H. Al-Abdul-Wahhab, «Influence of Mw of LDPE and vinyl acetate content of EVA on the rheology of polymer modified asphalt,» *Rheologica Acta*, pp. 92-104, 2005.
- [98] G. Polacco, S. Berlincioni, D. Biondi, J. Stastna y L. Zanzotto, «Asphalt modification with different polyethylene-based polymers,» *European Polymer Binder*, pp. 2831-2844, 2005.

- [99] A. Pérez, F. Martínez y C. Gallegos, «Influence of Polymer Concentration on the Microstructure and Rheological Properties of High-Density Polyethylene (HDPE)-Modified Bitumen,» *Energy & Fuels*, pp. 1148-1152, 2005.
- [100] Ministerio de Ambiente y Desarrollo Sostenible, «Manual técnico para el manejo de aceites lubricantes usados de origen automotor e industrial,» Bogotá, 2014.
- [101] ASTM, «D36-14 Standard Test Method for Softening Point of Bitumen (Ring-and-Ball Apparatus),» Pensilvania, 2014.
- [102] ASTM, «D5373-08 Standard Test Methods for Instrumental Determination of Carbon, Hydrogen, and Nitrogen in Laboratory Samples of Coal,» Pensilvania, 2008.
- [103] ASTM, «D5/D5M - 13 Standard Test Method for Penetration of Bituminous Materials,» Pensilvania, 2013.
- [104] ASTM, «D3279 - 19 Standard Test Method for n-Heptane Insolubles,» Pensilvania, 2019.
- [105] ASTM, «4124-09 Standard Test Method for Separation of Asphalt into Four Fractions,» Pensilvania, 2009.
- [106] ASTM, «D95-13 Standard Test Method for Water in Petroleum Products and Bituminous Materials by Distillation,» Pensilvania, 2013.
- [107] ASTM, «6997-12 Standard Test Method for Distillation of Emulsified Asphalt,» Pensilvania, 2012.
- [108] AASHTO, «T 111-83 (2004) Standard Method of Test for Inorganic Matter or Ash in Bituminous Materials,» Estados Unidos, 2004.
- [109] Inviás, «INV E-705 – 13 Contenido de material inorgánico o cenizas en los materiales bituminosos,» Bogotá, 2013.
- [110] ASTM, «C136/136M-19 Standar Test Method for Sieve Analysis of Fine and Coarse Aggregates,» Pensilvania, 2021.
- [111] Invias, «INV E-123 - 13 Análisis granulométrico de suelos por tamizado,» Bogotá, 2013.
- [112] ISO, «ISO 13320-1:2020 Análisis del tamaño de partículas. Métodos de difracción láser,» Ginebra, 2020.
- [113] ASTM, «D7175-15 Standard Test Method for Determining the Rheological Properties of Asphalt Binder Using a Dynamic Shear Rheometer,» Pensilvania, 2015.
- [114] ASTM, «D4402M-15 Standard Test Method for Viscosity Determination of Asphalt at Elevated Temperatures Using a Rotational Viscometer,» Pensilvania, 2015.

- [115] ASTM, «D6648-08 Standard Test Method for Determining the Flexural Creep Stiffness of Asphalt Binder Using the Bending Beam Rheometer (BBR),» Pensilvania, 2008.
- [116] J. Puello Méndez, N. Afanasjeva y M. Álvarez Cifuentes, «Correlaciones estadísticas para la estimación de propiedades reológicas de asfaltos en estado original y envejecido,» *Revista Ion*, vol. 26, nº 1, pp. 73-84, 2013.
- [117] ASTM, «D4867/D4867M - 09(2014) Standard Test Method for Effect of Moisture on Asphalt Concrete Paving Mixtures,» Pensilvania, 2014.
- [118] Invias, «INV E-725 - 13 Evaluación de la susceptibilidad al agua de las mezclas de concreto asfáltico utilizando la prueba de tracción indirecta,» Bogotá, 2013.
- [119] ASTM, «D3987 Standard Practice for Shake Extraction of Solid Waste with Water,» Pensilvania, 2012.
- [120] ASTM, «D4799/D4799M-17 Standard Practice for Accelerated Weathering Test Conditions and Procedures for Bituminous Materials (Fluorescent UV, Water Spray, and Condensation Method),» Pensilvania, 2017.
- [121] ASTM, «G154-16, Standard Practice for Operating Fluorescent Light Apparatus for UV Exposure of Nonmetallic Materials,» Pensilvania, 2016.
- [122] ASTM, «C128-07 Standar Test Method for Density, Relative Density (Specific Gravity), and Absorptioin of Fine Aggregate,» Pensilvania, 2007.
- [123] Invias, «INV E-722 – 13 Determinación de las propiedades de rotura de los ligantes asfálticos en el ensayo de tracción directga (TD),» Bogotá, 2013.
- [124] ASTM, «C127-07 Standard Test Method for Density, Relative Density (Specific Gravity), and Absorption of Coarse Aggregate,» Pensilvania, 2007.
- [125] Invias, «INV E-223 – 13 Densidad, densidad relativa (gravedad específica) y absorción del agregado grueso,» Bogotá, 2013.
- [126] ASTM, «D854-10 Standard Test Methods for Specific Gravity of Soils Solids by Water Pycnometer,» Pensilvania, 2010.
- [127] Invias, «INV E-128 - 13 Determinación de la gravedad específica de las partículas sólidas de los suelos y del llenante mineral, empleando un picnómetro con agua,» Bogotá, 2013.
- [128] ASTM, «D2041-03 Standar Test Method for Theoretical Maximun Specific Gravity and Dnesity of Bituminous Paving Mixtures,» Pensilvania, 2003.
- [129] Invias, «INV E-735 – 13 Gravedad específica máxima de mezclas asfálticas para pavimentos,» Bogotá, 2013.

- [130] Invías, «INV E-799 - 13 Análisis volumétrico de mezclas asfálticas compactadas en caliente,» Bogotá, 2013.
- [131] ASTM, «D2726-11 Standard Test Method for Bulk Specific Gravity and Density of Non-absorptive Compacted Bituminous Mixtures,» Pensilvania, 2011.
- [132] Invías, «INV E-733 - 07 Gravedad específica bulk y densidad de mezclas asfálticas compactadas no absorbentes empleando especímenes saturados y superficie seca,» Bogotá, 2007.
- [133] AASHTO, «T 245 Standard Method of Test for Resistance to Plastic Flow of Asphalt Mixtures Using Marshall Apparatus,» Estados Unidos, 2015.
- [134] Invías, «INV E-748 - 13 Estabilidad y flujo de mezclas asfálticas en caliente empleando el equipo Marshall,» Bogotá, 2013.
- [135] ASTM, «D92-18 Standard Test Method for Flash and Fire Points by Cleveland Open Cup Tester,» Pensilvania, 2018.
- [136] Invías, *Especificaciones generales de construcción de carreteras y normas de ensayo para materiales de carreteras. Capítulo 4, artículos 410-413*, Bogotá, 2014.
- [137] D. Mirzaiyan, M. Ameri, A. Amini, M. Sabouri y A. Norouzi, «Evaluation of the performance and temperature susceptibility of gilsonite- and SBS- modified asphalt binders,» *Construction and Building Materials*, pp. 679-692, 2019.
- [138] A. Bahrami, F. Kazemi y Y. Ghorbani, «Effect of different reagent regime on the kinetic model and recovery in gilsonite flotation,» *Journal of Materials Research and Technology*, pp. 4498-4509, 2019.
- [139] F. Zheng, Z. Guang-you, C. Zhi-qiang, Z. Qiu-li y S. Quan, «Molecular composition of vanadyl porphyrins in the gilsonite,» *Journal of fuel chemistry and technology*, pp. 562-567, 2020.
- [140] S. P. López Ramírez, «Caracterización de asfaltos colombianos sometidos a procesos de envejecimiento en RTFOT y UV entre las 100 y 200 horas,» Bogotá, 2014.
- [141] P. Das, H. Baaj, S. Tighe y N. Kringos, «Atomic force microscopy to investigate asphalt binders: a state of the art review,» *Road Materials and Pavements Designs*, pp. 1-24, 2015.
- [142] F. Zhang y J. Yu, «The research for high-performance SBR compound modified asphalt,» *Construction and Building Materials*, vol. 24, pp. 410-418, 2010.
- [143] N. Manohar, J. Jayaramudu, S. Suchismita, K. Rajkumar, A. Babul, E. Sadiku, R. Priti y D. Maurya, «A unique application of the second order derivative of FTIR-ATR spectra for compositional analyses of natural rubber and polychloroprene rubber and their blends,» *Polymer Testing*, pp. 447-453, 2017.

- [144] H. Yao, Z. You, L. Li, S. Wei, C. Huei, Y. Khin y X. Shi, «Rheological properties and chemical analysis of nanoclay and carbon microfiber modified asphalt with Fourier transform infrared spectroscopy,» *Construction and Building Materials*, vol. 38, pp. 327-337, 2013.
- [145] P. Mondragón, *Espectroscopía de infrarrojo para todos*, Zapopan: CIATEJ, 2017.
- [146] C. Fang, C. Wu, R. Yu, Z. Zhang, M. Zhang y S. Zhou, «Aging properties and mechanism of the modified asphalt by packing waste polyethylene and waste rubber powder,» *polymer advanced technologies*, 2012.
- [147] S. Wang, C. Yuan y D. Jiayi, «Crumb Tire Rubber and Polyethylene Mutually Stabilized in Asphalt by Screw Extrusion,» *Journal of Applied Polymer Science*, pp. 1-7, 2014.
- [148] C. Qian, W. Fan, F. Ren, X. Lv y B. Xing, «Influence of polyphosphoric acid (PPA) on properties of crumb rubber (CR) modified asphalt,» *Construction and Building Materials*, 2019.
- [149] L. Barraza y J. Menco, *Beneficio de minerales*, Medellín: Copyclase, 1997.
- [150] G. Duque y C. Escobar, *Mecánica de los Suelos*, Manizales, 2002.
- [151] A. F. Botero, «Diseño de un molino de bolas tipo Atritor,» Cali, Colombia, 2005.
- [152] M. Matoug y R. Gordon, «Crude Oil Asphaltenes Studied by Terahertz Spectroscopy,» *ACS Omega*, pp. 3406-3412, 2018.
- [153] S. Taylor, J. Czarnecki y J. Masliyah, «Refractive index measurements of diluted bitumen solutions,» *Fuel*, pp. 2013-2018, 2001.
- [154] Empresas Públicas de Medellín, «EPM,» 21 Septiembre 2020. [En línea]. Available: <https://www.epm.com.co>.
- [155] H. Zhang, «Introductory Chapter: Asphalt and Asphalt Mixture,» de *Asphalt and Asphalt Mixture*, IntechOpen, 2019, pp. 1-10.
- [156] L. Shi, D. Wang, C. Jin, B. Li y H. Liang, «Measurement of coarse aggregates movement characteristics within asphalt mixture using digital image processing methods,» *Measurement*, 2020.
- [157] Y. Jia, Y. Yan, G. Liu, Y. Gao, T. Yang y D. Hu, «Reliability assessment of flexural fatigue failure of asphalt mixture: a new perspective,» *Construction and Building Materials*, 2020.
- [158] A. Rafati, K. Tahvildari y M. Nozari, «Production of biodiesel by electrolysis method from waste cooking oil using heterogeneous MgO-NaOH nano catalyst,» *Energy Sources, Part A: Recovery, Utilization, and Environmental Effects*, 2018.
- [159] S. Alshuiael y M. Al-Ghouti, «Multivariate analysis for FTIR in understanding treatment of used cooking oil using activated carbon prepared from olive stone,» *PLOS ONE*, 2020.

- [160] R. Del Toro, A. Zuleta, C. Anrango y B. Blanco, «ESPECTROSCOPIA INFRARROJA (FT-IR) DE ACEITES RECUPERADOS DE MOTOR,» *AXIOMA*, pp. 39-47, 2018.
- [161] J. Lafont, M. Páez y Y. Torres, «Análisis químico de mezclas biodiesel de aceite de cocina y Diesel por espectroscopía infrarroja,» *Información Tecnológica*, pp. 35-42, 2011.
- [162] E. Llano, «Efecto del intemperismo sobre las propiedades fisicoquímicas, el desempeño y la durabilidad de suelos viales aditivados con estabilizantes químicos.,» Medellín, 2021.
- [163] A. Nieto Leal, J. F. Camacho Tauta y E. F. Ruiz Blanco, «Determinación de parámetros para los modelos elastoplásticos mohr-coulomb y hardening soil en suelos arcillosos,» *Revista Ingenierías*, vol. 8, nº 15, pp. 75-91, 2009.
- [164] W. Chavarro Acuña y C. Molina Pinzón, *Evaluación de alternativas de pavimentación para vías de bajos volúmenes de tránsito*, Bogotá, 2015.
- [165] E. Juárez Badillo y . A. Rico Rodríguez, *Mecánica de suelos Tomo II. Teoría y aplicaciones de la Mecánica de Suelos*, 1973.
- [166] G. Martinez, «Ingeniería&Construcción,» 05 Julio 2021. [En línea]. Available: <https://www.ingenieriaconstruccioncolombia.com/tipos-de-pavimento/>.
- [167] OCDE, «Guidelines for the Testing of Chemicals,» París, Francia, 1993.
- [168] G. A. Vázquez-Rodríguez y R. I. Beltrán-Hernández, «Pruebas normalizadas para la evaluación de la biodegradabilidad de sustancias químicas. una revisión,» *Interciencia*, vol. 29, nº 10, pp. 568-573, 2004.
- [169] R. F. Itria, L. I. Luppi y L. A. de Tulio, «Estudio comparativo de ensayos de biodegradabilidad,» de *4º Jornadas de Desarrollo e Innovación*, Buenos Aires, Argentina, 2002.
- [170] Universidad Autónoma Metropolitana, *Transferencia de tecnología a empresas*, México, 2021.
- [171] Infinitia Research, *Estudio de viabilidad de un proyecto ¿Cómo realizarlo?*, Zaragoza, 2021.

## ANEXOS

### Anexo 1. Franjas granulométricas según Inviás

| Norma INVIAS 2007 | Norma INVIAS 2013 | Descripción                                       | Usos   |
|-------------------|-------------------|---|--|
| MDC-1             | MDC-25            | Mezcla densa en caliente de tamaño máximo de 3/4" | Se utiliza para bases asfálticas y capas de rodadura.  |
| MDC-2             | MDC-19            | Mezcla densa en caliente de tamaño máximo de 1/2" | Es la mezcla que más se utiliza como capa de rodadura. |
| MDC-3             | MDC-10            | Mezcla densa en caliente de tamaño máximo de 3/8" | Se utiliza para capa de rodadura.                      |

Tabla 450 - 6. Franjas granulométricas para mezclas asfálticas en caliente de gradación continua

| TIPO DE MEZCLA  |        | TAMIZ (mm / U.S. Standard) |       |       |       |       |       |        |        |        |         |
|---|--------|----------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|--------|--------|--------|---------|
|   |        | 37.5                       | 25.0  | 19.0  | 12.5  | 9.5   | 4.75  | 2.00   | 0.425  | 0.180  | 0.075   |
|   |        | 1 1/2"                     | 1"    | 3/4"  | 1/2"  | 3/8"  | No. 4 | No. 10 | No. 40 | No. 80 | No. 200 |
|   |        | % PASA                     |       |       |       |       |       |        |        |        |         |
| DENSE   | MDC-25 |                            | 100   | 80-95 | 67-85 | 60-77 | 43-59 | 29-45  | 14-25  | 8-17   | 4-8     |
|   | MDC-19 |                            |       | 100   | 80-95 | 70-88 | 49-65 | 29-45  | 14-25  | 8-17   | 4-8     |
|   | MDC-10 |                            |       |       |       | 100   | 65-87 | 43-61  | 16-29  | 9-19   | 5-10    |
| SEMIDENSE   | MSC-25 |                            | 100   | 80-95 | 65-80 | 55-70 | 40-55 | 24-38  | 9-20   | 6-12   | 3-7     |
|   | MSC-19 |                            |       | 100   | 80-95 | 65-80 | 40-55 | 24-38  | 9-20   | 6-12   | 3-7     |
| GRUESA  | MGC-38 | 100                        | 75-95 | 65-85 | 47-67 | 40-60 | 28-46 | 17-32  | 7-17   | 4-11   | 2-6     |
|   | MGC-25 |                            | 100   | 75-95 | 55-75 | 40-60 | 28-46 | 17-32  | 7-17   | 4-11   | 2-6     |
| ALTO MÓDULO   | MAM-25 |                            | 100   | 80-95 | 65-80 | 55-70 | 40-55 | 24-38  | 10-20  | 8-14   | 6-9     |
| TOLERANCIAS EN PRODUCCIÓN SOBRE LA FÓRMULA DE TRABAJO (±) |        | -                          | 4 %   |       |       |       | 3 %   |        |        | 2 %    |         |

Tabla 450 - 7. Tipo de mezcla por utilizar en función del tipo y espesor compacto de la capa

| TIPO DE CAPA | ESPESOR COMPACTO (mm) | TIPO DE MEZCLA         |
|--------------|-----------------------|------------------------|
| Rodadura     | 30 – 40               | MDC-10                 |
|              | 40 – 60               | MDC-19, MSC-19         |
|              | > 60                  | MDC-25, MDC-19, MSC-19 |
| Intermedia   | > 50                  | MDC-25, MSC-25         |
| Base         | > 75                  | MSC-25, MGC-38, MGC-25 |
| Alto módulo  | 60 - 130              | MAM-25                 |
| Bacheos      | 50 – 75               | MSC-25, MGC-25         |
|              | > 75                  | MSC-25, MGC-38, MGC-25 |

## Anexo 2. Diseño preliminar según especificaciones Invías capítulo 4

Tabla 450 - 10. Criterios para el diseño preliminar de la mezcla asfáltica en caliente de gradación continua por el método Marshall

| CARACTERÍSTICA  | NORMA ENSAYO INV              | MEZCLAS DENSAS, SEMIDENSAS Y GRUESAS |                          |                          | MEZCLA DE ALTO MÓDULO |           |
|---|-------------------------------|--------------------------------------|--------------------------|--------------------------|-----------------------|-----------|
|   |                               | CATEGORÍA DE TRÁNSITO                |                          |                          |                       |           |
|   |                               | NT1                                  | NT2                      | NT3                      |                       |           |
| Compactación (golpes/cara)  | E-748<br>( E-800)<br>(Nota 1) | 50                                   | 75 (112)                 | 75 (112)                 | 75                    |           |
| Estabilidad mínima (N)  |                               | 5,000                                | 7,500 (16,875)           | 9,000 (33,750)           | 15,000                |           |
| Flujo(mm)<br>(Nota 2)   |                               | 2.0 a 4.0                            | 2.0 a 4.0<br>(3.0 a 6.0) | 2.0 a 3.5<br>(3.0 a 5.3) | 2.0 a 3.0             |           |
| Relación Estabilidad /<br>Flujo (kN/mm)                                 |                               | 2.0 a 4.0                            | 3.0 a 5.0<br>(4.5 a 7.5) | 3.0 a 6.0<br>(4.5 a 9.0) | -                     |           |
| Vacíos con aire<br>(V <sub>a</sub> ),%<br>(Nota 3)                      | Rodadura                      | E-736                                | 3.0 a 5.0                | 3.0 a 5.0                | 4.0 a 6.0             | NA        |
|   | Intermedia                    | o                                    | 4.0 a 8.0                | 4.0 a 7.0                | 4.0 a 7.0             | 4.0 a 6.0 |
|   | Base                          | E-799                                | NA                       | 5.0 a 8.0                | 5.0 a 8.0             | 4.0 a 6.0 |
| Vacíos en los<br>agregados<br>minerales<br>(VAM), %<br>mínimo           | T. Máx. 38 mm                 | E-799                                | 13.0                     |                          |                       | -         |
|   | T. Máx. 25 mm                 |                                      | 14.0                     |                          |                       | 14.0      |
|   | T. Máx. 19 mm                 |                                      | 15.0                     |                          |                       | -         |
|   | T. Máx. 10 mm                 |                                      | 16.0                     |                          |                       | -         |
| Vacíos llenos de asfalto (VFA), %                                       | E-799                         | 65 a 80                              | 65 a 78                  | 65 a 75                  | 63 a 75               |           |
| Relación Llenante / Ligante<br>efectivo, en peso                        | E-799                         | 0.8 a 1.2                            |                          |                          | 1.2 a 1.4             |           |
| Concentración de llenante, valor<br>máximo                              | E-745                         | Valor crítico                        |                          |                          |                       |           |
| Evaluación de propiedades de<br>empaquetamiento por el método<br>Bailey | -                             | Reportar                             |                          |                          |                       |           |
| Espesor promedio de película de<br>asfalto, mínimo μm                   | E-741                         | 7.5                                  |                          |                          |                       |           |

Tabla 450 - 8. Tipo de asfalto por emplear en mezclas asfálticas en caliente de gradación continua

| TIPO DE CAPA                 | NT 1                                       |                      |        | NT 2                 |                      |        | NT 3   |   |                                  |
|------------------------------|--|----------------------|--------|----------------------|----------------------|--------|--|---|----------------------------------|
|                              | TEMPERATURA MEDIA ANUAL DE LA REGIÓN (° C) |                      |        |                      |                      |        |  |   |                                  |
|                              | > 24                                       | 15-24                | < 15   | > 24                 | 15-24                | < 15   | > 24   | 15-24                                     | < 15                             |
| <b>Rodadura e Intermedia</b> | 60-70                                      | 60-70<br>u<br>80-100 | 80-100 | 60-70                | 60-70<br>u<br>80-100 | 80-100 | 40-50<br>60-70<br>o<br>Tipo II<br>(a o b)<br>o<br>Tipo III | 40-50<br>60-70<br>o<br>Tipo II<br>(a o b) | 60-70<br>80-100<br>o<br>Tipo IIb |
| <b>Base</b>                  | NA   |                      |        | 60-70<br>u<br>80-100 | 60-70<br>u<br>80-100 | 80-100 | 60-70  | 60-70<br>u<br>80-100                      | 80-100                           |
| <b>Alto Módulo</b>           | NA   |                      |        | NA                   |                      |        | Tipo V   |   |                                  |

**Anexo 3. Matriz de datos resultante para las 12 formulaciones**

| Probeta | Altura (mm) |        |        | Diámetro (mm) |         |         | Peso (g) | Mss (g)  | M sumergida(g) | Masa horno (g) 110 °C | Estabilidad (kN) | Flujo (mm) |
|---------|-------------|--------|--------|---------------|---------|---------|----------|----------|----------------|-----------------------|------------------|------------|
|         |             |        |        |               |         |         |          |          |                |                       |                  |            |
| 1551    | 63,110      | 65,130 | 63,710 | 100,540       | 100,840 | 100,190 | 1147,100 | 1154,800 | 626,100        | 1136,200              | 12,240           | 3,096      |
| 1552    | 62,670      | 62,650 | 63,330 | 100,900       | 100,970 | 99,860  | 1138,300 | 1145,600 | 620,120        | 1130,000              | 14,900           | 2,381      |
| 1553    | 65,160      | 64,720 | 62,890 | 100,970       | 100,790 | 99,370  | 1132,000 | 1141,300 | 639,140        | 1129,100              | 12,110           | 2,694      |
| 1601    | 66,250      | 63,700 | 62,160 | 101,100       | 100,980 | 100,440 | 1132,500 | 1161,900 | 589,200        | 1150,400              | 11,510           | 2,608      |
| 1602    | 66,250      | 63,440 | 63,700 | 101,100       | 101,170 | 100,240 | 1146,800 | 1155,600 | 602,400        | 1140,700              | 11,940           | 3,378      |
| 1603    | 63,230      | 64,420 | 62,810 | 101,400       | 101,200 | 99,970  | 1143,800 | 1154,000 | 604,900        | 1139,500              | 13,250           | 2,906      |
| 1651    | 64,840      | 64,950 | 62,650 | 101,300       | 101,280 | 101,170 | 1157,400 | 1171,500 | 662,200        | 1154,600              | 11,900           | 2,704      |
| 1652    | 62,420      | 64,320 | 63,830 | 101,060       | 100,760 | 100,300 | 1158,300 | 1167,800 | 618,200        | 1152,000              | 14,640           | 3,672      |
| 1653    | 64,560      | 62,940 | 63,390 | 101,180       | 101,020 | 100,500 | 1074,400 | 1085,500 | 651,700        | 1150,600              | 13,590           | 3,673      |
| 2551    | 59,080      | 62,860 | 60,630 | 100,890       | 100,860 | 100,470 | 1134,600 | 1141,300 | 633,400        | 1127,550              | 9,690            | 4,082      |
| 2552    | 61,540      | 60,620 | 61,500 | 101,010       | 100,730 | 100,900 | 1127,800 | 1134,000 | 648,300        | 1124,730              | 9,420            | 1,916      |
| 2553    | 60,380      | 60,280 | 60,570 | 101,110       | 100,930 | 101,160 | 1140,900 | 1147,400 | 656,000        | 1139,830              | 10,350           | 2,198      |
| 2601    | 59,640      | 60,460 | 59,170 | 100,950       | 101,150 | 101,240 | 1146,700 | 1151,000 | 673,300        | 1143,500              | 13,580           | 2,423      |
| 2602    | 61,420      | 61,250 | 60,230 | 101,130       | 101,040 | 101,140 | 1113,300 | 1118,300 | 667,200        | 1109,230              | 9,860            | 2,532      |
| 2603    | 59,200      | 59,980 | 60,200 | 100,980       | 100,700 | 100,760 | 1130,700 | 1133,600 | 639,600        | 1127,380              | 10,860           | 2,818      |
| 2651    | 62,590      | 60,970 | 60,990 | 100,350       | 101,130 | 100,690 | 1153,200 | 1156,500 | 635,900        | 1149,270              | 11,150           | 3,226      |
| 2652    | 62,610      | 58,550 | 61,490 | 100,850       | 100,760 | 100,740 | 1155,500 | 1157,900 | 647,600        | 1152,310              | 14,240           | 3,278      |
| 2653    | 59,890      | 60,890 | 59,820 | 100,960       | 100,870 | 100,820 | 1151,300 | 1154,800 | 658,300        | 1148,160              | 15,620           | 2,602      |
| 3551    | 61,770      | 62,020 | 59,420 | 100,920       | 100,730 | 100,960 | 1143,310 | 1145,490 | 671,900        | 1140,160              | 11,340           | 2,911      |
| 3552    | 60,770      | 60,940 | 60,250 | 100,900       | 101,030 | 99,940  | 1146,810 | 1151,510 | 677,500        | 1143,500              | 10,220           | 3,061      |
| 3553    | 59,790      | 60,220 | 61,340 | 101,310       | 100,760 | 100,090 | 1144,890 | 1149,630 | 673,300        | 1142,210              | 10,710           | 2,384      |
| 3601    | 60,740      | 60,940 | 60,680 | 101,060       | 101,180 | 101,050 | 1150,090 | 1153,180 | 672,500        | 1147,560              | 11,740           | 2,464      |
| 3602    | 60,740      | 62,320 | 62,230 | 100,930       | 100,350 | 100,250 | 1149,350 | 1152,330 | 672,100        | 1146,230              | 10,690           | 2,333      |

|      |        |        |        |         |         |         |          |          |         |          |        |       |
|------|--------|--------|--------|---------|---------|---------|----------|----------|---------|----------|--------|-------|
| 3603 | 61,280 | 61,200 | 59,600 | 101,050 | 100,880 | 100,930 | 1147,660 | 1150,420 | 673,900 | 1144,870 | 12,050 | 2,929 |
| 3651 | 60,060 | 58,890 | 58,760 | 101,160 | 101,120 | 101,310 | 1157,370 | 1158,660 | 687,100 | 1154,790 | 12,770 | 3,317 |
| 3652 | 56,300 | 59,360 | 60,150 | 98,030  | 101,150 | 101,520 | 1155,410 | 1157,740 | 688,800 | 1152,160 | 10,090 | 3,030 |
| 3653 | 60,190 | 62,070 | 61,110 | 100,620 | 101,120 | 101,230 | 1154,690 | 1157,570 | 682,600 | 1151,160 | 10,910 | 2,454 |
| 4551 | 61,740 | 61,060 | 63,680 | 100,900 | 101,610 | 100,620 | 1129,410 | 1137,160 | 663,700 | 1124,320 | 8,620  | 1,928 |
| 4552 | 61,970 | 61,860 | 58,700 | 101,350 | 101,400 | 100,660 | 1142,130 | 1148,390 | 668,000 | 1133,770 | 11,410 | 2,424 |
| 4553 | 63,090 | 62,020 | 61,780 | 100,750 | 100,890 | 97,700  | 1153,480 | 1158,660 | 672,400 | 1149,210 | 11,650 | 2,662 |
| 4601 | 62,030 | 57,950 | 61,860 | 101,330 | 101,260 | 93,800  | 1105,290 | 1112,860 | 667,700 | 1091,030 | 9,000  | 3,275 |
| 4602 | 62,530 | 60,360 | 60,550 | 101,120 | 101,130 | 99,380  | 1127,920 | 1135,670 | 672,500 | 1115,230 | 9,160  | 3,357 |
| 4603 | 62,020 | 62,210 | 62,240 | 99,300  | 100,350 | 97,990  | 1140,780 | 1146,320 | 684,600 | 1136,600 | 11,400 | 2,375 |
| 4651 | 61,500 | 61,710 | 61,490 | 101,030 | 101,150 | 100,980 | 1138,020 | 1147,990 | 703,800 | 1131,930 | 9,670  | 2,525 |
| 4652 | 61,840 | 60,330 | 62,360 | 99,890  | 101,360 | 101,320 | 1133,900 | 1142,010 | 701,300 | 1128,830 | 11,740 | 3,427 |
| 4653 | 61,820 | 62,930 | 63,200 | 101,200 | 100,950 | 100,790 | 1155,250 | 1161,940 | 718,200 | 1151,130 | 12,030 | 2,854 |
| 5551 | 61,280 | 63,860 | 64,090 | 100,890 | 99,370  | 100,590 | 1113,190 | 1118,380 | 640,200 | 1108,690 | 10,190 | 1,998 |
| 5552 | 55,220 | 62,930 | 63,190 | 96,700  | 101,350 | 100,250 | 1097,090 | 1101,070 | 632,200 | 1092,180 | 8,710  | 2,721 |
| 5553 | 63,050 | 62,010 | 61,210 | 99,490  | 100,950 | 101,290 | 1124,060 | 1130,120 | 651,200 | 1117,350 | 10,220 | 2,316 |
| 5651 | 61,970 | 54,830 | 62,280 | 101,100 | 101,210 | 93,700  | 1134,460 | 1138,040 | 660,070 | 1130,510 | 13,810 | 2,656 |
| 5652 | 62,570 | 56,930 | 61,970 | 100,060 | 100,720 | 98,870  | 1145,880 | 1150,420 | 668,300 | 1142,190 | 12,340 | 2,208 |
| 5653 | 60,120 | 62,510 | 58,600 | 101,260 | 101,010 | 98,240  | 1138,930 | 1140,010 | 662,600 | 1134,470 | 10,030 | 2,354 |
| 5601 | 57,700 | 60,500 | 61,120 | 93,900  | 100,650 | 100,410 | 1130,270 | 1134,030 | 658,900 | 1125,070 | 10,270 | 2,251 |
| 5602 | 62,080 | 59,170 | 61,720 | 92,800  | 101,160 | 100,700 | 1115,810 | 1120,340 | 650,200 | 1110,340 | 10,940 | 2,427 |
| 5603 | 59,660 | 63,380 | 61,790 | 100,680 | 100,680 | 100,950 | 1105,990 | 1112,820 | 631,900 | 1101,840 | 6,870  | 2,041 |
| 6551 | 61,660 | 61,140 | 60,750 | 100,840 | 101,070 | 95,970  | 1103,590 | 1121,800 | 659,300 | 1100,720 | 9,480  | 2,348 |
| 6552 | 60,010 | 59,400 | 59,480 | 100,010 | 101,300 | 101,080 | 1141,400 | 1154,950 | 684,000 | 1140,280 | 9,730  | 2,655 |
| 6553 | 60,130 | 60,220 | 59,610 | 101,030 | 101,190 | 99,260  | 1140,900 | 1152,220 | 682,800 | 1139,980 | 9,250  | 2,221 |
| 6601 | 60,780 | 58,800 | 55,840 | 93,730  | 100,660 | 100,040 | 1129,250 | 1141,660 | 680,400 | 1127,720 | 9,710  | 2,239 |
| 6602 | 59,190 | 59,240 | 60,130 | 101,350 | 101,310 | 101,170 | 1143,630 | 1156,450 | 687,800 | 1141,180 | 9,650  | 2,588 |
| 6603 | 59,150 | 59,000 | 59,570 | 101,220 | 101,020 | 101,190 | 1152,440 | 1167,190 | 695,000 | 1151,200 | 10,210 | 2,485 |

|      |        |        |        |         |         |         |          |          |         |          |        |       |
|------|--------|--------|--------|---------|---------|---------|----------|----------|---------|----------|--------|-------|
| 6651 | 59,740 | 49,000 | 59,960 | 101,310 | 101,130 | 98,870  | 1153,310 | 1163,370 | 692,200 | 1151,790 | 9,610  | 2,865 |
| 6652 | 60,390 | 60,240 | 59,490 | 100,970 | 101,000 | 100,920 | 1151,140 | 1158,010 | 686,400 | 1149,770 | 9,800  | 2,183 |
| 6653 | 60,580 | 61,230 | 61,560 | 101,030 | 100,920 | 100,870 | 1153,190 | 1165,940 | 693,500 | 1151,220 | 9,780  | 2,176 |
| 7551 | 55,710 | 61,350 | 60,470 | 97,120  | 100,940 | 100,350 | 1129,450 | 1137,780 | 664,700 | 1128,230 | 6,810  | 3,070 |
| 7552 | 59,500 | 60,540 | 60,830 | 101,230 | 101,050 | 101,190 | 1162,440 | 1166,110 | 692,700 | 1161,110 | 9,500  | 3,176 |
| 7553 | 59,250 | 59,500 | 59,900 | 101,220 | 101,350 | 101,330 | 1152,070 | 1155,430 | 680,200 | 1149,830 | 10,010 | 2,713 |
| 7601 | 59,020 | 58,430 | 60,980 | 100,780 | 100,950 | 101,010 | 1157,290 | 1160,010 | 684,400 | 1155,900 | 10,080 | 3,060 |
| 7602 | 60,000 | 59,450 | 60,070 | 101,270 | 101,190 | 100,800 | 1159,010 | 1163,270 | 688,500 | 1157,550 | 10,370 | 2,775 |
| 7603 | 61,010 | 60,270 | 58,960 | 101,210 | 101,000 | 100,650 | 1144,960 | 1148,630 | 674,700 | 1142,070 | 9,900  | 2,887 |
| 7651 | 58,970 | 59,090 | 61,120 | 101,010 | 101,110 | 101,150 | 1153,780 | 1157,750 | 682,900 | 1151,930 | 9,970  | 3,010 |
| 7652 | 59,100 | 59,280 | 60,650 | 101,080 | 100,800 | 100,770 | 1151,700 | 1154,100 | 680,700 | 1150,440 | 10,270 | 2,273 |
| 7653 | 59,920 | 60,070 | 59,700 | 100,900 | 100,150 | 100,980 | 1162,940 | 1166,490 | 693,600 | 1161,090 | 10,130 | 2,534 |
| 8551 | 62,220 | 62,310 | 60,440 | 99,740  | 100,250 | 100,720 | 1143,120 | 1157,580 | 674,300 | 1142,880 | 9,390  | 2,891 |
| 8552 | 62,970 | 60,660 | 62,320 | 100,920 | 100,280 | 100,920 | 1141,380 | 1151,170 | 672,600 | 1134,500 | 9,830  | 2,952 |
| 8553 | 61,970 | 59,340 | 62,140 | 101,060 | 100,920 | 99,030  | 1139,170 | 1151,120 | 669,000 | 1136,020 | 10,030 | 2,691 |
| 8601 | 51,030 | 51,680 | 51,270 | 101,060 | 100,840 | 101,000 | 961,690  | 971,170  | 568,200 | 958,700  | 8,870  | 2,454 |
| 8602 | 57,290 | 61,140 | 60,920 | 96,300  | 101,230 | 99,020  | 1135,270 | 1148,770 | 675,900 | 1134,430 | 9,780  | 2,094 |
| 8603 | 61,900 | 60,620 | 59,250 | 101,420 | 101,280 | 99,580  | 1143,170 | 1159,980 | 678,700 | 1142,720 | 10,120 | 2,415 |
| 8651 | 60,750 | 62,780 | 63,140 | 101,210 | 100,830 | 101,240 | 1156,920 | 1166,820 | 681,800 | 1153,750 | 11,130 | 2,484 |
| 8652 | 61,970 | 62,650 | 59,450 | 100,930 | 101,370 | 100,080 | 1147,120 | 1156,070 | 674,300 | 1144,980 | 10,870 | 2,684 |
| 8653 | 62,030 | 61,620 | 58,410 | 100,940 | 101,010 | 101,210 | 1154,680 | 1167,950 | 683,400 | 1151,730 | 11,930 | 3,006 |
| 9551 | 62,700 | 61,620 | 62,620 | 101,670 | 101,580 | 100,930 | 1148,110 | 1153,600 | 656,500 | 1146,930 | 10,330 | 1,996 |
| 9552 | 62,610 | 61,600 | 61,610 | 101,390 | 101,130 | 101,190 | 1144,820 | 1150,640 | 654,300 | 1141,800 | 9,610  | 2,373 |
| 9553 | 62,130 | 63,510 | 62,810 | 101,270 | 101,570 | 101,570 | 1143,510 | 1149,420 | 652,100 | 1141,180 | 7,900  | 3,801 |
| 9601 | 60,730 | 62,150 | 62,390 | 101,060 | 101,030 | 100,990 | 1152,370 | 1158,280 | 664,500 | 1149,180 | 10,110 | 2,334 |
| 9602 | 61,390 | 60,760 | 59,530 | 101,280 | 101,650 | 101,540 | 1151,710 | 1158,960 | 663,900 | 1158,370 | 10,420 | 2,169 |
| 9603 | 62,600 | 61,430 | 60,800 | 101,240 | 101,830 | 101,420 | 1155,330 | 1162,090 | 668,700 | 1153,910 | 9,130  | 1,874 |
| 9651 | 61,130 | 61,030 | 61,780 | 101,130 | 101,470 | 101,010 | 1157,650 | 1163,030 | 673,900 | 1156,090 | 11,200 | 2,453 |

|       |        |        |        |         |         |         |          |          |         |          |        |       |
|-------|--------|--------|--------|---------|---------|---------|----------|----------|---------|----------|--------|-------|
| 9652  | 61,550 | 61,970 | 60,830 | 101,010 | 101,050 | 100,730 | 1160,760 | 1167,500 | 679,500 | 1159,400 | 10,450 | 2,206 |
| 9653  | 62,160 | 61,460 | 62,590 | 101,110 | 101,240 | 101,540 | 1158,640 | 1164,100 | 675,200 | 1157,840 | 8,600  | 2,169 |
| 10551 | 63,120 | 61,010 | 61,300 | 101,250 | 101,080 | 101,220 | 1143,400 | 1145,800 | 661,800 | 1140,600 | 16,150 | 2,170 |
| 10552 | 61,110 | 60,340 | 59,680 | 101,130 | 100,850 | 100,730 | 1147,800 | 1151,300 | 624,400 | 1146,000 | 14,770 | 2,648 |
| 10553 | 63,220 | 62,410 | 62,150 | 100,250 | 99,910  | 100,900 | 1143,300 | 1150,000 | 684,000 | 1141,300 | 13,800 | 2,328 |
| 10601 | 62,910 | 62,900 | 66,430 | 101,530 | 102,390 | 101,770 | 1144,000 | 1149,500 | 653,400 | 1141,800 | 11,590 | 4,192 |
| 10602 | 60,700 | 63,430 | 61,150 | 100,760 | 100,810 | 100,710 | 1151,600 | 1159,800 | 659,200 | 1150,600 | 13,900 | 3,112 |
| 10603 | 62,390 | 60,630 | 62,070 | 100,990 | 100,940 | 101,000 | 1150,400 | 1155,800 | 619,200 | 1149,400 | 12,570 | 2,757 |
| 10651 | 62,830 | 63,250 | 60,720 | 101,720 | 101,490 | 101,650 | 1151,500 | 1153,100 | 658,100 | 1144,300 | 10,980 | 3,049 |
| 10652 | 62,120 | 60,520 | 61,660 | 100,980 | 101,180 | 100,350 | 1155,600 | 1166,200 | 617,200 | 1150,900 | 15,280 | 2,998 |
| 10653 | 61,460 | 60,940 | 61,160 | 101,140 | 101,130 | 100,020 | 1157,900 | 1163,100 | 630,900 | 1154,300 | 13,690 | 3,437 |
| 11551 | 60,500 | 60,760 | 59,610 | 100,800 | 101,190 | 101,170 | 1144,060 | 1148,450 | 675,100 | 1142,320 | 11,620 | 2,121 |
| 11552 | 60,070 | 60,490 | 60,620 | 101,160 | 101,360 | 101,270 | 1145,000 | 1149,300 | 673,800 | 1143,190 | 10,540 | 2,825 |
| 11553 | 59,630 | 59,720 | 59,650 | 100,800 | 100,760 | 100,910 | 1144,180 | 1147,850 | 678,400 | 1142,830 | 11,750 | 2,765 |
| 11601 | 60,640 | 59,170 | 58,890 | 100,810 | 101,100 | 100,970 | 1152,140 | 1155,250 | 683,900 | 1151,530 | 12,230 | 4,011 |
| 11602 | 59,680 | 58,730 | 59,760 | 101,340 | 101,290 | 101,210 | 1156,210 | 1159,740 | 691,100 | 1155,730 | 12,060 | 2,358 |
| 11603 | 59,080 | 59,050 | 58,660 | 101,240 | 101,430 | 101,190 | 1149,140 | 1153,340 | 685,500 | 1148,760 | 12,370 | 2,167 |
| 11651 | 59,290 | 60,110 | 60,580 | 101,020 | 101,090 | 100,770 | 1157,720 | 1160,780 | 687,000 | 1156,680 | 11,050 | 2,942 |
| 11652 | 58,200 | 58,840 | 59,830 | 101,480 | 101,850 | 101,320 | 1158,570 | 1161,140 | 692,100 | 1157,630 | 11,370 | 3,081 |
| 11653 | 58,860 | 59,850 | 60,140 | 101,010 | 100,620 | 100,400 | 1157,640 | 1160,190 | 689,900 | 1156,660 | 11,640 | 3,378 |
| 12551 | 60,940 | 60,350 | 60,200 | 101,290 | 101,520 | 100,970 | 1147,710 | 1151,320 | 673,400 | 1146,880 | 10,420 | 2,578 |
| 12552 | 60,020 | 60,460 | 59,890 | 100,840 | 100,930 | 101,000 | 1147,250 | 1149,930 | 678,800 | 1146,650 | 11,640 | 2,685 |
| 12553 | 59,770 | 59,790 | 59,420 | 101,140 | 101,410 | 101,050 | 1143,080 | 1147,380 | 679,100 | 1142,290 | 11,510 | 2,449 |
| 12601 | 60,200 | 60,530 | 60,260 | 101,160 | 100,820 | 101,430 | 1152,440 | 1155,450 | 679,500 | 1151,680 | 9,310  | 1,694 |
| 12602 | 59,630 | 59,030 | 59,810 | 101,190 | 101,300 | 101,120 | 1153,870 | 1156,980 | 687,100 | 1153,670 | 11,090 | 2,434 |
| 12603 | 59,750 | 59,550 | 59,900 | 100,900 | 100,870 | 100,930 | 1155,230 | 1159,070 | 689,800 | 1154,600 | 11,360 | 2,299 |
| 12651 | 60,270 | 59,320 | 59,610 | 100,790 | 101,010 | 100,740 | 1159,870 | 1163,210 | 691,500 | 1159,280 | 11,220 | 2,788 |
| 12652 | 60,570 | 60,740 | 59,590 | 100,970 | 101,230 | 101,060 | 1157,640 | 1161,830 | 688,200 | 1156,880 | 10,720 | 2,817 |

|       |        |        |        |         |         |         |          |          |         |          |        |       |
|-------|--------|--------|--------|---------|---------|---------|----------|----------|---------|----------|--------|-------|
| 12653 | 59,930 | 59,130 | 59,810 | 101,300 | 101,320 | 101,210 | 1156,990 | 1160,100 | 687,100 | 1156,090 | 10,120 | 2,379 |
|-------|--------|--------|--------|---------|---------|---------|----------|----------|---------|----------|--------|-------|

**Tabla de datos sin valores atípicos**

| Probeta | Altura (mm) |        |        | Diámetro (mm) |         |         | Peso (g) | Mss (g)  | M sumergida(g) | Masa horno (g) 110 °C | Estabilidad (kN) | Flujo (mm) |
|---------|-------------|--------|--------|---------------|---------|---------|----------|----------|----------------|-----------------------|------------------|------------|
|         |             |        |        |               |         |         |          |          |                |                       |                  |            |
| 1551    | 63,110      | 65,130 | 63,710 | 100,540       | 100,840 | 100,190 | 1147,100 | 1154,800 | 626,100        | 1136,200              | 12,240           | 3,096      |
| 1553    | 65,160      | 64,720 | 62,890 | 100,970       | 100,790 | 99,370  | 1132,000 | 1141,300 | 639,140        | 1129,100              | 12,110           | 2,694      |
| 1602    | 66,250      | 63,440 | 63,700 | 101,100       | 101,170 | 100,240 | 1146,800 | 1155,600 | 602,400        | 1140,700              | 11,940           | 3,378      |
| 1603    | 63,230      | 64,420 | 62,810 | 101,400       | 101,200 | 99,970  | 1143,800 | 1154,000 | 604,900        | 1139,500              | 13,250           | 2,906      |
| 1652    | 62,420      | 64,320 | 63,830 | 101,060       | 100,760 | 100,300 | 1158,300 | 1167,800 | 618,200        | 1152,000              | 14,640           | 3,672      |
| 1653    | 64,560      | 62,940 | 63,390 | 101,180       | 101,020 | 100,500 | 1074,400 | 1085,500 | 651,700        | 1150,600              | 13,590           | 3,673      |
| 2552    | 61,540      | 60,620 | 61,500 | 101,010       | 100,730 | 100,900 | 1127,800 | 1134,000 | 648,300        | 1124,730              | 9,420            | 1,916      |
| 2553    | 60,380      | 60,280 | 60,570 | 101,110       | 100,930 | 101,160 | 1140,900 | 1147,400 | 656,000        | 1139,830              | 10,350           | 2,198      |
| 2602    | 61,420      | 61,250 | 60,230 | 101,130       | 101,040 | 101,140 | 1113,300 | 1118,300 | 667,200        | 1109,230              | 9,860            | 2,532      |
| 2603    | 59,200      | 59,980 | 60,200 | 100,980       | 100,700 | 100,760 | 1130,700 | 1133,600 | 639,600        | 1127,380              | 10,860           | 2,818      |
| 2652    | 62,610      | 58,550 | 61,490 | 100,850       | 100,760 | 100,740 | 1155,500 | 1157,900 | 647,600        | 1152,310              | 14,240           | 3,278      |
| 2653    | 59,890      | 60,890 | 59,820 | 100,960       | 100,870 | 100,820 | 1151,300 | 1154,800 | 658,300        | 1148,160              | 15,620           | 2,602      |
| 3551    | 61,770      | 62,020 | 59,420 | 100,920       | 100,730 | 100,960 | 1143,310 | 1145,490 | 671,900        | 1140,160              | 11,340           | 2,911      |
| 3552    | 60,770      | 60,940 | 60,250 | 100,900       | 101,030 | 99,940  | 1146,810 | 1151,510 | 677,500        | 1143,500              | 10,220           | 3,061      |
| 3553    | 59,790      | 60,220 | 61,340 | 101,310       | 100,760 | 100,090 | 1144,890 | 1149,630 | 673,300        | 1142,210              | 10,710           | 2,384      |
| 3601    | 60,740      | 60,940 | 60,680 | 101,060       | 101,180 | 101,050 | 1150,090 | 1153,180 | 672,500        | 1147,560              | 11,740           | 2,464      |
| 3602    | 60,740      | 62,320 | 62,230 | 100,930       | 100,350 | 100,250 | 1149,350 | 1152,330 | 672,100        | 1146,230              | 10,690           | 2,333      |
| 3603    | 61,280      | 61,200 | 59,600 | 101,050       | 100,880 | 100,930 | 1147,660 | 1150,420 | 673,900        | 1144,870              | 12,050           | 2,929      |
| 3652    | 56,300      | 59,360 | 60,150 | 98,030        | 101,150 | 101,520 | 1155,410 | 1157,740 | 688,800        | 1152,160              | 10,090           | 3,030      |
| 3653    | 60,190      | 62,070 | 61,110 | 100,620       | 101,120 | 101,230 | 1154,690 | 1157,570 | 682,600        | 1151,160              | 10,910           | 2,454      |

|      |        |        |        |         |         |         |          |          |         |          |        |       |
|------|--------|--------|--------|---------|---------|---------|----------|----------|---------|----------|--------|-------|
| 4552 | 61,970 | 61,860 | 58,700 | 101,350 | 101,400 | 100,660 | 1142,130 | 1148,390 | 668,000 | 1133,770 | 11,410 | 2,424 |
| 4553 | 63,090 | 62,020 | 61,780 | 100,750 | 100,890 | 97,700  | 1153,480 | 1158,660 | 672,400 | 1149,210 | 11,650 | 2,662 |
| 4601 | 62,030 | 57,950 | 61,860 | 101,330 | 101,260 | 93,800  | 1105,290 | 1112,860 | 667,700 | 1091,030 | 9,000  | 3,275 |
| 4602 | 62,530 | 60,360 | 60,550 | 101,120 | 101,130 | 99,380  | 1127,920 | 1135,670 | 672,500 | 1115,230 | 9,160  | 3,357 |
| 4652 | 61,840 | 60,330 | 62,360 | 99,890  | 101,360 | 101,320 | 1133,900 | 1142,010 | 701,300 | 1128,830 | 11,740 | 3,427 |
| 4653 | 61,820 | 62,930 | 63,200 | 101,200 | 100,950 | 100,790 | 1155,250 | 1161,940 | 718,200 | 1151,130 | 12,030 | 2,854 |
| 5551 | 61,280 | 63,860 | 64,090 | 100,890 | 99,370  | 100,590 | 1113,190 | 1118,380 | 640,200 | 1108,690 | 10,190 | 1,998 |
| 5553 | 63,050 | 62,010 | 61,210 | 99,490  | 100,950 | 101,290 | 1124,060 | 1130,120 | 651,200 | 1117,350 | 10,220 | 2,316 |
| 5651 | 61,970 | 54,830 | 62,280 | 101,100 | 101,210 | 93,700  | 1134,460 | 1138,040 | 660,070 | 1130,510 | 13,810 | 2,656 |
| 5652 | 62,570 | 56,930 | 61,970 | 100,060 | 100,720 | 98,870  | 1145,880 | 1150,420 | 668,300 | 1142,190 | 12,340 | 2,208 |
| 5601 | 57,700 | 60,500 | 61,120 | 93,900  | 100,650 | 100,410 | 1130,270 | 1134,030 | 658,900 | 1125,070 | 10,270 | 2,251 |
| 5602 | 62,080 | 59,170 | 61,720 | 92,800  | 101,160 | 100,700 | 1115,810 | 1120,340 | 650,200 | 1110,340 | 10,940 | 2,427 |
| 6551 | 61,660 | 61,140 | 60,750 | 100,840 | 101,070 | 95,970  | 1103,590 | 1121,800 | 659,300 | 1100,720 | 9,480  | 2,348 |
| 6552 | 60,010 | 59,400 | 59,480 | 100,010 | 101,300 | 101,080 | 1141,400 | 1154,950 | 684,000 | 1140,280 | 9,730  | 2,655 |
| 6553 | 60,130 | 60,220 | 59,610 | 101,030 | 101,190 | 99,260  | 1140,900 | 1152,220 | 682,800 | 1139,980 | 9,250  | 2,221 |
| 6601 | 60,780 | 58,800 | 55,840 | 93,730  | 100,660 | 100,040 | 1129,250 | 1141,660 | 680,400 | 1127,720 | 9,710  | 2,239 |
| 6602 | 59,190 | 59,240 | 60,130 | 101,350 | 101,310 | 101,170 | 1143,630 | 1156,450 | 687,800 | 1141,180 | 9,650  | 2,588 |
| 6603 | 59,150 | 59,000 | 59,570 | 101,220 | 101,020 | 101,190 | 1152,440 | 1167,190 | 695,000 | 1151,200 | 10,210 | 2,485 |
| 6652 | 60,390 | 60,240 | 59,490 | 100,970 | 101,000 | 100,920 | 1151,140 | 1158,010 | 686,400 | 1149,770 | 9,800  | 2,183 |
| 6653 | 60,580 | 61,230 | 61,560 | 101,030 | 100,920 | 100,870 | 1153,190 | 1165,940 | 693,500 | 1151,220 | 9,780  | 2,176 |
| 7552 | 59,500 | 60,540 | 60,830 | 101,230 | 101,050 | 101,190 | 1162,440 | 1166,110 | 692,700 | 1161,110 | 9,500  | 3,176 |
| 7553 | 59,250 | 59,500 | 59,900 | 101,220 | 101,350 | 101,330 | 1152,070 | 1155,430 | 680,200 | 1149,830 | 10,010 | 2,713 |
| 7601 | 59,020 | 58,430 | 60,980 | 100,780 | 100,950 | 101,010 | 1157,290 | 1160,010 | 684,400 | 1155,900 | 10,080 | 3,060 |
| 7602 | 60,000 | 59,450 | 60,070 | 101,270 | 101,190 | 100,800 | 1159,010 | 1163,270 | 688,500 | 1157,550 | 10,370 | 2,775 |
| 7603 | 61,010 | 60,270 | 58,960 | 101,210 | 101,000 | 100,650 | 1144,960 | 1148,630 | 674,700 | 1142,070 | 9,900  | 2,887 |
| 7651 | 58,970 | 59,090 | 61,120 | 101,010 | 101,110 | 101,150 | 1153,780 | 1157,750 | 682,900 | 1151,930 | 9,970  | 3,010 |
| 7653 | 59,920 | 60,070 | 59,700 | 100,900 | 100,150 | 100,980 | 1162,940 | 1166,490 | 693,600 | 1161,090 | 10,130 | 2,534 |
| 8551 | 62,220 | 62,310 | 60,440 | 99,740  | 100,250 | 100,720 | 1143,120 | 1157,580 | 674,300 | 1142,880 | 9,390  | 2,891 |

|       |        |        |        |         |         |         |          |          |         |          |        |       |
|-------|--------|--------|--------|---------|---------|---------|----------|----------|---------|----------|--------|-------|
| 8552  | 62,970 | 60,660 | 62,320 | 100,920 | 100,280 | 100,920 | 1141,380 | 1151,170 | 672,600 | 1134,500 | 9,830  | 2,952 |
| 8553  | 61,970 | 59,340 | 62,140 | 101,060 | 100,920 | 99,030  | 1139,170 | 1151,120 | 669,000 | 1136,020 | 10,030 | 2,691 |
| 8601  | 51,030 | 51,680 | 51,270 | 101,060 | 100,840 | 101,000 | 961,690  | 971,170  | 568,200 | 958,700  | 8,870  | 2,454 |
| 8602  | 57,290 | 61,140 | 60,920 | 96,300  | 101,230 | 99,020  | 1135,270 | 1148,770 | 675,900 | 1134,430 | 9,780  | 2,094 |
| 8603  | 61,900 | 60,620 | 59,250 | 101,420 | 101,280 | 99,580  | 1143,170 | 1159,980 | 678,700 | 1142,720 | 10,120 | 2,415 |
| 8651  | 60,750 | 62,780 | 63,140 | 101,210 | 100,830 | 101,240 | 1156,920 | 1166,820 | 681,800 | 1153,750 | 11,130 | 2,484 |
| 8652  | 61,970 | 62,650 | 59,450 | 100,930 | 101,370 | 100,080 | 1147,120 | 1156,070 | 674,300 | 1144,980 | 10,870 | 2,684 |
| 8653  | 62,030 | 61,620 | 58,410 | 100,940 | 101,010 | 101,210 | 1154,680 | 1167,950 | 683,400 | 1151,730 | 11,930 | 3,006 |
| 9551  | 62,700 | 61,620 | 62,620 | 101,670 | 101,580 | 100,930 | 1148,110 | 1153,600 | 656,500 | 1146,930 | 10,330 | 1,996 |
| 9552  | 62,610 | 61,600 | 61,610 | 101,390 | 101,130 | 101,190 | 1144,820 | 1150,640 | 654,300 | 1141,800 | 9,610  | 2,373 |
| 9601  | 60,730 | 62,150 | 62,390 | 101,060 | 101,030 | 100,990 | 1152,370 | 1158,280 | 664,500 | 1149,180 | 10,110 | 2,334 |
| 9602  | 61,390 | 60,760 | 59,530 | 101,280 | 101,650 | 101,540 | 1151,710 | 1158,960 | 663,900 | 1158,370 | 10,420 | 2,169 |
| 9603  | 62,600 | 61,430 | 60,800 | 101,240 | 101,830 | 101,420 | 1155,330 | 1162,090 | 668,700 | 1153,910 | 9,130  | 1,874 |
| 9651  | 61,130 | 61,030 | 61,780 | 101,130 | 101,470 | 101,010 | 1157,650 | 1163,030 | 673,900 | 1156,090 | 11,200 | 2,453 |
| 9652  | 61,550 | 61,970 | 60,830 | 101,010 | 101,050 | 100,730 | 1160,760 | 1167,500 | 679,500 | 1159,400 | 10,450 | 2,206 |
| 10552 | 61,110 | 60,340 | 59,680 | 101,130 | 100,850 | 100,730 | 1147,800 | 1151,300 | 624,400 | 1146,000 | 14,770 | 2,648 |
| 10553 | 63,220 | 62,410 | 62,150 | 100,250 | 99,910  | 100,900 | 1143,300 | 1150,000 | 684,000 | 1141,300 | 13,800 | 2,328 |
| 10602 | 60,700 | 63,430 | 61,150 | 100,760 | 100,810 | 100,710 | 1151,600 | 1159,800 | 659,200 | 1150,600 | 13,900 | 3,112 |
| 10603 | 62,390 | 60,630 | 62,070 | 100,990 | 100,940 | 101,000 | 1150,400 | 1155,800 | 619,200 | 1149,400 | 12,570 | 2,757 |
| 10652 | 62,120 | 60,520 | 61,660 | 100,980 | 101,180 | 100,350 | 1155,600 | 1166,200 | 617,200 | 1150,900 | 15,280 | 2,998 |
| 10653 | 61,460 | 60,940 | 61,160 | 101,140 | 101,130 | 100,020 | 1157,900 | 1163,100 | 630,900 | 1154,300 | 13,690 | 3,437 |
| 11552 | 60,070 | 60,490 | 60,620 | 101,160 | 101,360 | 101,270 | 1145,000 | 1149,300 | 673,800 | 1143,190 | 10,540 | 2,825 |
| 11553 | 59,630 | 59,720 | 59,650 | 100,800 | 100,760 | 100,910 | 1144,180 | 1147,850 | 678,400 | 1142,830 | 11,750 | 2,765 |
| 11602 | 59,680 | 58,730 | 59,760 | 101,340 | 101,290 | 101,210 | 1156,210 | 1159,740 | 691,100 | 1155,730 | 12,060 | 2,358 |
| 11603 | 59,080 | 59,050 | 58,660 | 101,240 | 101,430 | 101,190 | 1149,140 | 1153,340 | 685,500 | 1148,760 | 12,370 | 2,167 |
| 11651 | 59,290 | 60,110 | 60,580 | 101,020 | 101,090 | 100,770 | 1157,720 | 1160,780 | 687,000 | 1156,680 | 11,050 | 2,942 |
| 11652 | 58,200 | 58,840 | 59,830 | 101,480 | 101,850 | 101,320 | 1158,570 | 1161,140 | 692,100 | 1157,630 | 11,370 | 3,081 |
| 11653 | 58,860 | 59,850 | 60,140 | 101,010 | 100,620 | 100,400 | 1157,640 | 1160,190 | 689,900 | 1156,660 | 11,640 | 3,378 |

|       |        |        |        |         |         |         |          |          |         |          |        |       |
|-------|--------|--------|--------|---------|---------|---------|----------|----------|---------|----------|--------|-------|
| 12551 | 60,940 | 60,350 | 60,200 | 101,290 | 101,520 | 100,970 | 1147,710 | 1151,320 | 673,400 | 1146,880 | 10,420 | 2,578 |
| 12552 | 60,020 | 60,460 | 59,890 | 100,840 | 100,930 | 101,000 | 1147,250 | 1149,930 | 678,800 | 1146,650 | 11,640 | 2,685 |
| 12553 | 59,770 | 59,790 | 59,420 | 101,140 | 101,410 | 101,050 | 1143,080 | 1147,380 | 679,100 | 1142,290 | 11,510 | 2,449 |
| 12602 | 59,630 | 59,030 | 59,810 | 101,190 | 101,300 | 101,120 | 1153,870 | 1156,980 | 687,100 | 1153,670 | 11,090 | 2,434 |
| 12603 | 59,750 | 59,550 | 59,900 | 100,900 | 100,870 | 100,930 | 1155,230 | 1159,070 | 689,800 | 1154,600 | 11,360 | 2,299 |
| 12651 | 60,270 | 59,320 | 59,610 | 100,790 | 101,010 | 100,740 | 1159,870 | 1163,210 | 691,500 | 1159,280 | 11,220 | 2,788 |
| 12652 | 60,570 | 60,740 | 59,590 | 100,970 | 101,230 | 101,060 | 1157,640 | 1161,830 | 688,200 | 1156,880 | 10,720 | 2,817 |
| 12653 | 59,930 | 59,130 | 59,810 | 101,300 | 101,320 | 101,210 | 1156,990 | 1160,100 | 687,100 | 1156,090 | 10,120 | 2,379 |

## Anexo 4. Factor de corrección para estabilidad

Tabla 748 - 1. Factor de corrección de la estabilidad medida

| VOLUMEN DE LA<br>PROBETA<br>cm <sup>3</sup> | ESPESOR DE LA<br>PROBETA |      | FACTOR DE<br>CORRECCIÓN |
|---|--------------------------|------|-------------------------|
|   | mm                       | pg-  |                         |
| 200 a 213                                   | 25.4                     | 1.00 | 5.56                    |
| 214 a 225                                   | 27.0                     | 1.06 | 5.00                    |
| 226 a 237                                   | 28.6                     | 1.12 | 4.55                    |
| 238 a 250                                   | 30.2                     | 1.19 | 4.17                    |
| 251 a 264                                   | 31.8                     | 1.25 | 3.85                    |
| 265 a 276                                   | 33.3                     | 1.31 | 3.57                    |
| 277 a 289                                   | 34.9                     | 1.38 | 3.33                    |
| 290 a 301                                   | 36.5                     | 1.44 | 3.03                    |
| 302 a 316                                   | 38.1                     | 1.50 | 2.78                    |
| 317 a 328                                   | 39.7                     | 1.56 | 2.50                    |
| 329 a 340                                   | 41.3                     | 1.62 | 2.27                    |
| 341 a 353                                   | 42.9                     | 1.69 | 2.08                    |
| 354 a 367                                   | 44.4                     | 1.75 | 1.92                    |
| 368 a 379                                   | 46.0                     | 1.81 | 1.79                    |
| 380 a 392                                   | 47.6                     | 1.88 | 1.67                    |
| 393 a 405                                   | 49.2                     | 1.94 | 1.56                    |
| 406 a 420                                   | 50.8                     | 2.00 | 1.47                    |
| 421 a 431                                   | 52.4                     | 2.06 | 1.39                    |
| 432 a 443                                   | 54.0                     | 2.12 | 1.32                    |
| 444 a 456                                   | 55.6                     | 2.19 | 1.25                    |
| 457 a 470                                   | 57.2                     | 2.25 | 1.19                    |
| 471 a 482                                   | 58.7                     | 2.31 | 1.14                    |
| 483 a 495                                   | 60.3                     | 2.38 | 1.09                    |
| 496 a 508                                   | 61.9                     | 2.44 | 1.04                    |
| 509 a 522                                   | 63.5                     | 2.50 | 1.00                    |
| 523 a 535                                   | 65.1                     | 2.56 | 0.96                    |
| 536 a 546                                   | 66.7                     | 2.62 | 0.93                    |
| 547 a 559                                   | 68.3                     | 2.69 | 0.89                    |
| 560 a 573                                   | 69.8                     | 2.75 | 0.86                    |
| 574 a 585                                   | 71.4                     | 2.81 | 0.83                    |
| 586 a 598                                   | 73.0                     | 2.88 | 0.81                    |
| 599 a 610                                   | 74.6                     | 2.94 | 0.78                    |
| 611 a 626                                   | 76.2                     | 3.00 | 0.76                    |

## Anexo 5. Criterios para aceptación o rechazo de valores en estabilidad y flujo Marshall

### 9 PRECISIÓN

---

- 9.1 *Estabilidad Marshall* – Los criterios para juzgar la aceptabilidad de los resultados del ensayo de estabilidad Marshall efectuado de acuerdo con este método de ensayo, se muestran a continuación. Se considera como resultado de un ensayo, el promedio de las estabilidades de 3 especímenes. El elevado rango aceptable de 2 resultados obtenidos en diferentes laboratorios, indica que este ensayo no se debe realizar para programas de aceptación de materiales que comparen los resultados de varios laboratorios.

| ENSAYO Y TIPO DE ÍNDICE      | COEFICIENTE DE VARIACIÓN (% DEL PROMEDIO) (1s %) | RANGO ACEPTABLE ENTRE 2 RESULTADOS (% DEL PROMEDIO) (d2s %) |
|------------------------------|--|---|
| Precisión un solo operador   | 6  | 16  |
| Precisión entre laboratorios | 16   | 43  |

- 9.2 *Flujo Marshall* – Los criterios para juzgar la aceptabilidad de los resultados del ensayo de flujo Marshall efectuado de acuerdo con este método de ensayo, se muestran a continuación. Se considera como resultado de un ensayo, el promedio de los flujos de 3 especímenes. El elevado rango aceptable de 2 resultados obtenidos en diferentes laboratorios, indica que este ensayo no se debe realizar para programas de aceptación de materiales que comparen los resultados de varios laboratorios.

| ENSAYO Y TIPO DE ÍNDICE      | COEFICIENTE DE VARIACIÓN (% DEL PROMEDIO) (1s %) | RANGO ACEPTABLE ENTRE 2 RESULTADOS (% DEL PROMEDIO) (d2s %) |
|------------------------------|--|---|
| Precisión un solo operador   | 9  | 26  |
| Precisión entre laboratorios | 20   | 58  |

## Anexo 6. Resultados ensayo Marshall diseño preliminar

|                        | Probeta | Altura (mm) | Diámetro (mm) | Peso (g) | Mss (g)  | M sumergida (g) | Masa horno (g) 110 | Estabilida d (kN) | Flujo (mm) |
|------------------------|---------|-------------|---------------|----------|----------|-----------------|--------------------|-------------------|------------|
| MDC-19<br>NORMAL<br>11 | 5,5     | 61,473      | 101,073       | 1145,300 | 1149,180 | 668,500         | 1145,430           | 10,820            | 1,828      |
|                        | 5,5     | 60,133      | 101,123       | 1145,060 | 1147,210 | 673,800         | 1145,500           | 9,430             | 2,688      |
|                        | 6       | 60,530      | 101,133       | 1153,830 | 1157,670 | 683,900         | 1154,310           | 11,020            | 2,120      |
|                        | 6       | 60,037      | 101,127       | 1156,160 | 1160,280 | 686,100         | 1156,090           | 10,580            | 2,173      |
|                        | 6,5     | 60,830      | 101,110       | 1160,620 | 1163,250 | 685,700         | 1160,430           | 11,670            | 2,467      |
|                        | 6,5     | 60,090      | 101,127       | 1160,230 | 1162,400 | 689,800         | 1160,230           | 11,340            | 2,375      |
| MDC-19<br>LIG 11       | 5,5     | 62,630      | 101,107       | 1150,160 | 1156,950 | 660,500         | 1150,660           | 7,320             | 2,163      |
|                        | 5,5     | 62,543      | 101,107       | 1151,560 | 1156,870 | 661,200         | 1151,770           | 7,890             | 2,267      |
|                        | 6       | 63,607      | 101,127       | 1154,890 | 1161,420 | 672,400         | 1154,680           | 6,210             | 2,618      |
|                        | 6       | 62,981      | 101,117       | 1155,320 | 1162,340 | 671,620         | 1155,290           | 8,560             | 2,701      |
|                        | 6,5     | 61,100      | 101,140       | 1166,260 | 1171,330 | 686,600         | 1166,780           | 8,920             | 2,601      |
|                        | 6,5     | 63,363      | 101,136       | 1164,890 | 1170,010 | 685,190         | 1164,780           | 9,010             | 2,693      |
| MSC-19<br>LIG 11       | 5,5     | 62,743      | 101,117       | 1146,740 | 1157,510 | 674,200         | 1146,450           | 8,350             | 2,242      |
|                        | 5,5     | 61,834      | 101,141       | 1147,890 | 1157,140 | 673,900         | 1147,120           | 8,120             | 2,456      |
|                        | 6       | 61,743      | 101,130       | 1157,520 | 1165,130 | 679,900         | 1157,590           | 8,910             | 2,242      |
|                        | 6       | 60,892      | 101,130       | 1155,910 | 1163,920 | 678,300         | 1155,560           | 8,780             | 2,372      |
|                        | 6,5     | 62,477      | 101,137       | 1163,530 | 1170,660 | 684,800         | 1163,800           | 9,410             | 1,972      |
|                        | 6,5     | 61,349      | 101,127       | 1164,120 | 1170,920 | 682,800         | 1164,780           | 9,900             | 2,209      |
| MDC-19<br>11 SBS       | 5,5     | 62,367      | 101,133       | 1149,250 | 1157,750 | 666,500         | 1150,080           | 8,570             | 2,354      |
|                        | 5,5     | 62,675      | 101,123       | 1151,740 | 1157,340 | 664,890         | 1151,680           | 8,120             | 2,653      |
|                        | 6       | 61,863      | 100,870       | 1155,570 | 1162,360 | 676,000         | 1156,010           | 8,350             | 2,576      |
|                        | 6       | 62,455      | 101,091       | 1156,230 | 1163,220 | 675,980         | 1155,970           | 9,230             | 2,723      |
|                        | 6,5     | 61,700      | 101,157       | 1157,800 | 1164,780 | 677,100         | 1157,460           | 10,560            | 1,878      |
|                        | 6,5     | 62,989      | 101,128       | 1158,560 | 1166,190 | 677,230         | 1158,230           | 10,090            | 2,012      |
| MSC-19<br>11 SBS       | 5,5     | 62,413      | 101,097       | 1148,020 | 1157,020 | 664,100         | 1148,320           | 8,020             | 2,732      |
|                        | 5,5     | 61,894      | 101,150       | 1147,459 | 1155,730 | 665,760         | 1147,110           | 8,560             | 2,507      |
|                        | 6       | 62,727      | 101,133       | 1153,510 | 1162,270 | 674,100         | 1154,060           | 8,520             | 2,068      |
|                        | 6       | 63,052      | 101,123       | 1152,040 | 1161,230 | 673,670         | 1153,010           | 8,820             | 2,432      |
|                        | 6,5     | 61,377      | 101,127       | 1157,280 | 1166,850 | 682,800         | 1157,880           | 9,490             | 3,603      |
|                        | 6,5     | 62,769      | 101,137       | 1159,670 | 1167,940 | 682,400         | 1159,230           | 9,810             | 2,998      |
| MDC-19<br>BAL          | 5,5     | 61,757      | 101,123       | 1152,910 | 1157,020 | 671,400         | 1152,310           | 8,420             | 2,191      |
|                        | 5,5     | 61,545      | 101,123       | 1150,450 | 1156,640 | 670,800         | 1150,470           | 8,980             | 2,334      |
|                        | 6       | 62,310      | 101,133       | 1159,410 | 1166,380 | 681,100         | 1160,200           | 7,470             | 2,715      |
|                        | 6       | 62,733      | 101,099       | 1157,890 | 1163,330 | 680,300         | 1157,700           | 8,670             | 2,673      |
|                        | 6,5     | 61,260      | 101,153       | 1160,990 | 1167,480 | 681,900         | 1160,310           | 9,480             | 2,688      |
|                        | 6,5     | 62,330      | 101,114       | 1159,450 | 1167,010 | 682,500         | 1159,880           | 10,110            | 2,742      |
|                        | 5,5     | 62,583      | 100,943       | 1153,280 | 1167,120 | 678,600         | 1154,900           | 7,330             | 2,278      |

|                   |     |        |         |          |          |         |          |       |       |
|-------------------|-----|--------|---------|----------|----------|---------|----------|-------|-------|
|                   | 5,5 | 61,780 | 101,141 | 1151,830 | 1164,560 | 677,200 | 1151,750 | 8,010 | 2,387 |
| MSC-19<br>BAL     | 6   | 62,453 | 101,133 | 1157,990 | 1168,710 | 680,500 | 1158,100 | 8,480 | 2,399 |
|                   | 6   | 63,110 | 101,122 | 1157,230 | 1169,120 | 680,300 | 1157,480 | 8,690 | 2,652 |
|                   | 6,5 | 62,130 | 101,123 | 1161,990 | 1172,620 | 686,200 | 1162,220 | 7,410 | 2,720 |
|                   | 6,5 | 62,860 | 101,198 | 1162,780 | 1172,450 | 687,200 | 1162,870 | 7,980 | 2,581 |
|                   | 5,5 | 61,410 | 100,993 | 1147,140 | 1153,240 | 670,000 | 1148,100 | 8,930 | 1,877 |
| MDC-19<br>BAL SBS | 5,5 | 62,750 | 101,141 | 1147,890 | 1154,010 | 671,400 | 1147,800 | 9,340 | 2,013 |
|                   | 6   | 60,460 | 101,197 | 1150,930 | 1156,370 | 677,800 | 1151,280 | 9,170 | 2,183 |
|                   | 6   | 60,930 | 101,184 | 1149,110 | 1157,340 | 677,100 | 1149,670 | 9,780 | 2,234 |
|                   | 6,5 | 60,477 | 101,133 | 1160,210 | 1163,910 | 684,300 | 1160,840 | 9,530 | 1,936 |
|                   | 6,5 | 62,460 | 101,157 | 1158,450 | 1162,910 | 684,800 | 1159,210 | 9,650 | 2,001 |
| MSC-19<br>BAL SBS | 5,5 | 62,797 | 101,123 | 1150,820 | 1161,950 | 673,600 | 1151,130 | 8,550 | 2,381 |
|                   | 5,5 | 61,980 | 100,991 | 1151,230 | 1160,670 | 672,500 | 1151,670 | 7,890 | 2,445 |
|                   | 6   | 62,463 | 101,023 | 1157,080 | 1169,520 | 680,700 | 1158,080 | 8,710 | 2,787 |
|                   | 6   | 62,550 | 101,163 | 1155,380 | 1167,990 | 680,500 | 1156,010 | 8,560 | 2,878 |
|                   | 6,5 | 63,333 | 101,140 | 1160,870 | 1172,740 | 684,200 | 1161,110 | 7,500 | 2,728 |
|                   | 6,5 | 62,810 | 101,112 | 1161,780 | 1171,810 | 685,200 | 1161,660 | 8,230 | 2,734 |

**Anexo 7. Resultado análisis volumétrico en las mezclas asfálticas**

|                        | Probeta | Estabilidad (kN) | Flujo (mm) | Estabilidad corregida (kN) | Relación Estabilidad/flujo (kN/mm) | Gmb   | Gmm   | Va     | VFA    | VAM    |
|------------------------|---------|------------------|------------|----------------------------|------------------------------------|-------|-------|--------|--------|--------|
| MDC-19<br>NORMAL<br>11 | 5,5     | 10,820           | 1,828      | 11,361                     | 6,215                              | 2,383 | 2,581 | 7,677  | 58,234 | 18,381 |
|                        | 5,5     | 9,430            | 2,688      | 10,279                     | 3,824                              | 2,420 | 2,581 | 6,253  | 63,478 | 17,122 |
|                        | 6       | 11,020           | 2,120      | 11,902                     | 5,614                              | 2,436 | 2,560 | 4,817  | 71,647 | 16,990 |
|                        | 6       | 10,580           | 2,173      | 11,638                     | 5,356                              | 2,438 | 2,560 | 4,753  | 71,934 | 16,934 |
|                        | 6,5     | 11,670           | 2,467      | 12,487                     | 5,062                              | 2,430 | 2,539 | 4,285  | 75,724 | 17,651 |
|                        | 6,5     | 11,340           | 2,375      | 12,474                     | 5,252                              | 2,455 | 2,539 | 3,299  | 80,366 | 16,802 |
| MDC-19<br>LIG 11       | 5,5     | 7,320            | 2,163      | 7,466                      | 3,452                              | 2,318 | 2,592 | 10,580 | 48,674 | 20,613 |
|                        | 5,5     | 7,890            | 2,267      | 8,048                      | 3,550                              | 2,324 | 2,592 | 10,353 | 49,280 | 20,411 |
|                        | 6       | 6,210            | 2,618      | 6,210                      | 2,372                              | 2,361 | 2,571 | 8,160  | 58,268 | 19,553 |
|                        | 6       | 8,560            | 2,701      | 8,902                      | 3,296                              | 2,354 | 2,571 | 8,430  | 57,403 | 19,789 |
|                        | 6,5     | 8,920            | 2,601      | 9,366                      | 3,601                              | 2,407 | 2,549 | 5,568  | 69,783 | 18,427 |
|                        | 6,5     | 9,010            | 2,693      | 9,280                      | 3,446                              | 2,402 | 2,549 | 5,747  | 69,069 | 18,581 |
| MSC-19<br>LIG 11       | 5,5     | 8,350            | 2,242      | 8,517                      | 3,799                              | 2,372 | 2,559 | 7,304  | 60,677 | 18,576 |
|                        | 5,5     | 8,120            | 2,456      | 8,445                      | 3,438                              | 2,374 | 2,559 | 7,237  | 60,916 | 18,516 |
|                        | 6       | 8,910            | 2,242      | 9,266                      | 4,133                              | 2,386 | 2,571 | 7,209  | 61,122 | 18,543 |
|                        | 6       | 8,780            | 2,372      | 9,482                      | 3,998                              | 2,380 | 2,571 | 7,446  | 60,289 | 18,751 |
|                        | 6,5     | 9,410            | 1,972      | 9,598                      | 4,867                              | 2,395 | 2,517 | 4,834  | 74,079 | 18,647 |
|                        | 6,5     | 9,900            | 2,209      | 10,395                     | 4,706                              | 2,386 | 2,517 | 5,194  | 72,597 | 18,956 |
| MDC-19<br>11 SBS       | 5,5     | 8,570            | 2,354      | 8,827                      | 3,750                              | 2,341 | 2,590 | 9,626  | 51,417 | 19,813 |
|                        | 5,5     | 8,120            | 2,653      | 8,364                      | 3,153                              | 2,339 | 2,590 | 9,720  | 51,146 | 19,897 |
|                        | 6       | 8,350            | 2,576      | 8,684                      | 3,371                              | 2,377 | 2,569 | 7,469  | 60,729 | 19,020 |
|                        | 6       | 9,230            | 2,723      | 9,507                      | 3,491                              | 2,372 | 2,569 | 7,639  | 60,146 | 19,169 |
|                        | 6,5     | 10,560           | 1,878      | 10,982                     | 5,848                              | 2,373 | 2,547 | 6,828  | 65,107 | 19,568 |
|                        | 6,5     | 10,090           | 2,012      | 10,191                     | 5,065                              | 2,369 | 2,547 | 7,010  | 64,462 | 19,725 |
| MSC-19<br>11 SBS       | 5,5     | 8,020            | 2,732      | 8,261                      | 3,024                              | 2,330 | 2,581 | 9,732  | 51,422 | 20,033 |
|                        | 5,5     | 8,560            | 2,507      | 8,902                      | 3,551                              | 2,341 | 2,581 | 9,284  | 52,721 | 19,636 |
|                        | 6       | 8,520            | 2,068      | 8,776                      | 4,244                              | 2,364 | 2,559 | 7,626  | 60,445 | 19,280 |
|                        | 6       | 8,820            | 2,432      | 8,908                      | 3,663                              | 2,365 | 2,559 | 7,595  | 60,551 | 19,253 |
|                        | 6,5     | 9,490            | 3,603      | 10,059                     | 2,792                              | 2,392 | 2,538 | 5,752  | 69,339 | 18,758 |
|                        | 6,5     | 9,810            | 2,998      | 10,202                     | 3,403                              | 2,388 | 2,538 | 5,931  | 68,640 | 18,913 |
| MDC-19<br>BAL          | 5,5     | 8,420            | 2,191      | 8,757                      | 3,997                              | 2,373 | 2,591 | 8,410  | 55,089 | 18,726 |
|                        | 5,5     | 8,980            | 2,334      | 9,519                      | 4,078                              | 2,368 | 2,591 | 8,598  | 54,492 | 18,892 |
|                        | 6       | 7,470            | 2,715      | 7,694                      | 2,834                              | 2,391 | 2,569 | 6,939  | 62,584 | 18,545 |
|                        | 6       | 8,670            | 2,673      | 9,017                      | 3,373                              | 2,397 | 2,569 | 6,707  | 63,434 | 18,342 |
|                        | 6,5     | 9,480            | 2,688      | 10,049                     | 3,738                              | 2,390 | 2,548 | 6,209  | 67,358 | 19,021 |
|                        | 6,5     | 10,110           | 2,742      | 10,211                     | 3,724                              | 2,394 | 2,548 | 6,036  | 68,014 | 18,872 |

|         |     |       |       |        |       |       |       |       |        |        |
|---------|-----|-------|-------|--------|-------|-------|-------|-------|--------|--------|
|         | 5,5 | 7,330 | 2,278 | 7,477  | 3,282 | 2,364 | 2,584 | 8,515 | 54,827 | 18,850 |
|         | 5,5 | 8,010 | 2,387 | 8,330  | 3,490 | 2,363 | 2,584 | 8,548 | 54,724 | 18,879 |
| MSC-19  | 6   | 8,480 | 2,399 | 8,650  | 3,606 | 2,372 | 2,563 | 7,432 | 60,895 | 19,004 |
| BAL     | 6   | 8,690 | 2,652 | 8,777  | 3,310 | 2,368 | 2,563 | 7,597 | 60,329 | 19,149 |
|         | 6,5 | 7,410 | 2,720 | 7,484  | 2,752 | 2,389 | 2,541 | 5,983 | 68,262 | 18,851 |
|         | 6,5 | 7,980 | 2,581 | 8,299  | 3,215 | 2,396 | 2,541 | 5,704 | 69,352 | 18,610 |
|         | 5,5 | 8,930 | 1,877 | 9,198  | 4,900 | 2,376 | 2,594 | 8,407 | 54,859 | 18,624 |
|         | 5,5 | 9,340 | 2,013 | 9,433  | 4,686 | 2,378 | 2,594 | 8,311 | 55,167 | 18,539 |
| MDC-19  | 6   | 9,170 | 2,183 | 9,812  | 4,495 | 2,406 | 2,575 | 6,592 | 63,457 | 18,038 |
| BAL SBS | 6   | 9,780 | 2,234 | 10,465 | 4,684 | 2,394 | 2,575 | 7,047 | 61,780 | 18,437 |
|         | 6,5 | 9,530 | 1,936 | 10,292 | 5,316 | 2,420 | 2,557 | 5,351 | 70,232 | 17,975 |
|         | 6,5 | 9,650 | 2,001 | 9,747  | 4,871 | 2,425 | 2,557 | 5,187 | 70,913 | 17,834 |
|         | 5,5 | 8,550 | 2,381 | 8,636  | 3,627 | 2,357 | 2,585 | 8,813 | 53,827 | 19,087 |
|         | 5,5 | 7,890 | 2,445 | 8,127  | 3,324 | 2,359 | 2,585 | 8,737 | 54,064 | 19,019 |
| MSC-19  | 6   | 8,710 | 2,787 | 8,884  | 3,188 | 2,369 | 2,567 | 7,708 | 59,658 | 19,107 |
| BAL SBS | 6   | 8,560 | 2,878 | 8,731  | 3,034 | 2,371 | 2,567 | 7,622 | 59,952 | 19,031 |
|         | 6,5 | 7,500 | 2,728 | 7,575  | 2,777 | 2,377 | 2,548 | 6,741 | 65,039 | 19,280 |
|         | 6,5 | 8,230 | 2,734 | 8,312  | 3,040 | 2,387 | 2,548 | 6,326 | 66,565 | 18,922 |