



Asociación Mexicana del Asfalto, A.C

Titulo:

**"Obtención de Asfaltos Oxidados para la Fabricación de Membranas Asfálticas a partir de Crudos Mexicanos". Experiencias de Laboratorio.**

Autor:

**Ing. Gustavo C. Bacchetta**

Dirección:

**Portela 501 (1406) Ciudad de Buenos Aires, Argentina**

TEL/FAX:

**+5411-4612-7248**

e-mail:

**[info@e-asfalto.com](mailto:info@e-asfalto.com)**

entidad:

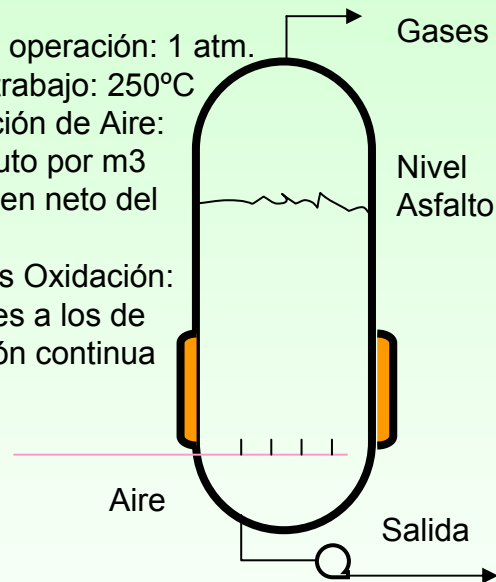
**[www.e-asfalto.com](http://www.e-asfalto.com)**

## Tecnologías para Elaboración Ligantes Alto Índice Penetración y Oxidados

Ligantes convencionales más duros y aquellos de alto índice de penetración, comúnmente denominados “multigrado”, intentan desplazar a los ligantes modificados con polímeros por motivos económicos y de actuación. Los procesos químicos de oxidación del asfalto colaboran en el desarrollo de este tipo de tecnología.

### Proceso Oxidación “Batch”

- \* Presión operación: 1 atm.
- \* Temp. trabajo: 250°C
- \* Proporción de Aire: 1m<sup>3</sup>/minuto por m<sup>3</sup> de volumen neto del reactor
- \* Tiempos Oxidación: Superiores a los de producción continua



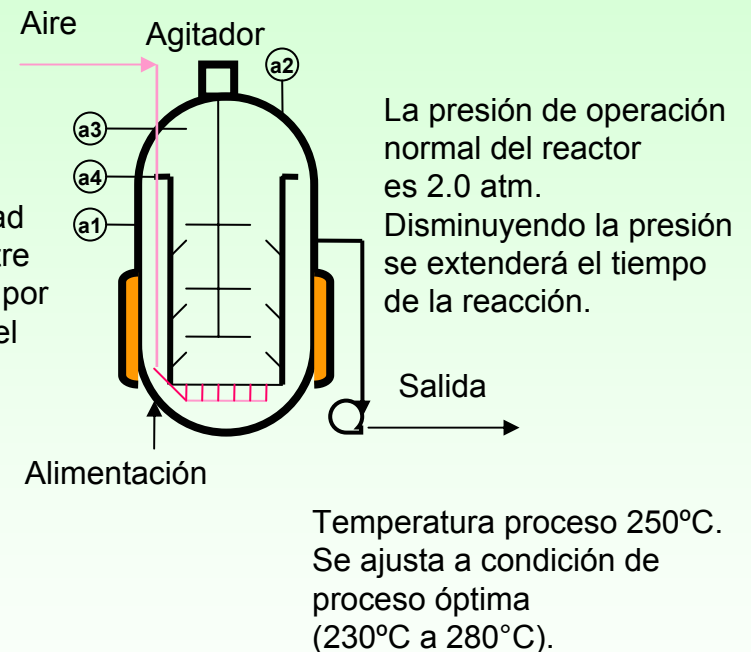
### VARIABLES del PROCESO & CONTROLES

- \* La calidad de la alimentación (distribución de asfaltenos, resinas, aromáticos y aceites)
- \* Tiempo de residencia (TRR)
- \* La temperatura de proceso, inicial (TIO) y final (TFO)
- \* La presión de la reacción (P)
- \* Caudal de aire (CAU)

Es importante observar la relación entre estos factores para determinar las condiciones de operación óptimas para la composición de la alimentación seleccionada.

### Proceso Oxidación “Continua”

La proporción de aire depende del tipo de alimentación y la calidad producida, estando entre 0.35 y 0.55 m<sup>3</sup>/minuto por m<sup>3</sup> de volumen neto del reactor.



La presión de operación normal del reactor es 2.0 atm. Disminuyendo la presión se extenderá el tiempo de la reacción.

Temperatura proceso 250°C. Se ajusta a condición de proceso óptima (230°C a 280°C).

## Dimensiones de Diseño de la Planta Piloto

### 1) Proceso de Oxidación:

Es un proceso químico que altera la composición química del asfalto. El asfalto está constituido por una fina dispersión coloidal de asfaltenos y maltenos. Los maltenos actúan como la fase continua que dispersa a los asfaltenos. Las propiedades físicas de los asfaltos obtenidos por destilación permiten a los mismos ser dúctiles, maleables y reológicamente aptos para su utilización como materias primas para elaborar productos para el mercado vial. Al "soplar" oxígeno sobre una masa de asfalto en caliente se produce una mayor cantidad de asfaltenos en detrimento de los maltenos, ocasionando así de esta manera una mayor fragilidad, mayor resistencia a las altas temperatura y una variación de las condiciones reológicas iniciales.

### 2) Alimentaciones

Se utilizó Asfalto para caminos que producen las refinerías de petróleo PEMEX AC-20 y PEMEX AC-5

### 3) Temperatura de la Alimentación:

Se debe calentar el asfalto a una temperatura no menor de 200°C y ser incorporado al oxidador por su boca superior. Esta luego se cerrará de acuerdo a su unión doble danesa y su sello correspondiente.

### 4) Datos de la alimentación:

Se deberá realizar los ensayos de penetración a 25°C según Norma ASTM D5 y la de punto de ablandamiento Ring and Ball (R&B) de acuerdo a Norma ASTM D36 a cada partida que se utilice como muestra a oxidar en la Planta Piloto. Estos datos, serán de importancia para poder comenzar a obtener las curvas de oxidación (variación de la penetración y el punto de ablandamiento con el tiempo de residencia TRR en el equipo piloto)



### 5) Tecnología de la Oxidación:

La Planta piloto está diseñada para trabajar en sistema "batch" (proceso discontinuo) . Los datos obtenidos, serán los utilizados para ultimar los detalles de fabricación a escala industrial en proceso continuo.

### 6) Tiempo de residencia en el Reactor (TRR)

Se refiere al tiempo necesario para obtener las especificaciones a cumplir de los productos terminados

7) Caudal de aire a utilizar (CAU) \*  
1.0 dm<sup>3</sup>/ kg asfalto / minuto

## Dimensiones de Diseño de la Planta Piloto

### 8) Temperatura inicial de oxidación (TIO)

Es importante que la temperatura inicial de oxidación sea superior a los 180°C. Si bien la reacción de oxidación es exotérmica, comenzar con temperaturas menores a la determinada, hará que el tiempo de residencia en el reactor sea mayor, aumentando los costos de la reacción.

### 9) Temperatura final de oxidación (TFO)

La temperatura final de oxidación no debe superar los 290°C y debe mantenerse en ese nivel para la obtención de asfaltos sumamente oxidados.

## Dimensiones de Diseño de la Planta Piloto

Sin embargo, para asfaltos levemente sopladados (es el caso de obtención directa de asfaltos viales de alto índice de penetración), la temperatura de oxidación estará en el orden de los 250°C. Deberá tenerse sumo cuidado que la temperatura no supere los 300-320°C, dado que estamos en temperaturas cercanas al punto de inflamación de los asfaltos de obtención directa. La presencia del oxígeno del aire y la alta temperatura puede provocar la explosión del equipo con su consiguiente rotura y riesgo potencial hacia los operadores. En caso de llegar a esa temperatura, el equipo viene provisto con válvula de seguridad para el venteo inmediato del exceso de aire en el volumen superior de la planta piloto. Cuando el equipo esté presurizado entre valores de 1 a 2 Kg./cm<sup>2</sup> positivos, los riesgos potenciales de sobre calentamiento, disminuyen.

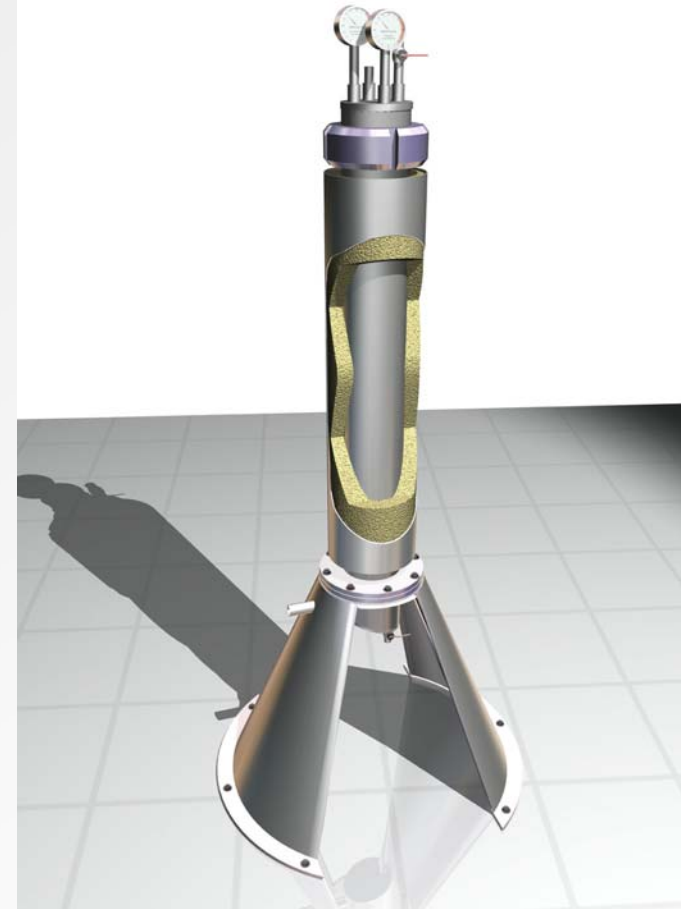
### 10) Presión dentro de la planta piloto (P) \*

Se mantendrá en valores de un rango de 1.5 a 2.0 Kg./cm<sup>2</sup>

\* CAU y P deben mantenerse constantes durante el tiempo de residencia (TRR)

### 9) Operacionalidad del Equipo:

Este deberá construirse en acero inoxidable para realizar las pruebas y ensayos piloto. Las conexiones están bridadas y perfectamente selladas. Deberá reunir las condiciones de seguridad en lo referente al aislamiento térmico y mantenimiento de la temperatura. La tapa inferior, que se mantiene fija durante los procesos de experimentación está atornillada con 12 tornillos y tuercas resistentes a la presión.



Diámetro (cm.)	10
Altura (cm.)	80
Volumen (cm <sup>3</sup> )	6.280
Volumen de asfalto neto a oxidar (cm <sup>3</sup> )	4.710
Relación Altura equipo / Diámetro	8
Altura Neta de Asfalto a oxidar (cm.)	60
Relación Altura Asfalto / Diámetro	6
Caudal de aire (dm <sup>3</sup> / Kg. asfalto / minuto)	1

## Operacionalidad del Equipo

Por otro lado, una junta resistente a la alta temperatura se insertará entre la tapa inferior y el cuerpo del oxidador piloto. Todas las conexiones (entrada de aire, salida, válvula de seguridad, salida de asfalto, control de la temperatura y manómetro) están colocadas en la tapa superior y la inferior del equipo.

La tapa superior está unida al equipo por una unión doble danesa que permitirá el ingreso del asfalto caliente en forma manual. Esta llevará un sello de viton resistente a la temperatura y a los gases provenientes de la oxidación del asfalto más el aire que no reaccione con el asfalto.

Luego de haber ingresado el asfalto en el cuerpo del oxidador, se comienza a ingresar aire abriendo la válvula del compresor de aire en forma constante, tomando el tiempo respectivo a cada ensayo en particular (desde 30 minutos hasta 4 horas), controlando la presión y la temperatura final de oxidación.

El aire ingresa por el inferior de la planta piloto, donde cuenta con un dispositivo dispersor de finas burbujas de aire. Estos pequeños agujeros tienen un diámetro de 2 (dos) milímetros, que permiten una fina dispersión de aire, provocando un íntimo contacto con el asfalto.

A medida que el asfalto base se oxida con el ingreso del aire, este se va endureciendo, disminuyendo su penetración, aumentando su viscosidad y su punto de ablandamiento. Es decir, que sus propiedades reológicas se modifican.

Dado que la reacción es exotérmica (existe aumento de la temperatura), se morigerará la acción de endurecimiento del asfalto.



## Resultados Obtenidos Oxidación Asfalto AC-5

Muestras	12	13	16	18	19	20
Masa (Kg.)	5,5	5,0				
Caudal Aire (l/minuto)	4,7					
Temperatura Inicio °C	200	190	215	200		
Presión Kg./cm2	1,5 / 2,0					
R&Ball °C / Penetración 1/10 mm						
1,50 horas	-	-	-	-	67/	-
2,00 horas	-	70/61	-	-	-	68/
3,00 horas	-	74/24	-	78/	-	-
3,50 horas	-	79/	-	-	-	-
3,75 horas	-	-	89/19	-	-	-
4,00 horas	81/27	-	-	-	-	-
5,00 horas	84/	-	-	-	-	-
6,00 horas	96/24	-	-	-	-	-
Temperatura Final °C	225	255	255	244	250	247
Temperatura Máxima °C	252	248	250	244	250	247

### Conclusiones de la Operatoria:

Caudal de Aire: 4,7 l/minuto, Presión: 1,5/2,0 Kg./m2

Temperatura de Inicio: 190°C, 3,5 hs R&B: 79°C **M13**

Temperatura de Inicio: 200°C, 3 hs R&B: 78°C; 4 hs R&B: 81°C **M12**

Temperatura de Inicio: 215°C, 3,75 hs R&B: 89°C **M16**

### Asfalto Base AC-5

\* Penetración 25°C: 150 1/10 mm

\* Punto de Ablandamiento: 45°C

\* Índice de Penetración: 0,0

### Recomendaciones:

\* Tiempo sugerido: 4 horas

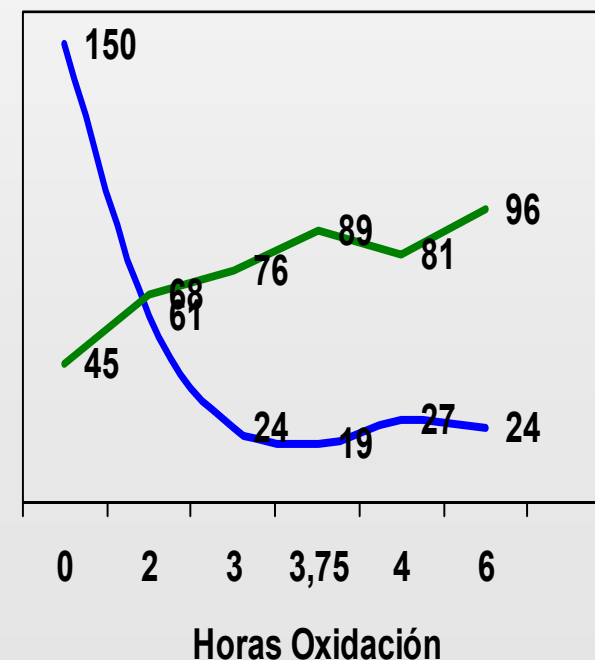
\* Temperatura de Inicio: 215°C

\* R&B final: 85°C

\* Penetración final: entre 25 y 30

\* Índice Penetración: +2,5

### Pen 25°C y R&B vs. Hs Oxidación





## Resultados Obtenidos Oxidación Asfalto AC-20

Muestras	14	17
Masa (Kg.)	5,0	
Caudal Aire (l/minuto)	4,7	
Temperatura Inicio °C	195	200
Presión Kg./cm2	1,5 / 2,0	
R&Ball °C / Penetración 1/10 mm		
1,50 horas	-	62
2,25 horas	68/44	-
3,50 horas	85/18	-
4,50 horas	88	-
6,00 horas	108/14	-
Temperatura Final °C	310	245
Temperatura Máxima °C	310	245

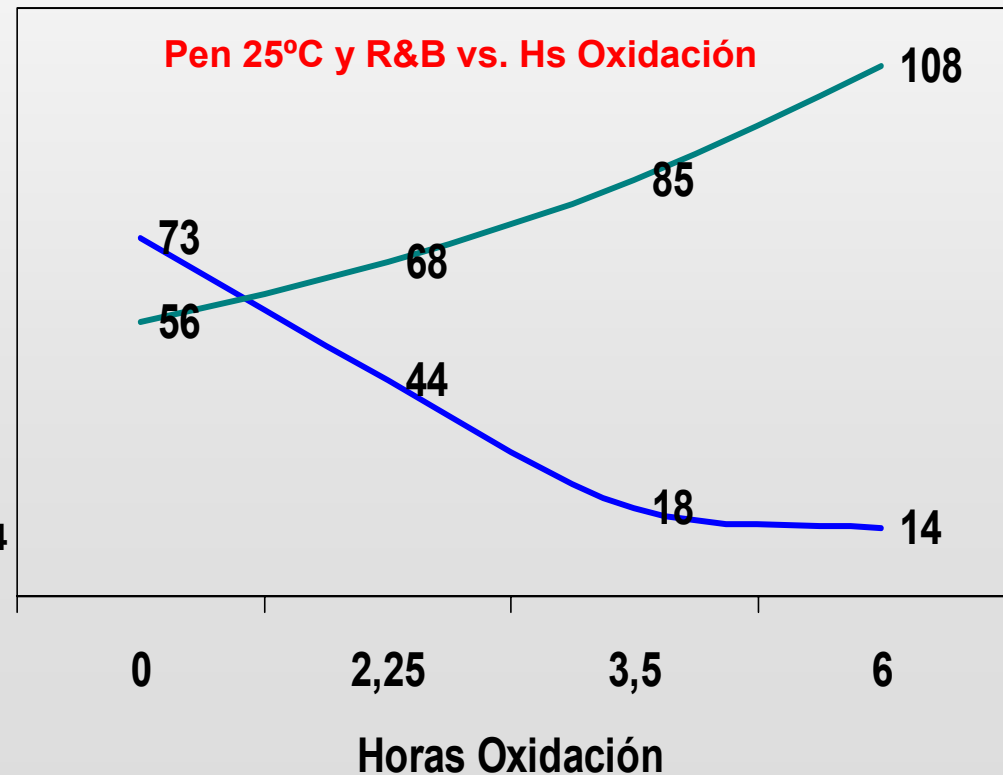
### Asfalto Base AC-20

- \* Penetración 25°C: 73 1/10 mm
- \* Punto de Ablandamiento: 56° C
- \* Índice de Penetración: + 0,8

### Recomendaciones:

Utilización Asfalto AC-20 para asfaltos muy duros y rígidos

- \* Tiempo sugerido: 6 horas
- \* Temperatura de Inicio: 195°C
- \* R&B final: 100-110°C
- \* Penetración final: entre 10 y 15



### Conclusiones de la Operatoria:

Caudal de Aire: 4,7 l/minuto, Presión: 1,5/2,0 Kg./m2  
 Temperatura de Inicio: 195°C, 3,5 hs R&B: 85°C **M14**  
 Temperatura de Inicio: 200°C,  
 preparado para asfaltos multigrados R&B: 62°C **M17**  
**A partir de los 300 °C se produjo descontrol del proceso de oxidación**

## Asfaltos Oxidados para Obtención Membranas para Techados

### Asfaltos Oxidados:

Son productos a los que se han modificado sus características por insuflación de aire a elevadas temperaturas. Están identificados por los valores medios de los rangos especificados de punto de ablandamiento en °C y de penetración 1/10 Mm. Poseen una gran variedad de uso industrial y especial, entre ellos distintas aplicaciones en techados, revestimientos de cañerías, sub. sellados asfálticos para rellenar cavidades debajo de pavimentos rígidos (hormigón) y como protección anticorrosivo para fundaciones de tanques, columnas y otras construcciones.

### Especificaciones Técnicas Asfaltos Oxidados

Características	Método de Ensayo	TIPO	
	ASTM	85 / 25	100 / 15
Densidad Relativa a 25/25° C mínimo	D 70	0.990	0.990
Punto de Ablandamiento (Anillo y Esfera), ° C	D 36	85 - 95	100 - 112
Punto de Inflamación (COC), ° C mínimo	D 92	230	230
Ductilidad a 25° C, 5cm/min., cm. min.	D 113	3	2
Solubilidad en Sulfuro de Carbono, % min.	D 2042	99	99
Penetración a 25° C, 100g, 5s, 1 / 10 mm	D 5	15 - 25	8-18
Pérdida por Calentamiento a 163° C durante 5 horas, % máx.	D 6	0.20	0.20

### Asfaltos Oxidados para Membranas Asfálticas

Son bases asfálticas oxidadas fluxadas con aceites aromáticos que lo adecuan a los requerimientos de la especificación. Sus aplicaciones están basadas en la fabricación de membranas asfálticas (techados, canales de riego, diques, etc.) y sellador de juntas de pavimentos de hormigón.

#### Especificaciones Asfaltos Membranas

- \* Punto de Ablandamiento (Anillo y Esfera), °C: **80-90°C**
- \* Penetración a 25° C, 100g, 5s, 1 / 10 mm: **25-30**
- \* Doblado en frío a 0°C: **Cumple**

## Incorporación Fillers en la Formulación

### Asfalto oxidado + fillers >>>> Asfalto para membranas

La mezcla con fillers permite mejorar la ecuación económica costo – beneficio del asfalto a utilizar para la obtención de membranas.

Para esto se mezcla en un recipiente adecuado los fillers en agitación lenta (60 rpm) durante un tiempo no menor a 15 minutos y a una temperatura no menor a 100°C por encima del punto de ablandamiento del asfalto obtenido en la planta piloto. El filler debe estar limpio y no formar grumos cuando mezcla con el asfalto. Se recomienda que el filler esté seco, no húmedo, salvo la humedad relativa al ambiente.

#### Se recomienda la utilización de las siguientes sustancias:

- \* Talco
- \* Cenizas de alto horno siderúrgico
- \* Carbonato de Calcio
- \* Limo
- \* Bentonita

\* En todos los casos de fillers a utilizar la relación de densidad entre el inerte / asfalto no debe superar a tres (3)

\* El tamaño de partícula no debe superar a tamiz # 200

\* Las concentraciones de fillers a utilizar deberán probarse de acuerdo a los ensayos finales de fabricación y test de membranas asfálticas, sugiriéndose valores de entre un 20 y un 80% de fillers sobre la masa asfáltica original en peso.

**Los valores encontrados en las pruebas realizadas han sido la incorporación de hasta un 35% de bentonita natural, con resultados satisfactorios**

## Ensayos de Aplicación

**Se fabricarán pequeños trozos de membranas asfálticas de tamaño de 15 \* 5 cm. de la siguiente manera:**

Sobre chapas de ese tamaño y una profundidad de 2 milímetros, se coloca una lámina foil de polietileno de aproximadamente 30 micrones de espesor y se vierte asfalto caliente a una temperatura de 120°C. Luego se tapa con otra lamina de polietileno del mismo espesor formando así un símil a la membrana a fabricar a escala industrial.

**Estas membranas así formadas se ensayarán en las siguientes condiciones:**

**\* Alta temperatura:**

En una estufa a una temperatura constante de 75°C se colocan los especímenes a ensayar sobre una superficie plana a un ángulo de 75° con respecto a la horizontal. Deberán permanecer sin deformarse durante un tiempo mínimo de 2 horas.

**\* Baja temperatura:**

En un refrigerador que mantenga la temperatura constante de -3°C, se colocan en agua con salmuera (12% de cloruro de sodio en agua corriente) muestras de membranas fabricadas durante un tiempo de 60 minutos totalmente sumergidas hasta que toda la masa de la membrana alcance esa temperatura final. Con un cilindro de tamaño de diámetro 20 mm (usualmente se utiliza palos de escoba de madera cortados en una longitud de 10 cm), se doblan las membranas enfiradas hasta un ángulo de 180°C. Se debe verificar que a esa temperatura la membrana fabricada no se quiebre ni se parte al realizar ese movimiento de doblez.

**Los valores encontrados en las pruebas realizadas han sido la incorporación de hasta un 35% de bentonita natural, con resultados satisfactorios para:**

**\* Alta Temperatura a 75°C**

**\* Baja Temperatura a 0°C**

## Asfalto de Alto Índice de Penetración

Para este tipo de producto a obtener, serán de suma importancia los valores de Índice de Penetración (IP) y la ductilidad del asfalto final. Existen dos maneras de obtener el producto final:

a) Realizar una fuerte oxidación del asfalto original hasta llegar a valores similares a los de asfaltos para membranas y luego mezclarlos con el mismo asfalto base en proporciones exactas hasta llegar a especificación. La mezcla entre los distintos asfaltos se realizará en el laboratorio con leve agitación (200-300 rpm) por un tiempo de 15 minutos a una temperatura de 180°C.

b) Realizar una leve oxidación en la planta piloto, hasta llegar a los valores de especificación, sin hacer mezclas con componentes no oxidados. El TRR dependerá del IP del asfalto base (se estima en no más de 90 minutos). Las especificaciones a cumplir serán las siguientes:

**\* TIPO I PEN 60/70 (clima cálido) \* TIPO II PEN 85/100 (clima templado)**

ESPECIFICACIONES TECNICAS CEMENTOS ASFALTICOS ALTO INDICE			
CARACTERISTICAS	METODO ENSAYO	TIPO	
	ASTM	60/70	85/100
Penetración 25°C, 100g, 5s, 1/10mm	D 5	60-70	85-100
Densidad Relativa a 25/25°C min	D 70	0.990	
Ductilidad a 25° C, 5cm/min, cm min	D 113	80	
Punto de Inflamación (COC), °C min	D 92	230	
ENSAYO EN PELICULA DELGADA			
Perdida por Calentamiento a 163°C durante 5 horas, % max			1
Penetración retenida a 25°C, 100g, 5s, (% del original) min	D 1754		50
Ductilidad del Residuo a 25°C, 5cm/min, cm min.			50
Solubilidad en 1,1,1 Tricloroetano % min	D 2042		99
Índice de Penetración (Pfeiffer)	---		+0.5/+2,0
Ensayo de Oliensis	AASHO T 102		Negativo
Los Cementos Asfálticos serán homogéneos, libre de agua y no formarán espuma al ser calentados a 170°C.			

Los valores más importantes de cambio son los de **índice de penetración** que deben estar entre **+0.5 y +2.0**.

Será de preferencia obtener los asfaltos de alto índice de penetración de forma directa por "**oxidación leve**", dado que se obtendrán productos más homogéneos en su composición molecular.

## Asfalto de Alto Índice de Penetración

Se realizaron diferentes mezclas de ligantes asfálticos obtenidos en la planta piloto de oxidación y aquellas bases que se utilizaron para su obtención. Luego se compararon resultados frente al ligante AC-20. Las comparaciones de resultados fueron realizadas con el Ensayo Marshall verificando Estabilidad y Fluencia frente a la especificación Mexicana y entre los mismos especímenes.

### Muestras Utilizadas:

Muestra	Mezcla	Pen 25°C	Ring & Ball	I.P.
Nº 2	70% AC-5 Oxid 3hs+30% AC-5 Puro	41	69	+2,4
Nº 3	50% AC-5 Oxid 3hs+50% AC-5Puro	61	60	+1,5
Nº 4	100% AC-20 Oxid 1,5 hs	29	62	+0,5
Nº 5	100% AC-5 Oxid 1,5 hs	56	67	+2.5
Nº 6	100% AC-20 Oxid 1,0 hs	40	60	+1.5
Nº 7	100% AC-20 Puro	73	56	+0.8

Los **agregados pétreos** utilizados en todos los especímenes fueron:

Mezcla de reolita alterada con piedra caliza (Material no triturado)

Pasa ½"	15%
Pasa ½" -3/8"	11%
Pasa 3/8" – Nº 4	15%
Pasa Nº 4 – Nº 10	12%
Pasa Nº 10	47%

### Especificación Marshall Norma SCT Mexicana

\* Estabilidad: 700 Kg. Mínimo

\* Fluencia: 2 a 4 mm

Las mezclas de concreto asfáltico fueron realizadas todas con el mismo dosaje de ligante asfáltico: 4.9%

## Asfalto de Alto Índice de Penetración

### Resultados Obtenidos:

Muestra	Mezcla	Estabilidad	Fluencia
Nº 2	70% AC-5 Oxid 3hs+30% AC-5 Puro	1.325	2,6
<b>Nº 3</b>	<b>50% AC-5 Oxid 3hs+50% AC-5Puro</b>	<b>1.535</b>	<b>2,8</b>
Nº 4	100% AC-20 Oxid 1,5 hs	1.405	2,2
<b>Nº 5</b>	<b>100% AC-5 Oxid 1,5 hs</b>	<b>1.680</b>	<b>2,5</b>
Nº 6	100% AC-20 Oxid 1,0 hs	1.350	2,4
Nº 7	100% AC-20 Puro	1.165	2,7

### Comparaciones frente a AC-20:

Muestra	Estabilidad	Fluencia
Nº 2	+14%	-4%
<b>Nº 3</b>	<b>+32%</b>	<b>+4%</b>
Nº 4	+21%	-18%
<b>Nº 5</b>	<b>+45%</b>	<b>-7%</b>
Nº 6	+16%	-11%

### Conclusiones:

Se desprende de los resultados obtenidos que las muestras Nº 3 y Nº 5 han obtenidos las mejores actuaciones en lo que se refieren al ensayo Marshall.

No obstante esto, se requerirá realizar otros ensayos mas específicos para demostrar las propiedades de estos ligantes obtenidos a nivel de planta piloto y luego su posterior evaluación a escala industrial.

## Tecnologías para Elaboración Ligantes Alto Índice Penetración y Oxidados



### Descripción del proceso continuo

El asfalto base se bombea del tanque de alimentación continuamente a la unidad de oxidación para garantizar el suministro constante a la unidad.

El asfalto base y si es requerido, el aceite aromático adicional se mezcla a la composición de la alimentación para encontrar la mejor calidad óptima para el producto respectivo.

Después de la operación de mezclado, la alimentación se calienta de la temperatura de almacenamiento de aproximadamente 120°C a la temperatura de proceso necesaria a la entrada del reactor a 200°C. Esto se hace en funcionamiento continuo por intercambio de calor entre la alimentación y el retorno del producto terminado caliente (260°C) vía aceite de transferencia térmica.

Para el comienzo de la operación y para la producción “batch”, el asfalto base tiene que ser precalentado a 200°C por medio de aceite de transferencia termico calentado por el intercambiador de aceite termico.



# Tecnologías para Elaboración Ligantes Alto Índice Penetración y Oxidados

## DESCRIPCIÓN del PROCESO

El Reactor consiste en tres componentes principales:

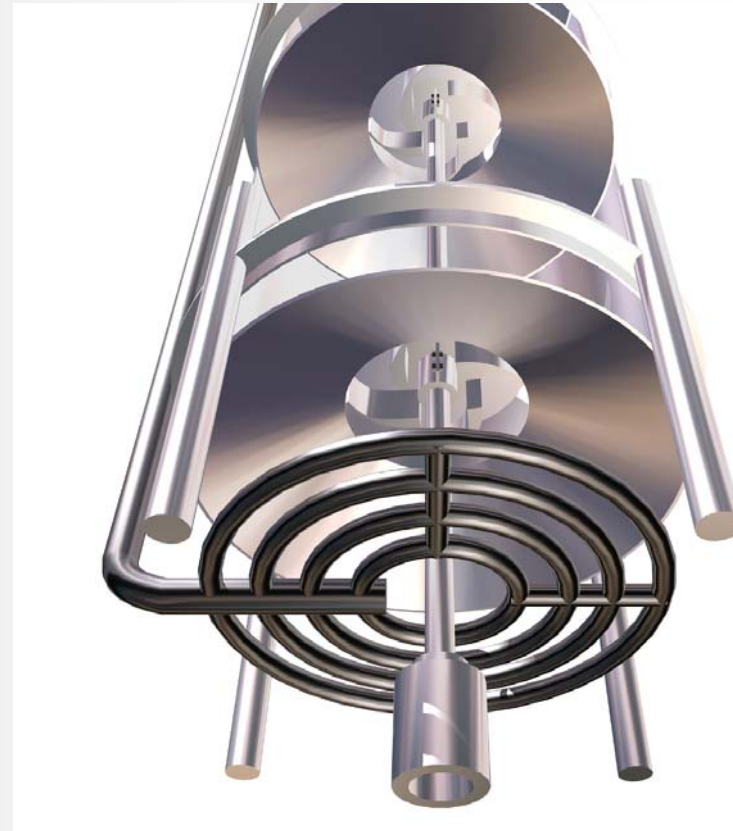
- \* Equipamiento de reactor
- \* El agitador, con mezcladores de disco de multi - etapas,
- \* El cilindro de la reacción, localizado concéntrico en el equipamiento del reactor y conteniendo un cono colectivo, localizado bajo el mezclador.

El proceso de oxidación precisamente controlado, se usa para producir asfalto de la calidad más alta de uno o varios componentes por alimentación.

En forma batch o modo continuo, el proceso es muy eficaz si opera en forma continua, sin embargo también puede operarse en batch. Ej. para manufacturar cantidades pequeñas de productos especiales).

En modo continuo, un flujo exactamente definido de alimentación entra al reactor al fondo del interior del Oxidador. Se alimenta aire comprimido a la reacción a través de la inyección de aire que se conduce en forma vertical por tuberías para ser introducido al fondo del reactor.

Puesto que el inyector de aire es grande en diámetro, las burbujas creadas al fondo de las cañerías son pequeñas y, como tal, minimiza la cantidad de oxígeno disponible a la entrada previniendo el calentamiento localizado del asfalto.



Por esto, se minimiza la formación de craqueo térmico y coque. El craqueo localizado en forma fuerte deteriora la calidad cuando se utiliza oxidaciones tradicionales en forma de batch o cuando los dispersores de aire no están bien diseñados. El éxito del diseño del proceso de oxidación es distribuir el aire al producto tan homogéneo y eficaz como sea posible:

**Muchas Gracias por  
su Atención....**