



Designación: D4402/D4402M – 15

Método de prueba estándar para la determinación de la viscosidad del asfalto a temperaturas elevadas utilizando un viscosímetro giratorio¹

Esta norma se emite bajo la designación denominada D4402/D4402M; El número inmediatamente posterior a la designación indica el año de adopción original o, en el caso de revisión, el año de la última revisión. Un número entre paréntesis indica el año de la última reaprobación. Una epsilon superíndice (') indica un cambio editorial desde la última revisión o reaprobación. Esta norma ha sido aprobada para su uso por agencias del Departamento de Defensa.

1. Alcance

1.1 Este método de prueba describe un procedimiento para medir la viscosidad aparente del asfalto de 38 a 260 ° C [100 a 500 ° F] utilizando un viscosímetro rotacional y una cámara térmica con temperatura controlada para mantener la temperatura de prueba.

1.2 Los valores indicados en unidades SI o en unidades de pulgada-libra se deben considerar por separado como estándar. Los valores establecidos en cada sistema pueden no ser equivalentes exactos; por lo tanto, cada sistema se usará independientemente del otro. La combinación de valores de los dos sistemas puede dar como resultado la no conformidad con el estándar.

1.3 Esta norma no pretende abordar todos los problemas de seguridad, si los hay, asociados con su uso. Es responsabilidad del usuario de esta norma establecer prácticas de seguridad y salud apropiadas y determinar la aplicabilidad de las limitaciones reglamentarias antes de su uso. Ver 10.6 para información de precaución específica.

2. Documentos de referencia

2.1 Estándares ASTM:²

E644 Métodos de prueba para probar termómetros de resistencia industrial

E1137 Especificación para termómetros industriales de resistencia de platino

E2975 Método de prueba para la calibración de viscosímetros rotacionales de cilindro concéntrico

3. Terminología

3.1 Definiciones:

¹Este método de prueba está bajo la jurisdicción del Comité D08 de ASTM sobre material para techado e impermeabilización y es responsabilidad directa del Subcomité D08.03 sobre Superficies y materiales bituminosos para la elaboración de membrana impermeabilizante y la preparación de material para techado.

Edición actual aprobada en Mayo 1, 2015. Publicada en Mayo de 2015. Aprobada originalmente en 1984. Última edición anterior aprobada en 2013 como D4402/D4402M – 13. DOI: 10.1520/D4402_D4402M-15.

²Para referirse a las normas ASTM, visite el sitio web de ASTM, www.astm.org, o póngase en contacto con el servicio de atención al cliente de ASTM en service@astm.org. Para obtener información sobre el Volumen Anual del Libro Anual de Normas de ASTM, consulte la página Resumen del Documento de la norma en el sitio web de ASTM

3.1.1 *viscosidad aparente*, n-la relación entre el esfuerzo cortante y la velocidad de corte para un líquido newtoniano o no newtoniano.

3.1.2 *relleno de asfalto*, n-una mezcla de asfalto que contiene materia mineral insoluble dispersa finamente.

3.1.3 *Líquido newtoniano*, n-a líquido para el cual la velocidad de corte es proporcional al esfuerzo cortante. La relación constante de la tensión de cizallamiento a la velocidad de cizallamiento es la viscosidad del líquido. La viscosidad de un líquido newtoniano, por lo tanto, no depende de su velocidad de corte. Si la relación no es constante, el líquido no es newtoniano. Muchos líquidos exhiben comportamiento newtoniano y no newtoniano, según la velocidad de corte o la temperatura, o ambos.

3.1.4 *tasa de cizallamiento*, n: la medida de la velocidad a la que las capas intermedias del líquido se mueven una con respecto a la otra. Su unidad de medida es el segundo recíproco (seg⁻¹).

3.1.5 *esfuerzo cortante*, n-la fuerza por unidad de área requerida para producir la acción de corte. Su unidad de medida SI es el pascal, y su unidad de medida cgs es dynes/cm².

3.1.6 *viscosidad*, n: la relación entre el esfuerzo cortante aplicado y la velocidad de corte se denomina coeficiente de viscosidad. Este coeficiente es una medida de la resistencia al flujo del líquido. La unidad de viscosidad SI es el segundo pascal (Pa·s). La unidad de viscosidad de centímetro gramo segundo (cgs) es el equilibrio (dyne·s/cm²) y es equivalente a 0.1 Pa·s. Con frecuencia, centipoise (cP) igual a un segundo milipascal (mPa·s) se usa como unidad de viscosidad.

3.2 Definiciones de Términos Específicos para este Estándar:

3.2.1 *geometría de medición del aparato*, n-la parte del equipo que está inmerso en la muestra de asfalto, cuyas dimensiones se utilizan, junto con el par de resistencia rotacional, para calcular la viscosidad aparente. Esta geometría puede ser referida por el fabricante del equipo como un husillo, bob, cilindro concéntrico interior, paleta, y así sucesivamente.

4. Resumen del Método de Prueba

4.1 Un viscosímetro rotacional, como se describe en este método de prueba, se usa para medir la viscosidad aparente del asfalto a temperaturas elevadas. El par en el aparato que mide la geometría, girando en un portamuestras controlado por termostato que contiene una muestra de asfalto, se usa para medir la resistencia relativa a la rotación.

Gri'r ct'{"r" xgmkcf "ug" wklk cp"r ct" fvgto kpt" r" xkueqkf cf "f gri' culcnq" gp" ugi wpf qu'r cuercu. ugi wpf qu'o kkr cuercu'q' egpkr qlugu0

5. Uí pñecpek'f' 'wuq

5.1 Gung" o ²vqf q" f g" r twgdc" ug" wuc" r ct" o gf k" r" xkueqkf cf " crctgpvg" f g" rqu" culcnq" f wcpvg" gri" o cpglq. " r" o gl er" q" rcu" vgo r gtcwtcu'f g'cr ñecelep0

5.2 Cri wpqu" culcnq" r wfg gp" gzj kdk" wp" eqo r qvco kpvq" pq" pgy vqkcpq" dclq" rcu" eqpf kelpgu" f g" gung" o ²vqf q" f g" r twgdc. " q" c" vgo r gtcwtcu'f gpvtq'f grtci q'f g'gung" o ²vqf q'f g' r twgdc0F cf q's wg' rqu" xcrqtgu'f g' xkueqkf cf "pq" pgy vqkcpq" pq" uqp" r tqr kcf cf gu" cduqnwcu. " ulpq" s'wg" tghgclp" gn'eqo r qvco kpvq" f gri' hmkf q' f gpvtq" f gri' ukugo c' f g" o gf kelp" r ct' wvrt. "ug' f gdg" tgeqpqeg" s'wg" rcu" o gf kelpgu" tgrk' cf cu" eqp" gung" o ²vqf q" f g" r twgdc" pq" ukgo r tg" r tgf kelp" gri' tgpf lo kpvq" f gri' eco r q' dclq" rcu' eqpf kelpgu' f g' wuq0Gung" o ²vqf q' f g' r twgdc" ug' wuc" r ct" o gf k" r" xkueqkf cf " crctgpvg" f g" rqu" culcnq" f wcpvg" gri" o cpglq. " r" o gl er" q' rcu" vgo r gtcwtcu'f g'cr ñecelep0

5.3 Las comparaciones entre los valores de viscosidad no newtonianos deben hacerse solo para las mediciones realizadas con condiciones similares de temperatura, velocidad de corte e historial de corte.

6. Aparatos

6.1 *Viscosímetro rotacional*, capaz de medir el torque requerido para rotar la geometría de medición seleccionada del aparato a una velocidad constante seleccionada mientras está sumergido en asfalto a la temperatura de prueba deseada constante, y con la capacidad de convertir la medición de torque a viscosidad en segundos pascuales, segundos milipascuales, o centipoise. Este cálculo puede necesitar hacerse manualmente para algunos instrumentos.

6.2 *Geometría de medición de aparatos*, de varias formas y tamaños, para la medición de diversas viscosidades del asfalto.

6.3 *Calentador de cámara térmica con control de temperatura*, para mantener la muestra de asfalto a la temperatura de prueba.

6.4 *Cámaras de muestra*, reutilizables o desechables.

6.5 *Controlador de temperatura*, capaz de mantener las temperaturas de la muestra a 61.0°C [62.0°F] para temperaturas de prueba entre 38 y 150 ° C [100 to 300°F] y a 62.0°C [64.0°F] para temperaturas de prueba entre 150 y 260 ° C [300 to 500°F].

6.6 Balanza, legible a 0.1 g, para determinar la masa de la muestra de asfalto.

6.7 *Termómetro de resistencia de platino (PRT)*, con una sonda que cumple con los requisitos de la especificación **E1137**, para medir la temperatura de la cámara térmica. El PRT debe tener una configuración de conexión de 3 o 4 hilos y la longitud total de la funda debe ser al menos 50 mm [2 in.] Mayor que la profundidad de inmersión. Calibre el sistema PRT (sonda y lectura) de acuerdo con los Métodos de prueba **E644**.

7. Reactivos y materiales

7.1 Disolventes para limpiar la cámara de muestras, la geometría de medición del aparato y los accesorios.

8. Preparación del aparato

8.1 El viscosímetro rotacional y el calentador de la cámara térmica deben nivelarse y prepararse según lo recomendado por el fabricante del instrumento.

9. Calibración y estandarización

9.1 El viscosímetro debe ponerse a cero antes de su uso, o según sea necesario, o ambos, de acuerdo con las instrucciones del fabricante.

9.2 La precisión del viscosímetro se comprobará al menos una vez al año utilizando un fluido de referencia certificado de viscosidad conocida a diversas temperaturas, siguiendo el procedimiento descrito en el Método de prueba **E2975**. El fluido de referencia debe certificarse que tiene un comportamiento newtoniano en todo el rango de temperaturas de prueba esperadas y velocidades de corte. El fluido de referencia debe certificarse a una temperatura dentro de los 50 ° C [90 ° F] de la (s) temperatura (s) que se utilizarán durante la prueba. La viscosidad medida debe estar dentro del ± 2 % del valor certificado, o bien debe determinarse y aplicarse una constante de calibración (viscosidad del fluido de calibración / viscosidad indicada por el aparato).

9.3 La precisión de la lectura de temperatura y la estabilidad de la temperatura del controlador de temperatura deben verificarse al menos cada seis meses colocando una muestra de asfalto o aceite de punto de alto fl ash en la cámara de prueba, y equilibrándose a una temperatura dentro de 50 ° C [90 ° F] de la (s) temperatura (s) que se utilizarán durante la prueba. La temperatura de la muestra se medirá luego dentro de $\pm 0.1^\circ\text{C}$ [$\pm 0.2^\circ\text{F}$] utilizando un dispositivo de medición trazable NIST, como se describe en los Métodos de prueba **E644**. Si se indica cualquier diferencia de temperatura, el punto de ajuste del controlador de temperatura deberá compensar como corresponde.

10. Procedimiento

10.1 Siga las instrucciones del fabricante para el funcionamiento del instrumento.

10.2 Permita que la electrónica del instrumento se caliente durante al menos cinco minutos antes de realizar cualquier calibración o análisis.

10.3 Ajuste el controlador de temperatura a la temperatura de prueba deseada, teniendo en cuenta cualquier compensación determinada en el punto **9.3**.

10.4 Seleccione una geometría de medición del aparato que desarrollará un par resistente entre el 10 y el 98% de la capacidad del instrumento a la velocidad seleccionada. En general, las mediciones serán más precisas a lecturas de par más altas.

10.5 Preferiblemente, precaliente la cámara de muestra y la geometría de medición del aparato seleccionado hasta que se haya obtenido el equilibrio de temperatura durante al menos 15 minutos. Si se están midiendo asfaltos mineralizados, este paso es obligatorio.

10.6 Agregue el volumen de muestra especificado por el fabricante para la geometría de medición del aparato que se utilizará en la cámara de muestra. Una forma conveniente de medir el volumen es pesando la cantidad calculada a partir de los datos de densidad aproximada para la muestra y luego devolviendo la cámara de muestra al calentador de cámara con temperatura controlada. Agite exhaustivamente los asfaltos mineralizados para obtener una muestra representativa antes de pesar.

Nota 1—Tenga precaución para evitar el sobrecalentamiento de la muestra y para evitar el encendido de muestras con puntos de flash bajos.

10.7 No llene demasiado la cámara de muestra, pero asegúrese de que la porción de medición de la geometría de medición del aparato quede completamente sumergida. Siga las instrucciones del fabricante. El volumen de muestra es crítico para cumplir con el estándar del sistema.



10.8 Inserte la geometría de medición del aparato precalentado seleccionado en el líquido de la cámara y acoplarla al viscosímetro, siguiendo las instrucciones del fabricante para la alineación correcta.

10.9 Lleve la muestra de asfalto a la temperatura deseada dentro de los 30 minutos y permita que se equilibre a la temperatura de prueba deseada durante un mínimo de 10 minutos antes de comenzar la medición. En el caso de asfaltos mineralizados, inicie la rotación del motor inmediatamente.

10.10 Comience la rotación del motor del viscosímetro a una velocidad que desarrolle un par de resistencia que esté entre el 10 y el 98% de la capacidad del instrumento a escala completa. Mantenga esta velocidad y permita que la muestra se equilibre durante 5 minutos adicionales. La temperatura no debe desviarse más de $\pm 1.0^{\circ}\text{C}$ [$\pm 2.0^{\circ}\text{F}$] durante este período de acondicionamiento.

10.11 Mida la viscosidad o el par a intervalos de 1 minuto por un total de tres minutos. El instrumento puede realizar esta medición automáticamente.

10.12 Repita los pasos 10.9 a 10.11 para cada temperatura de prueba requerida. Si se están midiendo asfaltos rellenos, se requerirá una nueva muestra recién agitada para cada temperatura de prueba.

10.13 Si las lecturas de torque están por encima del 98% de la capacidad del instrumento a la temperatura de prueba más baja, disminuya la velocidad de rotación de la geometría de medición del aparato y continúe con la prueba o repita los pasos 10.5 a 10.11 con una geometría de diámetro menor y el volumen apropiado de muestra.

10.14 Si la lectura del torque está por debajo del 10% de la capacidad del instrumento a la temperatura de prueba más alta, aumente la velocidad de rotación de la geometría del aparato o repita los pasos 10.5 a 10.11 con una geometría de diámetro mayor y el volumen de muestra apropiado.

10.15 Si el instrumento no lee directamente en unidades de viscosidad, multiplique las lecturas de torque por el factor apropiado para obtener los valores de viscosidad.

11. Cálculo

11.1 Si el instrumento no promedia automáticamente tres lecturas, entonces calcule el resultado como el promedio aritmético de las tres lecturas tomadas en intervalos de 1 min, redondeado a tres cifras significativas. Si el viscosímetro rotacional tiene una salida digital que muestre la viscosidad en centipoise (cP), multiplique por 0.001 para obtener la viscosidad en segundos pascales ($\text{Pa} \cdot \text{s}$). Para los instrumentos que ofrecen automatización, los resultados de una integración de 3 minutos serán aceptables. Si es necesario, multiplique la lectura promedio por la constante de calibración determinada en 9.2.

12. Informe

12.1 Informe la temperatura de prueba, el tipo y tamaño de geometría de medición del aparato, par en mNm o porcentaje de la capacidad del instrumento y velocidad en sec^{-1} con viscosidad en segundos pascales ($\text{Pa} \cdot \text{s}$), segundos milipascuales ($\text{mPa} \cdot \text{s}$), o centipoise (cP). Por ejemplo, Viscosidad a 135°C = $0.455 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ con Bohlin 25 mm bob, 8.3 mNm de torque a 10 sec^{-1} o Viscosidad a 400°F = 240 cP con Brookfield husillo número 31, 48% torque a 60 r/min.

13. Precisión y sesgo

13.1 *Asfalto para techos no mineralizado*: se deben usar los siguientes criterios para juzgar la aceptabilidad de cualquier resultado (nivel de confianza del 95%).

13.1.1 *Precisión de operador único (repetibilidad)*: los valores duplicados por el mismo operador utilizando el mismo equipo de prueba, en el período de tiempo práctico más corto se considerarán no equivalentes si la diferencia en los dos resultados, expresada como porcentaje de su media, excede 3,5 %

13.1.2 *Precisión multilaboratorio (reproducibilidad)*: los valores informados por cada uno de los dos laboratorios, que representan el promedio aritmético de las determinaciones duplicadas, se considerarán no equivalentes si difieren en más del 14.5%.

13.2 *Asfalto mineralizado para techos*: se realizó un estudio interlaboratorios en 2004 que comparó tres asfaltos mineralizados para techos de tres proveedores diferentes, probados por triplicado a 205°C [400°F] en nueve laboratorios diferentes. Los datos se usaron para calcular las estimaciones de precisión para el asfalto lleno. Se deben usar los siguientes criterios para juzgar la aceptabilidad de cualquier resultado (95% de nivel de confianza).

13.2.1 Se ha determinado que la desviación estándar de precisión (repetibilidad) de un solo operador es 21.0%. Por lo tanto, dos resultados obtenidos en el mismo laboratorio, por el mismo operador que usa el mismo equipo, en el período de tiempo práctico más corto, deben considerarse no equivalentes si la diferencia en los dos resultados, expresada como porcentaje de su media, excede 59.4 %

13.2.2 Se ha determinado que la desviación estándar de la precisión multilaboratorio (reproducibilidad) es del 33,2%. Por lo tanto, dos resultados presentados por dos operadores diferentes que prueban el mismo material en diferentes laboratorios se considerarán no equivalentes si la diferencia en los dos resultados, expresada como un porcentaje de su media, excede el 94.0%.

13.3 *Asfalto para pavimentos no mineralizado*: las estimaciones de precisión proporcionadas se basan en el análisis de los resultados de las pruebas de ocho pares de muestras de competencia de AMRL. Los datos analizados consistieron en resultados de 142 a 202 laboratorios para cada uno de los ocho pares de muestras. Los detalles de este análisis se encuentran en el Informe final del NCHRP, Proyecto NCHRP n. ° 9-26, Fase 3. Se deben usar los siguientes criterios para juzgar la aceptabilidad de cualquier resultado (nivel de confianza del 95%).

13.3.1 Se ha determinado que el coeficiente de variación de precisión (repetibilidad) de un operador (1%) es 1.2%. Por lo tanto, dos resultados obtenidos en el mismo laboratorio por el mismo operador que usa el mismo equipo, en el período de tiempo práctico más corto, deben considerarse no equivalentes si la diferencia en los dos resultados, expresada como porcentaje de su media, excede 3.5 % ($d2s\%$).

13.3.2 El coeficiente de variación de precisión (reproducibilidad) multilaboratorio (1s%) se ha determinado que es 4.3%. Por lo tanto, dos resultados presentados por dos operadores diferentes que prueban el mismo material en diferentes laboratorios se considerarán no equivalentes si la diferencia en los dos resultados, expresada como un porcentaje de su media, excede el 12.1% ($d2s\%$).

13.4 *Sesgo*: no se puede presentar información sobre el sesgo de este método de prueba para medir la viscosidad aparente porque no hay disponible ningún material que tenga un valor de referencia aceptado.



14. Palabras clave

14.1 asfaltos; viscosímetros rotacionales; viscosidades

ASTM International no adopta ninguna posición respecto de la validez de los derechos de patente relacionados con cualquier artículo mencionado en esta norma. Se informa expresamente a los usuarios de esta norma que la determinación de la validez de dichos derechos de patente y el riesgo de infracción de dichos derechos son de su entera responsabilidad.

Esta norma está sujeta a revisión en cualquier momento por el comité técnico responsable y debe revisarse cada cinco años y, si no se revisa, se debe volver a aprobar o retirar. Sus comentarios están invitados ya sea para la revisión de esta norma o para normas adicionales y deben dirigirse a la Sede Internacional de ASTM. Sus comentarios recibirán una consideración cuidadosa en una reunión del comité técnico responsable, al que puede asistir. Si considera que sus comentarios no han recibido una audiencia justa, debe comunicar sus puntos de vista al Comité de Normas de ASTM, en la dirección que se muestra a continuación.

Esta norma tiene derechos de autor de ASTM International, 100 Barr Harbour Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, Estados Unidos. Las copias individuales (copias únicas o múltiples) de este estándar se pueden obtener contactando a ASTM a la dirección antes mencionada o al 610-832-9585 (teléfono), 610-832-9555 (fax), o service@astm.org (e- correo); o a través del sitio web de ASTM (www.astm.org). Los derechos de permiso para fotocopiar el estándar también pueden obtenerse del sitio web de ASTM (www.astm.org/COPYRIGHT/). Los derechos de permiso para fotocopiar el estándar también pueden obtenerse del Centro de autorización de derechos de autor, 222 Rosewood Drive, Danvers, MA 01923, Tel: (978) 646-2600; <http://www.copyright.com/>