

AVALIAÇÃO DE MÉTODOS DE ENSAIO PARA ESTUDO DE MISTURAS BETUMINOSAS COM AGENTES ENCAPSULADOS

Edivaldo Paciência¹; Rui Micaelo^{1,2}; Ana C. Freire³

¹ Departamento de Engenharia Civil, FCT, Universidade Nova de Lisboa, Caparica, Portugal

email: ruilbm@fct.unl.pt

² CERis, Universidade de Lisboa, Lisboa, Portugal

³ Departamento de Transportes, Laboratório Nacional de Engenharia Civil, Lisboa, Portugal

Sumário

Neste trabalho estudou-se a aplicabilidade do método de ensaio de tração indireta para a avaliação das propriedades mecânicas e da capacidade de auto-regeneração de misturas betuminosas com agentes encapsulados. Foi também avaliada a afinidade betume-agregado em presença de cápsulas. Cápsulas de cálcio-alginato contendo óleo de girassol foram adicionadas a uma mistura betuminosa tradicional. Os resultados experimentais mostraram a dificuldade do ensaio proposto em avaliar a capacidade de auto-regeneração de misturas betuminosas. É induzido um dano muito elevado nos provetes que não é recuperado durante o período de repouso. A afinidade entre betume e agregado não é afetada pela adição das cápsulas.

Palavras-chave: Misturas betuminosas; Materiais auto-reparáveis; Rejuvenescedores; Encapsulamento.

1 INTRODUÇÃO

De acordo com o Fórum do Transporte Internacional, em 2010, os países da EU-28 despenderam €22 mil milhões em manutenção rodoviária [1]. Estas ações de manutenção têm consequências económicas, ambientais e na mobilidade. A substituição periódica da camada superficial do pavimento é necessária devido a patologias que ocorrem na superfície e que comprometem a segurança e a qualidade da circulação. A deterioração do pavimento é devida ao tráfego e ao envelhecimento do betume.

O betume é um material auto-reparável, contudo a evolução dos danos é habitualmente mais rápida que a de reparação. À temperatura ambiente o betume apresenta uma elevada viscosidade, aumentando com o envelhecimento, e por isso os mecanismos de difusão, molhagem e de deformação ocorrem muito lentamente. Considera-se que a reparação pode ser acelerada pela ação de agentes rejuvenescedores, introduzidos através de cápsulas durante do fabrico da mistura betuminosa. Estes agentes são libertados quando ocorrem danos no material, e modificam o betume, reduzindo a sua viscosidade, para que este feche mais rapidamente as fendas. Este princípio já foi demonstrado em laboratório [2] contudo a tecnologia é muito recente e não se conhece ainda o efeito global desta solução na durabilidade do pavimento rodoviário.

As microcápsulas são um “veículo” de libertação local que tem sido proposto e utilizado para os mais variados fins (ex. medicamentos, indústria aeroespacial, etc. [3]). Na literatura encontram-se muitos métodos, técnicas e materiais para a fabricação de microcápsulas. Para a incorporação em misturas betuminosas, até ao momento, foram desenvolvidas cápsulas/fibras contendo rejuvenescedores com [4]: (1) preenchimento de estruturas minerais porosas, e posteriormente seladas externamente; (2) gelificação ionotrópica e (3) polimerização *in-situ* por coacervação com ureia-formaldeído, entre outros reagentes. As microcápsulas fabricadas pelos dois primeiros métodos têm uma dimensão aproximada de 1-6 mm enquanto as do terceiro método são inferiores a 0,1 mm. Destes tipos de cápsulas, os estudos de investigação mais avançados em misturas betuminosas foram realizados com as cápsulas/fibras poliméricas obtidas por gelificação do alginato de sódio em presença de iões de cálcio [5–7]. Num estudo com uma mistura betuminosa densa [5], verificaram que as cápsulas induzem uma compactação mais fácil, maior coesão da mistura e capacidade de auto-regeneração, medida através do ensaio de flexão em 3 pontos. No entanto, foi também verificada uma redução da rigidez da mistura e da vida à fadiga.

Devido ao desenvolvimento recente desta tecnologia ainda não se conhece a aplicabilidade dos métodos de ensaio atuais para avaliar o desempenho destas novas misturas betuminosas. Assim, nesta comunicação é apresentado um estudo experimental, realizado no âmbito de uma dissertação de mestrado [8], com o objetivo de avaliar a aplicabilidade do método de ensaio de tração indireta para a avaliação das propriedades mecânicas e da capacidade de auto-regeneração de misturas betuminosas com agentes encapsulados. Foi avaliado o comportamento de uma mistura betuminosa corrente para aplicação em camadas de base/regularização, com e sem incorporação de cápsulas de cálcio-alginato contendo óleo de girassol.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Cápsulas de cálcio-alginato

O encapsulamento do rejuvenescedor (óleo de girassol) foi obtido com recurso ao método de gelificação ionotrópica na qual ocorre um processo físico-químico de endurecimento de micro-gotas por junção de um polímero com íons polivalentes [9]. Neste sistema, a solução de alginato de sódio reage com os cátions divalentes de cloreto de cálcio que induzem a reticulação de polímeros formando micropartículas sólidas. O procedimento experimental foi o seguinte: (i) preparação da emulsão, utilizando um agitador mecânico (400 rpm), com uma relação óleo/água de 0.1 e 15 g de alginato de sódio; (ii) preparação da solução de cloreto de cálcio (12 g) em água (600 ml); (iii) gotejamento da emulsão na solução de cloreto de cálcio; (iv) após término da produção, as cápsulas foram extraídas da solução e secas ao ar, à temperatura ambiente, por 48h. Na Fig. 1 são apresentadas as cápsulas de cálcio-alginato, contendo óleo de girassol, utilizadas neste trabalho. A utilização do óleo de girassol apresenta claras vantagens ambientais devido à origem, e de segurança no trabalho em laboratório. As propriedades mais relevantes das cápsulas são indicadas no Quadro 1. Importa salientar a proporção elevada de óleo nas cápsulas e resistência à temperatura (reduzida perda de massa). A temperaturas elevadas (fabrico da mistura) as cápsulas têm menor rigidez, a qual permite adaptarem a forma à estrutura de agregados da mistura.



Fig.1. Cápsulas de cálcio-alginato contendo óleo de girassol

Quadro 1. Propriedades das cápsulas de alginato de cálcio [5]

Propriedades	Valor médio
Diâmetro [mm]	2,9
Força de compressão [N]	
@ 20°C	21,9
@ 130°C	12,0
Conteúdo em óleo [%]	48,0
Perda de massa [%]	
@ 100°C	0,7
@ 200°C	2,9

2.2 Mistura betuminosa

Para este trabalho selecionou-se uma mistura betuminosa corrente do tipo AC 20 base 35/50. No Quadro 2 são apresentadas as propriedades mais relevantes da mistura obtidas do estudo de formulação. Os agregados utilizados, incluindo o fíler, são de natureza calcária (origem Alenquer). A curva granulométrica da mistura de agregados e o fuso granulométrico para o tipo de mistura betuminosa são apresentados na Fig. 2.

Quadro 2. Características da mistura betuminosa AC 20 base 35/50

Propriedades – Estudo de formulação	Valor médio
Baridade [g/cm^3]	2,46
Volume de vazios [%]	3,6
Vazios na mistura de agregados (VMA) [%]	14,8
Porcentagem de betume [%]	4,7

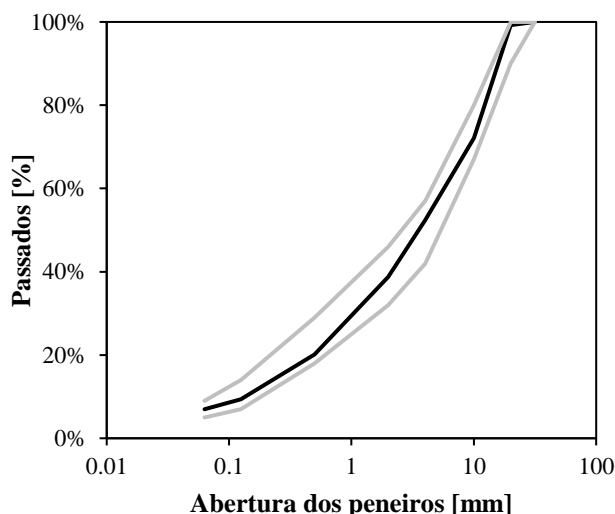


Fig.2. Curva granulométrica da mistura de agregados

Neste estudo produziram-se três variantes da mistura AC 20 base 35/50: MB – mistura betuminosa conforme estudo de formulação (100% AC 20 base 35/50); MBO – mistura betuminosa com incorporação de óleo de girassol (99,95% AC 20 base 35/50, 0,05% óleo); e MBC – mistura betuminosa com cápsulas de cálcio-alginato contendo óleo de girassol (99,50% AC 20 base 35/50, 0,50% cápsulas). Em estudo anterior [5] verificou-se que durante o fabrico e compactação as cápsulas libertam uma parte do óleo, e algumas das cápsulas, eventualmente, rebentam. Deste modo, para ser possível distinguir o efeito das cápsulas do efeito do óleo libertado inicialmente no comportamento da mistura betuminosa foi desenvolvida a mistura tipo MBO.

O fabrico e compactação dos diferentes tipos de mistura betuminosa foi realizado em laboratório recorrendo a equipamentos comuns. Os agregados e betume foram pré-aquecidos a 160°C enquanto o óleo e ou as cápsulas foram adicionadas à temperatura ambiente. Primeiro colocaram-se os agregados na taça de mistura e foram homogeneizados por alguns segundos, sendo posteriormente adicionado o betume e misturado durante 2 minutos. No caso das misturas MBO e MBC, após a realização da mistura betuminosa foram adicionados o óleo ou as cápsulas e misturados manualmente por cerca de 30 segundos. A mistura betuminosa produzida foi em seguida transferida para o molde ($\phi=100$ mm) e compactada no compactador giratório em conformidade com a norma EN 12697-31. A compactação foi interrompida quando o provete atingisse a altura definida (50 mm) ou atingisse as 200 rotações. Na Fig. 3 são ilustradas, à esquerda, as diferentes fases do fabrico da mistura betuminosa com cápsulas e, à direita, os provetes finais da mistura MBC.



Fig.3. Fabrico da mistura betuminosa com cápsulas de alginato de cálcio e provetes finais obtidos

2.3 Ensaio de adesividade agregado-ligante

A avaliação da adesividade agregado-ligante em presença de água nas misturas MBO e MBC foi efetuada de acordo com o método prescrito na norma EN 12697-11. Neste método a fração de agregado 8-11,2 mm (600 g) da mistura é envolvida a quente com betume (16 g), e após arrefecimento (24h) é distribuída por três garrafas que se preenchem com água. As garrafas são colocadas em posição horizontal num equipamento que as faz rodar sobre si mesmas de forma contínua (Fig. 4). Após 6h, a mistura é extraída das garrafas e estimada visualmente a percentagem de agregados não cobertos com betume. Em seguida, a mistura é colocada novamente nas garrafas para continuar o ensaio, e a avaliação repetida às 24h, 48h e 72h, respetivamente. As proporções de cápsulas e óleo referidas anteriormente foram mantidas na produção das misturas para este ensaio.



Fig.4. Ensaio de adesividade – Garrafas em rolamento

2.4 Ensaio de tração indireta e avaliação da auto-regeneração

Para a avaliação do comportamento mecânico das misturas betuminosas recorreu-se ao ensaio de tração indireta (ITS) conforme especificado na norma EN 12697-23. Neste ensaio, o provete cilíndrico é comprimido diametralmente ao longo do eixo do cilindro por aplicação de um deslocamento a velocidade constante. Este carregamento causa a rotura do provete por tração na direção transversal à de carregamento, e a resistência é avaliada pela força máxima de compressão ou a tensão máxima de tração induzida. De forma a determinar a capacidade de auto-regeneração dos diferentes tipos de misturas, com e sem cápsulas, aplicou-se o seguinte protocolo de ensaio: (1) o provete condicionado à temperatura de ensaio (-14°C, 10°C e 20°C) é sujeito ao ensaio ITS; (2) o provete condicionado a 20°C é colocado num molde cilíndrico e sujeito a compressão uniaxial e uniforme sobre um dos lados (0, 5 kN, 7,5 kN e 10 kN); (3) o provete colocado no molde em repouso a 20°C durante um período definido (24 h, 48 h e 72 h); (4) o provete condicionado à temperatura de ensaio (-14°C, 10°C e 20°C) é sujeito novamente ao ensaio ITS. A 2ª fase do ensaio tem como objetivo simular o efeito do tráfego sobre o pavimento com fendas distribuídas na mistura betuminosa, com e sem cápsulas. Em seguida, a mistura é deixada em repouso para que o óleo possa difundir no betume e acelerar a auto-regeneração. A Fig. 5 ilustra, à esquerda, a realização do ensaio ITS e o provete após ensaio, e à direita a aplicação da carga uniaxial sobre o provete confinado. A capacidade de auto-regeneração foi determinada como o rácio entre as forças máximas obtidas no segundo e primeiro ensaios ITS.

A gama de temperaturas de ensaio utilizadas pretende representar as condições em que as misturas betuminosas têm uma capacidade natural de auto-regeneração muito limitada devido à enorme viscosidade do betume.

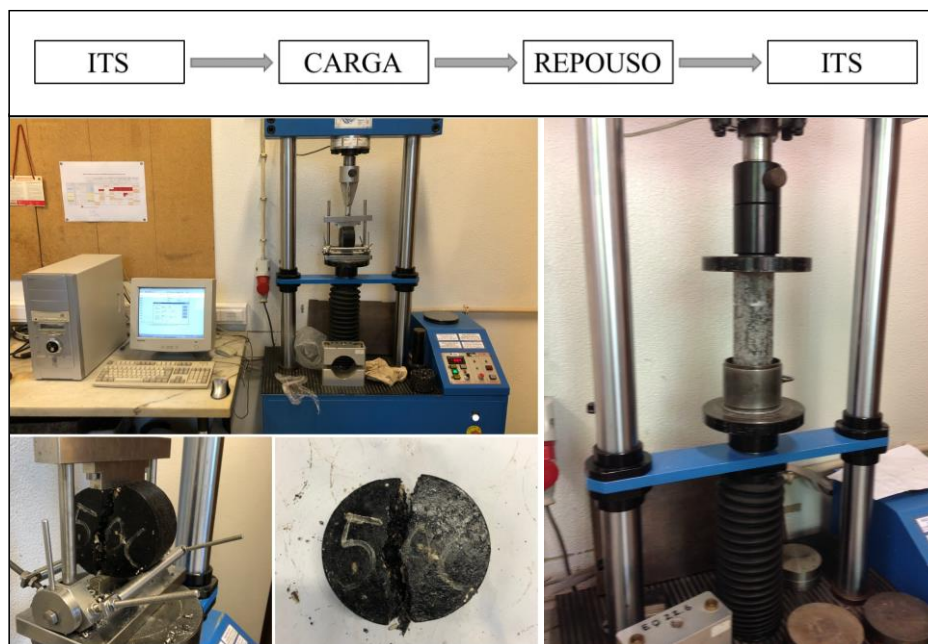


Fig.5. Avaliação da auto-regeneração com o ensaio de tração indireta

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Adesividade agregado-ligante

Os resultados do ensaio de afinidade agregado-betume sobre as misturas betuminosas com adição de óleo de girassol e de cápsulas são apresentados na Fig. 6. Com exceção do valor da superfície coberta determinada às 24h, os resultados são muito similares nas duas misturas, sendo no final do ensaio de cerca de 50%. O efeito do óleo adicionado à mistura e das cápsulas, que devido à agitação na garrafa podem ter libertado mais óleo, não

teve um efeito determinante na adesividade agregado-betume sob a ação da água. Estes resultados estão em linha com os reportados em [10] que estudou o efeito de vários aditivos em misturas betuminosas.

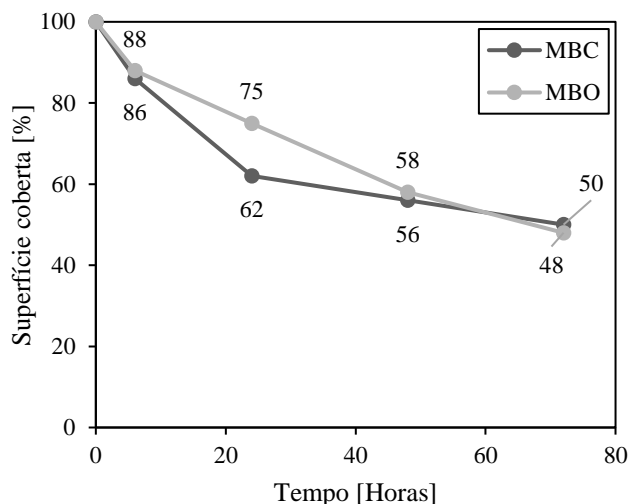


Fig.6. Evolução da superfície coberta dos agregados com o tempo no ensaio de adesividade

3.2 Propriedades volumétricas dos provetes de mistura betuminosa

No Quadro 3 são apresentados os valores médio, mínimo e máximo relativos à baridade e volume de vazios dos provetes compactados. As baridades dos diferentes tipos de provetes foram iguais em média, embora com maior variação no caso da incorporação de cápsulas. Como a massa volúmica das cápsulas é mais baixa que a dos agregados e do betume, a porosidade dos provetes MBC foi mais baixa. O volume de vazios da mistura MBO foi muito similar à mistura MB, contudo com significativa dispersão de resultados.

Quadro 3. Propriedades volumétricas dos provetes

Propriedade		Média	Mínimo	Máximo
Baridade [Mg/m ³]	MBC	2,46	2,43	2,47
	MBO	2,46	2,40	2,48
	MB	2,46	2,46	2,47
Porosidade [%]	MBC	2,9	2,6	4,0
	MBO	3,4	2,9	5,9
	MB	3,4	3,3	3,5

3.3 Ensaio de tração indireta e auto-regeneração

Na Fig. 7 (a) comparam-se as curvas força-deformação obtidas no 1º ensaio ITS (provetes sem dano) a diferentes temperaturas para os diferentes tipos de provetes. Os provetes MB apenas foram ensaiados a 20°C. A esta temperatura (20° C) as curvas força-deformação são muito semelhantes para os três tipos de misturas, contudo a força máxima reduz com a adição de óleo e de cápsulas. Para temperaturas mais baixas reduz-se a deformação para a força máxima, e esta aumenta significativamente. Aliás, a temperaturas negativas (-14 °C) os provetes exibiram variadas vezes um comportamento muito frágil (ausência de deformação pós-pico). Os resultados da variação da força máxima com a temperatura para o conjunto dos provetes são apresentados na Fig. 7 (b). A menor força máxima exibida pelos provetes com cápsulas pode ser causada pela maior deformabilidade das

cápsulas e, eventualmente, da ligação entre cápsulas e betume não ser tão resistente como a que se verifica entre agregados e betume.

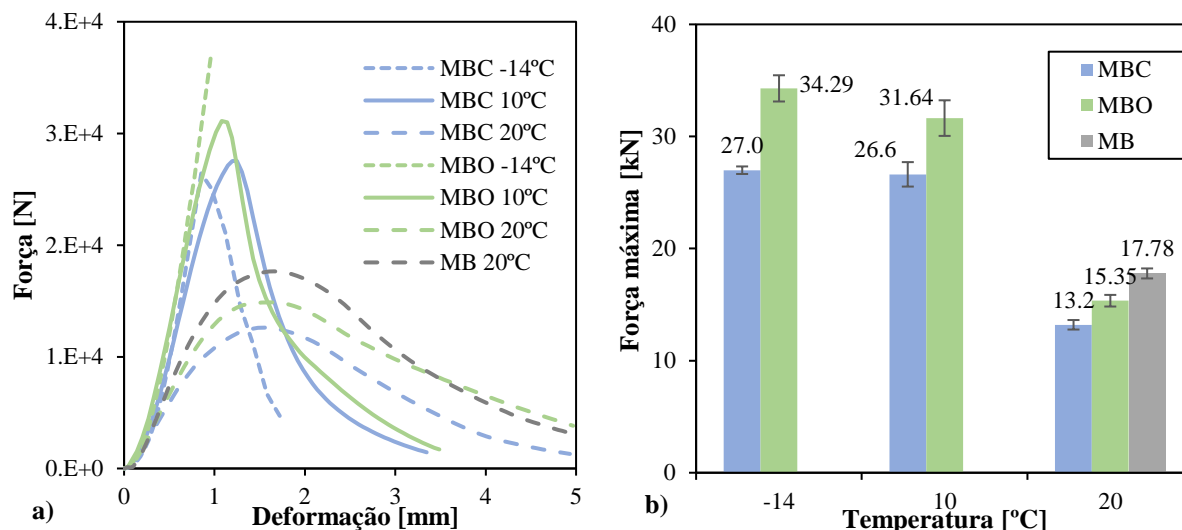


Fig.7. Resultados ensaio de tração indireta: (a) força Vs deformação; (b) variação da força máxima com a temperatura

Na Fig. 8 resumem-se os resultados da capacidade de auto-regeneração dos três tipos de mistura betuminosa, obtidos em diferentes condições experimentais (temperatura dos provetes no ensaio ITS, tempo de repouso para regeneração e carga axial aplicada sobre os provetes confinados).

Relativamente ao efeito da temperatura do ensaio ITS (Fig. 8(a)), verifica-se que capacidade regenerativa reduz-se com a temperatura, sendo os resultados da mesma ordem de grandeza a 10 °C e a -14 °C. A 20° C os provetes MBC evidenciaram uma capacidade de regeneração maior que os provetes com adição de óleo (MBO) e tradicional (MB). Estes resultados indicam que o óleo, adicionado na mistura e libertado pelas cápsulas, tiveram um efeito positivo na recuperação da capacidade resistente das misturas betuminosas. No entanto, os resultados dos provetes MBC e MBO são muito semelhantes a temperaturas mais baixas. Note-se que apesar do modo de rotura dos provetes terem sido semelhantes, quando avaliados a igual temperatura, as deformações e fendilhamento ocorrido não é necessariamente igual.

De forma surpreendente, a recuperação não aumenta com o tempo de repouso (ver Fig. 8(b)). Os resultados obtidos para 96 h são em média semelhantes aos obtidos para 24 h. Para estes valores contribuiu a enorme dispersão de resultados obtidos, sendo para alguns nula a recuperação da resistência. Entre outros fatores, pode ter ocorrido uma diminuição grande da rigidez do ligante devido ao óleo libertado ter difundido completamente no betume. O aumento da resistência do provete devido ao fecho parcial de fendas é contrabalançado com a diminuição da rigidez do ligante.

De modo semelhante, conforme se ilustra na Fig. 8(c), a recuperação também não aumenta com a carga uniaxial aplicada sobre o provete confinado. Os provetes MBC tiveram valores semelhantes sem carga aplicada e com carga de 5 e 10 kN, e um valor baixo para 7,5 kN. Os provetes MBO obtiveram valores mais elevados do que MBC para as cargas mais elevadas.

Por outro lado, estes resultados são bastante inferiores aos reportados em estudos anteriores [5]. No ensaio ITS, a extensão de dano no provete é muito mais elevada e distribuída pelo provete, sendo deste modo a regeneração muito menos eficaz.

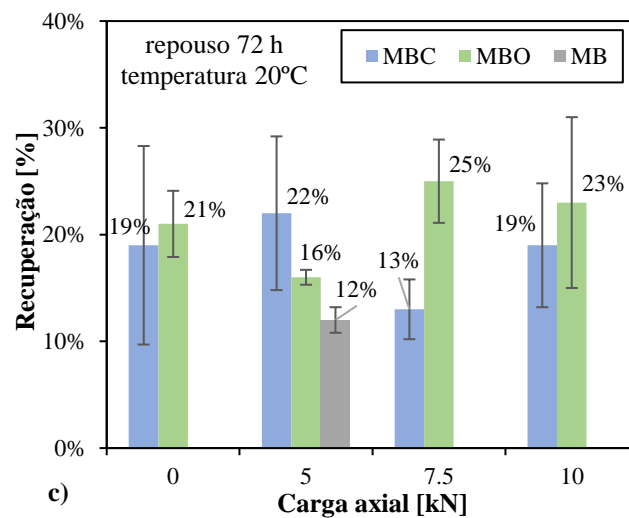
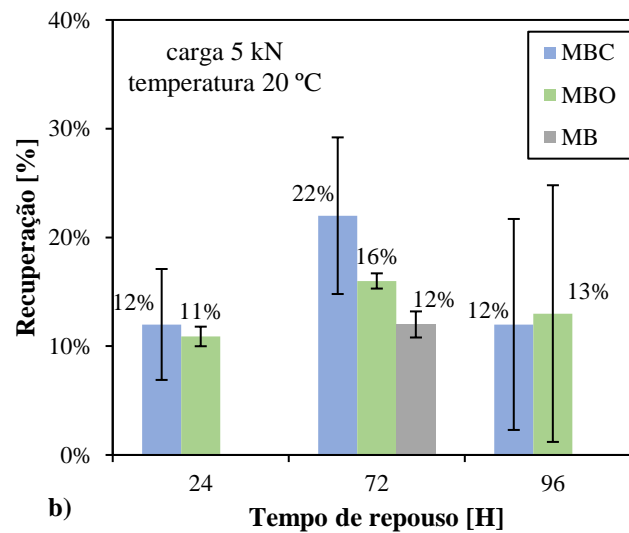
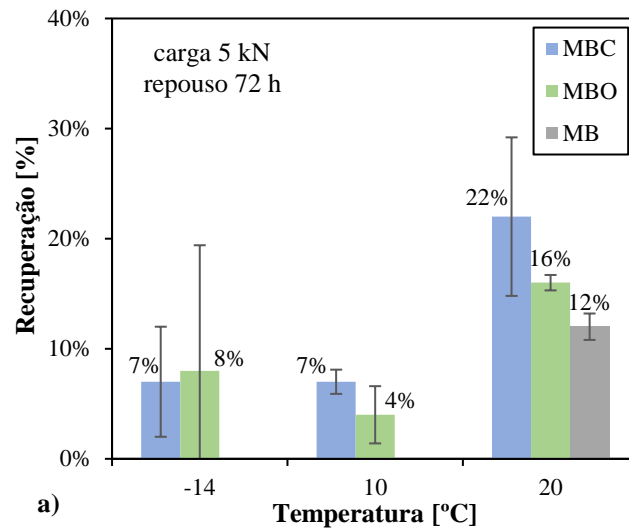


Fig.8. Variação da auto-regeneração com (a) a temperatura, (b) o tempo de repouso e (c) a carga axial.

4 CONCLUSÕES

A incorporação de agentes diversos encapsulados em misturas betuminosas é um dos mais recentes desenvolvimentos tecnológicos na área dos materiais de pavimentação. Até ao momento foram desenvolvidos diversos métodos de fabrico de cápsulas e fibras contendo rejuvenescedores para utilização em misturas betuminosas. O objetivo da sua incorporação é acelerar o processo natural de auto-reparação do ligante betuminoso, muito lento e pouco efetivo à temperatura ambiente. Os agentes encapsulados são libertados quando ocorrem danos no material e modificam o betume para que este feche rapidamente as fendas em redor das cápsulas, tendo este mecanismo já sido demonstrado em laboratório. No entanto, não se conhece, ainda, a aplicabilidade dos métodos de ensaio atuais para avaliar o desempenho destas novas misturas betuminosas.

Neste trabalho avaliou-se a adesividade agregado-betume, em presenças de cápsulas, e a aplicabilidade do método de ensaio de tração indireta para a avaliação das propriedades mecânicas e da capacidade de auto-regeneração de misturas betuminosas com agentes encapsulados.

Os resultados obtidos mostraram igual resistência da ligação agregado-betume sob a ação da água em misturas betuminosas com e sem a adição de cápsulas. Após 96 h, a superfície coberta dos agregados era aproximadamente de 50%, em ambos os casos.

Relativamente ao ensaio mecânico, considera-se que este é adequado para avaliação da resistência do provete no estado inicial. A evolução força-deformação foi semelhante nos diferentes provetes e variou conforme esperado com a temperatura do ensaio. No entanto, as cápsulas de cálcio-alginato, contendo óleo de girassol, induzem uma redução significativa da resistência à tração (-25%). Relativamente à capacidade regenerativa, esta diminui com a redução da temperatura de ensaio. Nas restantes condições, com variação da carga e tempo de repouso, não se identificou um benefício da incorporação de cápsulas na mistura betuminosa. Considera-se que, devido ao fendilhamento muito elevado e distribuído pelo provete, o aumento da coesão devido ao fecho parcial de fendas durante o período de repouso foi contrabalançado com a diminuição da rigidez do ligante.

Considera-se ainda do maior interesse a realização de outro tipo de ensaios mecânicos que possibilitem avaliar e validar o desempenho destas novas misturas betuminosas com incorporação de agentes encapsulados .

5 REFERÊNCIAS

- [1] ERF, *Road Statistics - Yearbook 2016*, European Road Federation, Brussels, Belgium, 2016.
- [2] R. Micaelo, T. Al-Mansoori, A. Garcia, Study of the mechanical properties and self-healing ability of asphalt mixture containing calcium-alginate capsules, *Constr. Build. Mater.*, 123 (2016) 734–744. doi:10.1016/j.conbuildmat.2016.07.095.
- [3] Swapan Kumar Ghosh, *Self-healing Materials: Fundamentals, Design Strategies, and Applications*, WILEY-VCH, Weinheim, 2008.
- [4] S. Xu, A. García, J. Su, Q. Liu, A. Tabaković, E. Schlangen, Self-Healing Asphalt Review: From Idea to Practice, *Adv. Mater. Interfaces*, 5 (2018) 1800536. doi:10.1002/admi.201800536.
- [5] T. Al-Mansoori, R. Micaelo, I. Artamendi, J. Norambuena-Contreras, A. Garcia, Microcapsules for self-healing of asphalt mixture without compromising mechanical performance, *Constr. Build. Mater.*, 155 (2017) 1091–1100. doi:10.1016/j.conbuildmat.2017.08.137.
- [6] S. Xu, X. Liu, A. Tabaković, E. Schlangen, Investigation of the Potential Use of Calcium Alginate Capsules for Self-Healing in Porous Asphalt Concrete, *Materials*, 12 (2019) 168. doi:10.3390/ma12010168.
- [7] A. Tabaković, L. Schuyffel, A. Karač, E. Schlangen, An Evaluation of the Efficiency of Compartmented Alginate Fibres Encapsulating a Rejuvenator as an Asphalt Pavement Healing System, *Appl. Sci.*, 7 (2017) 647. doi:10.3390/app7070647.
- [8] E. Paciência, *Auto-regeneração de misturas betuminosas com agentes encapsulados*, Dissertação de Mestrado, Universidade Nova de Lisboa - Faculdade de Ciências e Tecnologia, 2018.

- [9] M. Rosenberg, S.J. Lee, Calcium-alginate coated, whey protein-based microspheres: preparation, some properties and opportunities, *J. Microencapsul.*, 21 (2004) 263–281. doi:10.1080/02652040410001673937.
- [10] J. Correia, *Estudo do desempenho de misturas betuminosas para pavimentação com incorporação de betão britado reciclado*. Dissertação de Mestrado, Instituto Superior Técnico de Lisboa, 2016.