

# AVALIAÇÃO DO EFEITO DO FÍLER NO ENVELHECIMENTO DO BETUME

C. Cindy<sup>1</sup>, P. Lopes<sup>2a</sup>, M. Sá da Costa<sup>3</sup>, G. Canon Fallaa<sup>1</sup>, S. Leischner<sup>1</sup>, R. Micaelo<sup>2, 4</sup>

<sup>1</sup> Dresden University of Technology, Dresden, ALEMANHA

<sup>2</sup> Departamento de Engenharia Civil, FCT, Universidade Nova de Lisboa, Caparica, Portugal

email: [ruilbm@fct.unl.pt](mailto:ruilbm@fct.unl.pt)

<sup>3</sup> Departamento de Materiais, Laboratório Nacional de Engenharia Civil, Lisboa, Portugal

<sup>4</sup> CERis, Universidade de Lisboa, Lisboa, Portugal

## Sumário

*O envelhecimento do betume tem um contributo muito importante no comportamento em serviço das misturas betuminosas. Neste trabalho avaliou-se a evolução do comportamento mecânico e reológico de betumes e de mastiques betuminosos com o envelhecimento. Os betumes e mastiques foram envelhecidos em camada fina sob ação do calor e de atmosfera de ar sob pressão. Os resultados obtidos mostraram um menor envelhecimento dos mastiques em comparação aos betumes quando sujeitos às mesmas condições de envelhecimento acelerado. O efeito do envelhecimento em mastiques com diferentes fileres não se repercutiu da mesma forma em todas as propriedades analisadas.*

**Palavras-chave:** Ligante betuminoso; Mastique; Envelhecimento; Reologia.

## 1 INTRODUÇÃO

As misturas betuminosas são compostas por agregados minerais, com diversas dimensões, e por betume. O betume em conjunto com a fração mais fina dos agregados forma o mastique betuminoso, que aglutina as partículas da fração grossa e preenche os vazios no seu esqueleto mineral, resultando numa mistura coesa. As propriedades pretendidas para as misturas betuminosas (resistência à fadiga, flexibilidade, aderência, impermeabilidade, estabilidade, durabilidade, etc.) dependem das características e organização estrutural dos constituintes. No entanto, as propriedades do betume variam ao longo do tempo, sendo este processo designado habitualmente de envelhecimento.

O envelhecimento do betume tem um contributo muito importante no comportamento em serviço das misturas betuminosas, dependendo o envelhecimento da composição química do betume e das condições de exposição ao longo do ciclo de vida. Com o envelhecimento o betume torna-se mais duro e frágil, e conseqüentemente as misturas betuminosas são mais suscetíveis à ocorrência de danos irreversíveis (fendilhamento, desagregação, etc.).

A principal causa do envelhecimento do betume é a oxidação, por reação dos seus diversos compostos com o oxigénio disponível no ar. A composição química do betume é continuamente alterada, e como consequência o comportamento reológico e mecânico. O processo de envelhecimento é intensificado a temperaturas elevadas e com o fluxo de ar. Deste modo, o envelhecimento por oxidação ocorre maioritariamente durante a fase de fabrico e pavimentação, e em menor grau durante a vida em obra. Existindo um reconhecimento amplo da importância deste fenómeno, as especificações europeias de betumes incluem para já a avaliação da resistência ao envelhecimento (de curto prazo) através de métodos laboratoriais.

No entanto, como quer durante o processo de fabrico da mistura betuminosa, quer em serviço o betume está em contacto com o agregado, as propriedades do agregado podem influenciar (potenciar ou restringir) os mecanismos que conduzem ao envelhecimento. Em estudos anteriores é referido que diferentes compostos do betume são imobilizados à superfície do agregado, por adsorção e/ou absorção, diminuindo a sua disponibilidade

para as reações de oxidação. Por outro lado, a absorção heterogênea de componentes do betume à superfície dos agregados altera a composição química na sua vizinhança com consequências no comportamento reológico.

Nesta comunicação é apresentado um estudo experimental, realizado no âmbito de duas dissertações de mestrado [1,2], com o objetivo de avaliar a evolução do comportamento mecânico e reológico de betumes e de mastiques betuminosos com o envelhecimento. Os mastiques foram produzidos com dois betumes 50/70 e dois fileres minerais (calcário e granito). Os betumes e mastiques foram envelhecidos em camada fina sob ação do calor e de atmosfera de ar sob pressão. Os materiais foram caracterizados relativamente às propriedades convencionais (penetração e temperatura de amolecimento), à resistência à fratura por ductilidade e ao módulo de corte complexo e ângulo de fase.

## 2 Materiais e métodos

### 2.1 Betumes e fileres

Os betumes (B1 e B2) utilizados neste estudo são betumes de pavimentação do tipo 50/70. Conforme se pode verificar no Quadro 1, os dois betumes são muito similares em termos de consistência. Estes betumes foram selecionados porque em estudos anteriores revelaram ter diferentes resistências ao envelhecimento [3].

Quadro 1. Propriedades dos betumes

Betume	Massa volúmica [kg/m <sup>3</sup> ]	Penetração [0,1 mm]	Temperatura de amolecimento [°C]
B1	1025,9	54	50
B2	1039,4	49	48

Os dois fileres utilizados são ambos minerais, calcário (L) e granito (G). O filer calcário é um produto comercial obtido da moagem de pedra calcária enquanto o outro filer foi recolhido numa central de misturas betuminosas que trabalha com agregados graníticos. As propriedades destes fileres são apresentadas no Quadro 2. Estes fileres têm uma granulometria muito similar, contudo o efeito de endurecimento do betume é significativamente superior no granito. Esta conclusão decorre do resultado de dois ensaios distintos, o dos vazios de Rigden e o do poder de absorção, aumentando o potencial de endurecimento do betume com o aumento do primeiro resultado e a diminuição do segundo resultado.

Quadro 2. Propriedades dos fileres

Filer	Massa volúmica [Mg/m <sup>3</sup> ]	Granulometria (% passados)			Vazios Rigden (%)	Poder de absorção (g)	
		#2,0 mm	#0,125 mm	#0,063 mm		B1	B2
L Calcário	2,71	100,0	99,0	83,5	26	55	56
G Granito	2,57	100,0	93,1	81,5	42	35	37

### 2.2 Produção dos mastiques

Os mastiques betuminosos foram produzidos, com diferentes betumes e fileres, com 30% de concentração volumétrica (rácio filer/mastique). Este valor corresponde a um rácio ponderal filer/betume entre 1,06 e 1,13, por isso corrente em misturas betuminosas densas. O procedimento utilizado foi o seguinte: (1) o betume é aquecido numa estufa a 150°C durante 90 min; (2) o recipiente com o betume é colocado numa manta de aquecimento e sob agitação a 500 rpm (ver Figura 1); (3) o filer é adicionado a ritmo constante, durante 20 min, ao betume sob agitação, sendo a agitação interrompida ao final de 30 min; (4) a mistura é reservada à temperatura ambiente. Durante o período de armazenamento, prévio à realização dos ensaios e dos envelhecimentos, existe sedimentação do filer. Deste modo, o mastique foi reaquecido a 150 °C durante 60 min em estufa e posteriormente agitado manualmente durante 10 min,.



**Fig.1. Fabrico do mastique betuminoso**

### **2.3 Envelhecimento dos betumes e dos mastiques**

Os betumes e os mastiques foram envelhecidos no PAV (Pressure Aging Vessel) de acordo com norma EN 14769:2012 nas condições de temperatura de 100 °C e de pressão de 2,1 MPa. O período de condicionamento no PAV foi de 25 horas com o objetivo de simular o envelhecimento de curto- e longo-prazo. Apesar da prática normalizada de simulação do envelhecimento de curto-prazo em betumes com o RTFOT (Rolling Thin Film Oven Test), este procedimento não foi utilizado porque devido à elevada viscosidade dos mastiques seria muito difícil conseguir a formação de uma camada de espessura uniforme e em constante renovação com exposição ao jato de ar nos recipientes de ensaio.

O procedimento utilizado consistiu em aquecer o betume ou o mastique e colocar a quantidade especificada no recipiente de metal de fundo plano (ver Fig. 2). No protocolo é especificado utilizar 50 g  $\pm$  0,5 g de betume para obter um filme de aproximadamente 3,2 mm de espessura. Assim, a massa de mastique a utilizar (71-74 g) foi determinada para obter uma espessura de filme similar à do betume.



**Fig.2. PAV (esq.) e recipientes com material para envelhecimento (dir.)**

## 2.4 Consistência a temperaturas intermédias e elevadas de serviço

A consistência do betume a temperaturas intermédias e elevadas foi determinada, respetivamente, através dos ensaios de penetração com agulha e da temperatura de amolecimento pelo método do anel e bola. Os métodos prescritos para betumes nas normas europeias EN 1426:2015 e EN 1427:2015 foram também utilizados com os mastiques. A medição da penetração foi realizada com um penetrómetro automático, correspondendo o valor registado à média de três medições. Para a medição da temperatura de amolecimento foi utilizado um banho de água destilada com todos os materiais, e o valor registado correspondeu à média de duas medições.

## 2.5 Caracterização reológica do comportamento viscoelástico

Para a caracterização reológica do comportamento viscoelástico dos betumes e dos mastiques em regime dinâmico utilizou-se um reómetro rotacional de tensão controlada da marca Bohlin, modelo Gemini 200, com câmara de regulação de temperatura por convecção de ar (ver Fig. 3) e com recurso ao software da Malvern versão 6.51. O comportamento reológico foi definido em termos do módulo de corte complexo ( $G^*$ ) e do ângulo de fase ( $\delta$ ), determinados em diferentes condições de frequência de carga oscilatória e de temperatura. Foi utilizada a geometria de pratos paralelos com os habituais de 25 mm e 8 mm, ensaiando, respetivamente, provetes de 1 mm e 2 mm. Para o fabrico dos provetes de ensaio, as amostras foram vertidas para moldes de silicone (ver Fig. 3).

As medições foram realizadas conforme estabelecido na norma europeia EN 14770:2012. Deste modo, primeiro foram feitos varrimentos em deformação, com frequência constante (0,1 rad/s, 1 rad/s e 100 rad/s), para identificar as regiões de comportamento viscoelástico linear. Em seguida, foram feitos varrimentos de frequência (0,1-100 rad/s) para amplitude de tensão aplicada constante a diferentes temperaturas (20 °C, 40 °C, 50 °C e 60 °C).



Fig.3. Reómetro rotacional (esq.) e moldes de silicone com provetes (dir.)

## 2.6 Resistência à fratura por ductilidade

A resistência à fratura por ductilidade dos betumes e mastiques foi determinada através de um ensaio de tração a provetes com entalhe na secção média (ver Fig. 4), definido pela especificação LS-299 [4]. No ensaio, os provetes, imersos num banho de água, são alongados a taxa constante (50 mm/min) e é registada a força normal. São ensaiados provetes com diferentes dimensões do estrangulamento na secção média de forma a determinar as diferentes componentes de deformação que contribuem para a energia de fratura. Os entalhes utilizados de 2,5 mm, 5,0 mm, e 7,5 mm correspondem a provetes com secção média de 15 mm, 10 mm e 5 mm, respetivamente. O provete com maior secção média (15 mm) foi ensaiado duas vezes.

Para um provete com a largura efetiva  $l$  na secção média, a energia total de deformação até à fratura ( $W_f$ ) corresponde à área abaixo da curva força (P)-alongamento(d). A energia específica de fratura  $w_f$ , correspondente à energia total de deformação por unidade de área, é:

$$w_t = \frac{W_t}{B \cdot l} \quad (1)$$

em que,  $B$  é a espessura do provete (m).

De acordo com o método da energia essencial de fratura [5], é considerado que  $w_t$  ( $J/m^2$ ) varia com a largura efetiva como:

$$w_t = w_e + \beta \cdot w_p \cdot l \quad (2)$$

em que,  $w_e$  é a energia específica essencial de fratura ( $J/m^2$ );  $w_p$  é a energia específica plástica de fratura ( $J/m^2$ );  $\beta$  é uma constante dependente da forma e tamanho do provete. Deste modo,  $w_e$  é a propriedade mecânica que indica a resistência do material à fratura dúctil, não sendo dependente da dimensão da zona de fratura. Os resultados obtidos para diferentes larguras efetivas ( $w_t \cdot l$ ) são ajustados com um modelo linear, correspondendo a ordenada na origem ao valor de  $w_e$ .

Adicionalmente, a especificação LS-299 [4] propõe também como indicador para a resistência à fratura por ductilidade a abertura de fenda crítica (CTOD):

$$CTOD = \frac{w_e}{\frac{P_{5mm}^{peak}}{B \cdot l}} \quad (3)$$

em que,  $P_{5mm}^{peak}$  é a força máxima medida para o provete com menor largura efetiva (5 mm). A resistência à fratura aumenta com o valor de CTOD e, de acordo com estudos anteriores, este indicador relaciona-se bem com a resistência à fadiga.

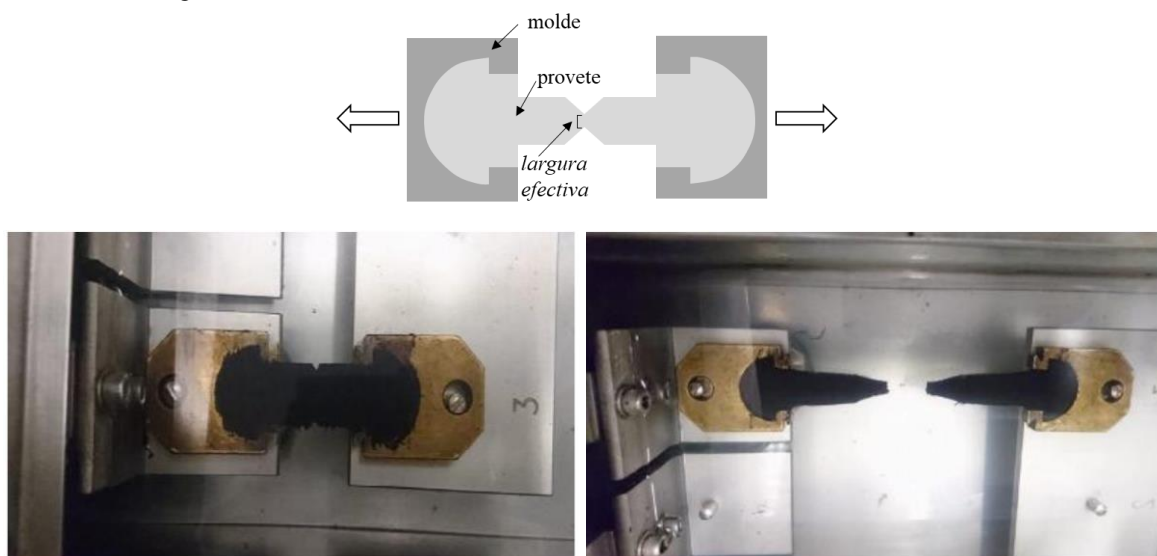


Fig.4. Ensaio de tração com entalhe: geometria do provete (em cima); início e fim do ensaio (em baixo)

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 3.1 Consistência a temperaturas intermédias e elevadas de serviço

A consistência a temperaturas intermédias foi avaliada a partir do ensaio de penetração com agulha, e a temperaturas elevadas com a determinação da temperatura de amolecimento. Os resultados destes dois ensaios são apresentados nas Fig. 5 e 6, respetivamente. A incorporação de filer e o envelhecimento com PAV têm um efeito de endurecimento notório nos betumes. Assim, os mastiques envelhecidos são muito mais duros que os betumes inicialmente. No entanto, existem diferenças quanto ao efeito do tipo de filer e da resistência dos betumes ao envelhecimento com o PAV. O betume B1 tem menor resistência ao envelhecimento do que o

betume B2. As diferenças na penetração retida e no aumento da temperatura de amolecimento foram de 11% e 7 °C, respectivamente. Relativamente ao efeito do filer, o granítico tem um maior poder de endurecimento que o calcário. No estado não envelhecido, os mastiques com diferentes fileres apresentam uma diferença de 4 °C na temperatura de amolecimento. Após envelhecimento, as diferenças entre mastiques são similares às existentes anteriormente, não sendo por isso identificada a dependência do filer. Contudo, é notório que os mastiques tiveram um menor aumento de consistência com o envelhecimento do que os betumes, podendo estar relacionado com o um eventual efeito retardador do envelhecimento pelo filer.

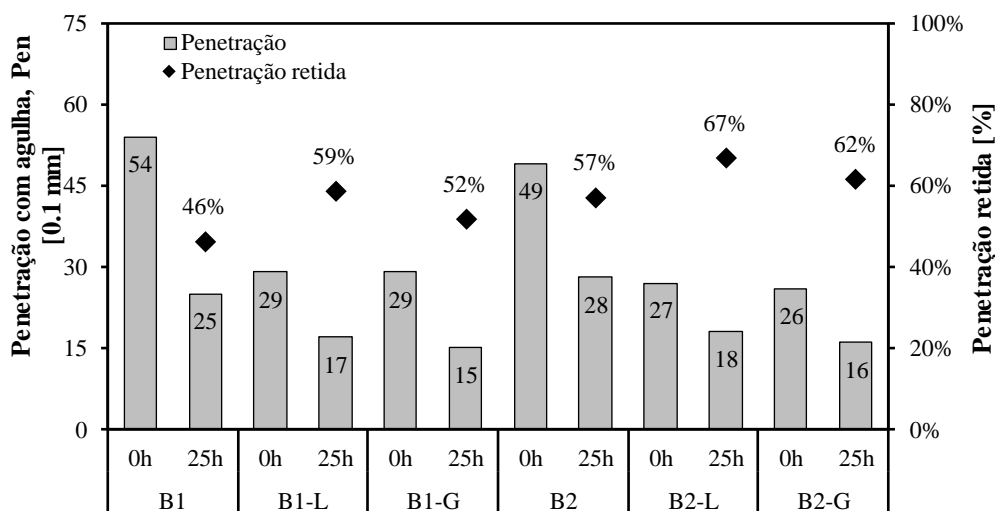


Fig.5. Resultados do ensaio de penetração com agulha

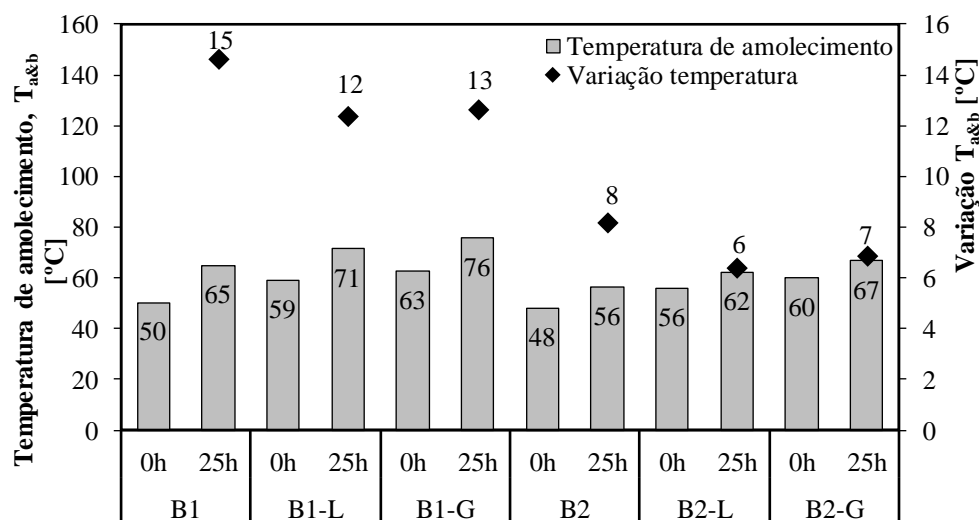


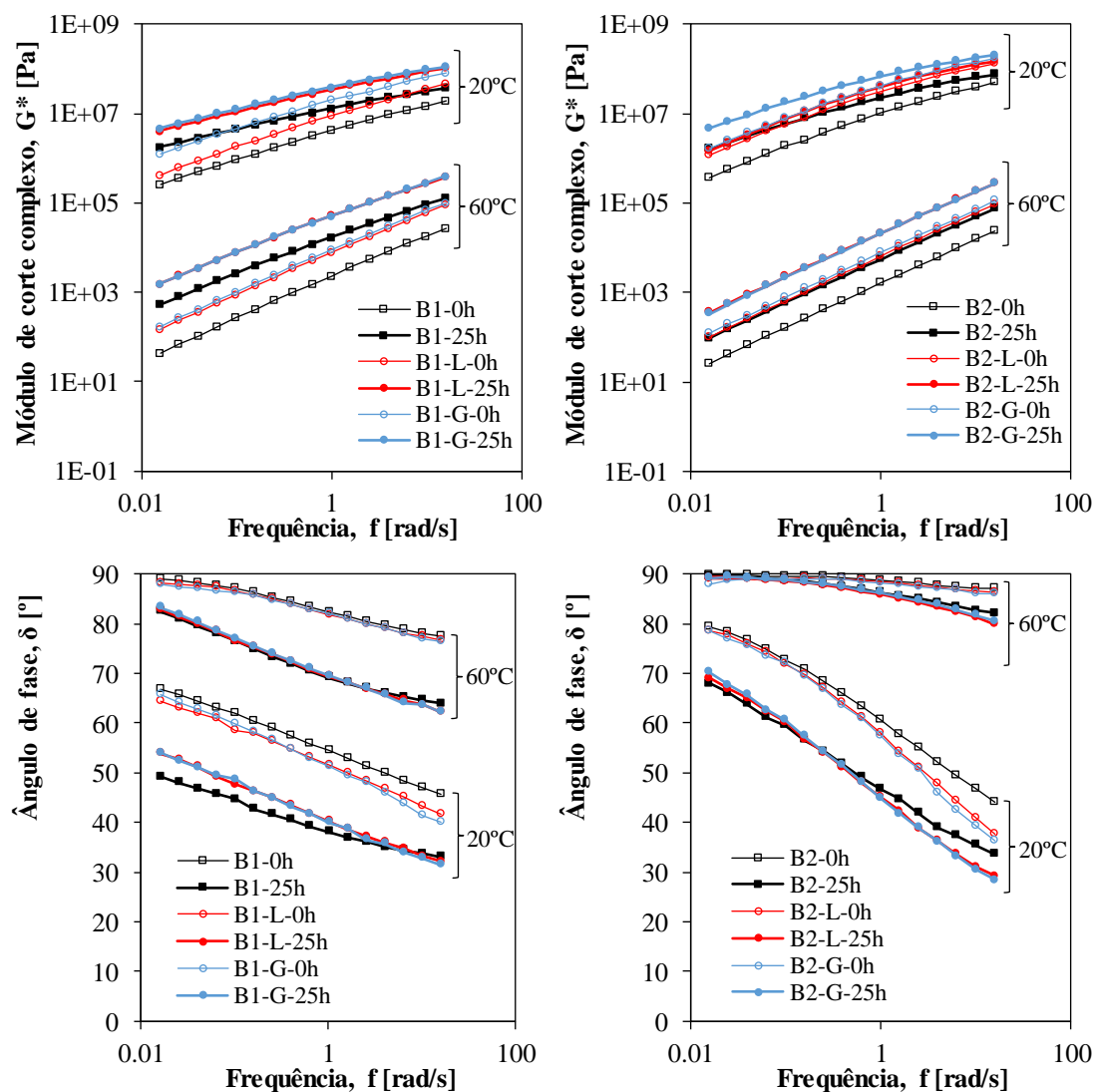
Fig.6. Resultados do ensaio da temperatura de amolecimento

### 3.2 Caracterização do comportamento reológico viscoelástico

Na Fig. 7 apresenta-se a variação do módulo de corte complexo ( $G^*$ ) e do ângulo de fase com a frequência aplicada para duas temperaturas distintas (20 °C e 60 °C). O módulo de corte é uma medida da rigidez dinâmica do material enquanto o ângulo de fase mede a proporção das componentes conservativa e dissipativa do módulo de corte. De forma simplificada, o módulo conservativo é associado ao comportamento puramente elástico ( $\delta=0^\circ$ ) enquanto o módulo dissipativo é associado ao comportamento puramente viscoso ( $\delta=90^\circ$ ). Nas condições de temperatura e frequência estudadas, os materiais apresentam um comportamento viscoelástico, contudo o

ângulo de fase medido a 60°C é muito próximo de 90° para o betume B2 e para os correspondentes mastiques no estado não envelhecido. Os dois betumes têm comportamentos reológicos diferentes e quando sujeitos ao envelhecimento no PAV o seu comportamento é alterado de um modo distinto. Verifica-se também que a adição de filler e o envelhecimento dos mastiques modificam o comportamento reológico de forma diferente.

O comportamento reológico dos ligantes betuminosos é dependente da composição química dos betumes, nomeadamente da proporção e interação dos grupos funcionais [6]. O betume B1 apresenta uma menor variação da rigidez com a temperatura e com a frequência de carregamento comparativamente ao betume B2.



**Fig.7. Variação do módulo de corte complexo e do ângulo de fase com a frequência: betume B1 (à esquerda); betume B2 (à direita).**

A adição de filler e o envelhecimento conduzem a um endurecimento do material (aumento de  $G^*$ ), no entanto apenas existe uma alteração significativa e consistente do ângulo de fase (redução de  $\delta$ ) com o envelhecimento. Este facto é verificado com ambos os fileres estudados. O aumento de  $G^*$  é mais significativo a frequências mais baixas independentemente da temperatura, enquanto a variação de  $\delta$  aumenta com o incremento da frequência a temperaturas mais altas. O aumento de  $G^*$  e a redução de  $\delta$  são mais importantes no betume B1, concluindo-se que este betume é mais sensível ao envelhecimento no PAV. Por outro lado, conclui-se que o envelhecimento teve um impacto menor nos mastiques em comparação aos betumes. As diferenças gráficas entre mastiques com os diferentes fileres são reduzidas.



### 3.3 Resistência à fratura por ductilidade

Os resultados do ensaio de tração a provetes com entalhe são apresentados na Fig. 8. As diferentes curvas com a mesma simbologia representam os resultados de provetes com diferentes larguras efetivas na secção média (5, 10 e 15 mm). A força máxima e a energia de fratura (área interna da curva F-d) aumentam com a largura efetiva, o envelhecimento e a adição de filler. No entanto, o alongamento à rotura reduz-se com o envelhecimento e com a adição de filler. O envelhecimento induz um aumento da rigidez e a redução da ductilidade. Os maiores e menores valores de alongamento à rotura foram obtidos, no estado envelhecido, no betume B1 e no mastique B1-G, respetivamente, enquanto no estado envelhecido os maiores valores foram obtidos no betume B2. Este facto deve-se à maior sensibilidade do betume B1 ao envelhecimento no PAV.

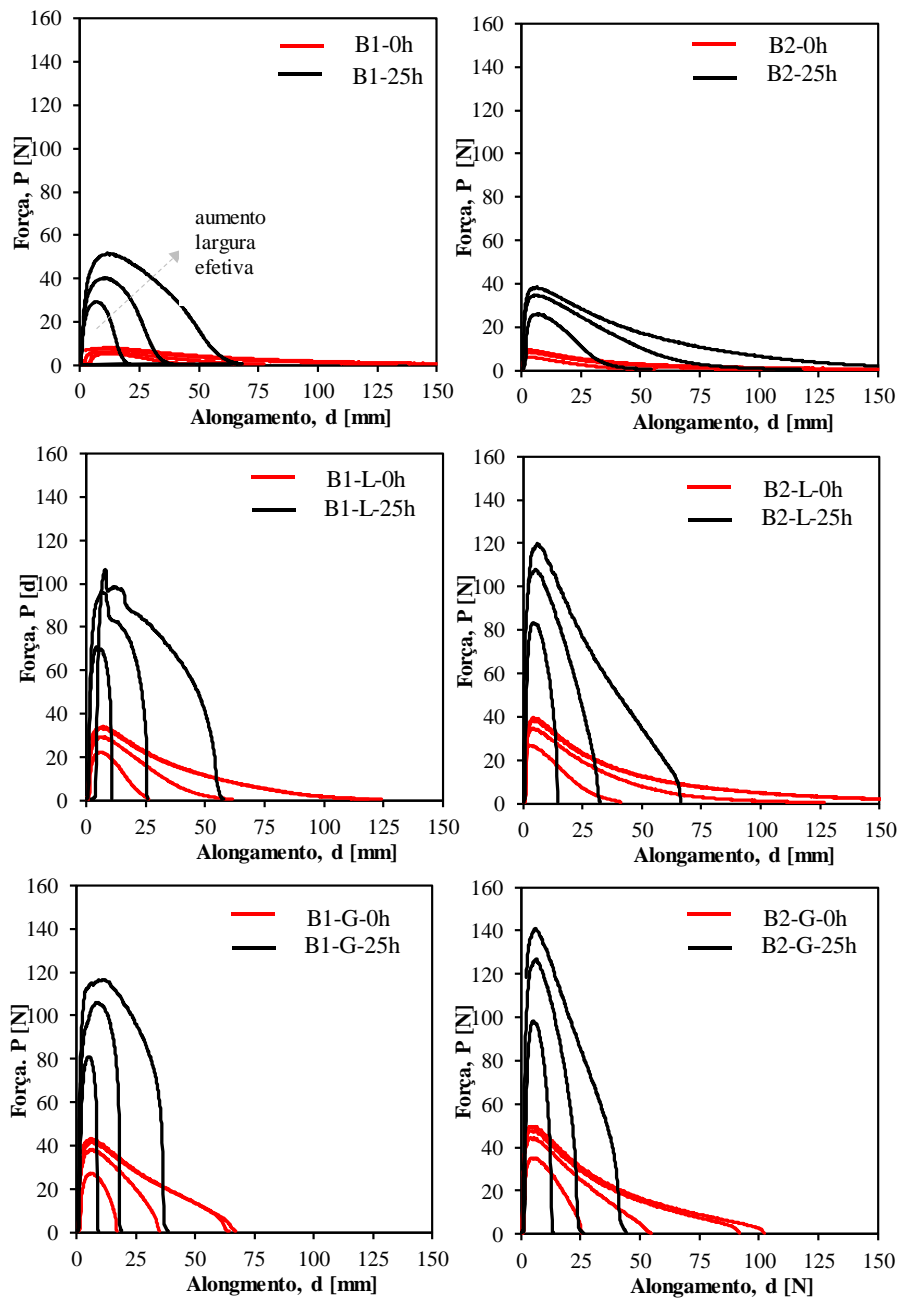


Fig.7. Resultados do ensaio de tração com diferentes dimensões de largura efetiva: betume B1 (à esquerda); betume B2 (à direita).



No Quadro 3 apresentam-se os resultados da análise ao ensaio de tração baseado no método do trabalho essencial de fratura [4], conforme descrito na secção 2.6. Como a energia específica de fratura aumenta consideravelmente com a largura efetiva do provete o valor de  $\beta w_p$  é positivo. Os valores são, contudo, próximos de zero para os betumes não envelhecidos. Os mastiques envelhecidos apresentam a maior dependência da largura efetiva. Relativamente à energia específica essencial de fratura ( $w_e$ ), que representa a resistência intrínseca do material à fratura, os dois betumes apresentam tendências distintas. Com o betume B2,  $w_e$  aumenta consideravelmente com o envelhecimento, especialmente para o betume, e os valores são próximos para os diferentes mastiques. Em oposição com o betume B1, existe um aumento para o betume e o filer G e uma redução com o filer L.

Para atender aos efeitos opostos do envelhecimento (maior endurecimento e menor ductilidade), a variável CTOD é considerada um melhor indicador da resistência do material à propagação de fendas. Verifica-se deste modo que a resistência diminui com o envelhecimento para todos os materiais estudados. A redução foi substancialmente maior com o betume B1 devido à sua maior sensibilidade ao envelhecimento. Esta redução foi menor nos mastiques com filer G, contudo a resistência inicial (não envelhecido) era menor.

Quadro 3. Resistência à tração por ductilidade

Propriedade	B1		B1-L		B1-G		B2		B2-L		B2-L	
	0h	25h	0h	25h	0h	25h	0h	25h	0h	25h	0h	25h
$w_e$ [J/m <sup>2</sup> ]	2,21	3,84	5,08	4,40	4,67	5,21	3,15	10,04	9,55	11,50	10,94	13,49
$\beta w_p$ [J/m <sup>2</sup> ]	0,06	0,63	0,29	1,44	0,37	1,07	-0,02	0,34	0,18	1,15	0,14	0,82
CTOD [mm]	20,47	6,56	11,39	3,10	8,62	3,21	25,00	19,30	17,76	6,91	15,54	6,87

## 4 CONCLUSÕES

O envelhecimento do betume tem um contributo muito importante no comportamento em serviço das misturas betuminosas, dependendo o envelhecimento da composição química do betume e das condições de exposição ao longo do ciclo de vida. Devido às características específicas da interação betume-agregado, as propriedades do agregado podem influenciar (potenciar ou restringir) os mecanismos que conduzem ao envelhecimento.

O objetivo deste trabalho foi avaliar a evolução do comportamento mecânico e reológico de betumes e de mastiques betuminosos com o envelhecimento. Os mastiques foram produzidos com dois betumes 50/70 e dois fileres (calcário e granito). Os betumes e mastiques foram envelhecidos em camada fina sob ação do calor e de atmosfera de ar sob pressão. Os materiais foram caracterizados relativamente às propriedades convencionais (penetração e temperatura de amolecimento), à ductilidade e ao módulo de corte complexo e ângulo de fase.

Os resultados obtidos mostraram, tal como esperado, que os materiais envelhecidos têm um comportamento mais rígido e elástico, mas menos dúctil a temperaturas intermédias de serviço. A adição de filer ao betume conduz a um notório endurecimento, mas o comportamento reológico (comportamento viscoelástico) não é significativamente alterado. Os mastiques envelheceram menos que os betumes quando sujeitos às mesmas condições de envelhecimento acelerado. No entanto, apesar do filer granítico induzir um maior aumento de rigidez que o filer calcário, de acordo com análise apresentada, o efeito do envelhecimento no mastiques com estes fileres foi semelhante.

## 5 REFERÊNCIAS

- [1] C. Carl, Study of the effect of filler on mastic/bitumen aging, Master Thesis, Dresden University of Technology, 2018.
- [2] P. Lopes, Impacto do filer no envelhecimento do ligante betuminoso, Dissertação de Mestrado, Universidade Nova de Lisboa - Faculdade de Ciências e Tecnologia, 2018.
- [3] M. Sá da Costa, Regeneração de betumes no âmbito da reciclagem a quente em central, Tese de Doutoramento, Instituto Superior Técnico, 2012.

- [4] MoT, LS-299: Method of test for the determination of asphalt cement's resistance to ductile failure using double edge notched tension test (DENT), Ministry of Transportation, Ontario, Toronto, Canada, 2012.
- [5] A. Andriescu, S. Hesp, J. Youtcheff, Essential and Plastic Works of Ductile Fracture in Asphalt Binders, *Transp. Res. Rec. J. Transp. Res. Board.* 1875 (2004) 1–7. doi:10.3141/1875-01.
- [6] D. Lesueur, The colloidal structure of bitumen: Consequences on the rheology and on the mechanisms of bitumen modification, *Adv. Colloid Interface Sci.* 145 (2009) 42–82. doi:10.1016/j.cis.2008.08.011.