



UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE
CENTRO DE TECNOLOGIA E RECURSOS NATURAIS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL E AMBIENTAL

**AVALIAÇÃO DOS EFEITOS DA TEMPERATURA, RADIAÇÃO
UV E UMIDADE NAS PROPRIEDADES DE LIGANTES E
MISTURAS ASFÁLTICAS**

ALBANIZA MARIA DA SILVA LOPES

CAMPINA GRANDE – PB
2023

ALBANIZA MARIA DA SILVA LOPES

**AVALIAÇÃO DOS EFEITOS DA TEMPERATURA, RADIAÇÃO
UV E UMIDADE NAS PROPRIEDADES DE LIGANTES E
MISTURAS ASFÁLTICAS**

Tese submetida ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil e Ambiental da Universidade Federal de Campina Grande, como parte dos requisitos para obtenção do título de Doutor (a) em Engenharia Civil e Ambiental.

Área de Concentração: Geotecnia

Linha de Pesquisa: Mecânica e Gerência de Pavimentos

Orientadora: Prof.^a Dr.^a Lêda Christiane de F. Lopes Lucena

S586a Silva Lopes, Albaniza Maria da.
Avaliação dos efeitos da temperatura, radiação UV e umidade nas propriedades de ligantes e misturas asfálticas / Albaniza Maria da Silva Lopes. – Campina Grande, 2023.
233 f. : il. color.

Tese (Doutorado em Engenharia Civil e Ambiental) – Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Tecnologia e Recursos Naturais, 2023.
"Orientação: Profa. Dra. Lêda Christiane de F. Lopes Lucena".
Referências.

1. Misturas Asfálticas e Ligantes. 2. Mecânica e Gerência de Pavimentos. 3. Reologia. 4. Geotecnia. 5. Temperatura – Radiação UV e Umidade. 6. Avaliação Mecânica. I. Lucena, Lêda Christiane de F. Lopes. II. Título.

CDU 625.85(043)

ALBANIZA MARIA DA SILVA LOPES

**AVALIAÇÃO DOS EFEITOS DA TEMPERATURA, RADIAÇÃO UV E
UMIDADE NAS PROPRIEDADES DE LIGANTES E MISTURAS ASFÁLTICAS**

Área de Concentração: Geotecnia

Tese aprovada em: 03/07/2023

BANCA EXAMINADORA

Documento assinado digitalmente
 LEDA CHRISTIANE DE FIGUEIREDO LOPES
Data: 01/08/2023 10:30:23-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof.^a Dr.^a Lêda Christiane de Figueirêdo Lopes Lucena (UFCG)

Orientadora

Documento assinado digitalmente
 JOHN KENNEDY GUEDES RODRIGUES
Data: 01/08/2023 23:39:50-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. John Kennedy Guedes Rodrigues (UFCG)

(Membro Interno)

Documento assinado digitalmente
 ANA MARIA GONCALVES DUARTE MENDON
Data: 02/08/2023 16:05:49-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof.^a Dr.^a Ana Maria Gonçalves Duarte Mendonça (PNPD - UFCG)

(Membro Interno)

Documento assinado digitalmente
 LENI FIGUEIREDO MATHIAS LEITE
Data: 02/08/2023 13:37:30-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof.^a Dr.^a Leni Matias Leite (UFRJ - COPPE)

(Membro Externo)

FABIANO PEREIRA
CAVALCANTE:91039266487

Assinado de forma digital por FABIANO
PEREIRA CAVALCANTE:91039266487
Dados: 2023.08.02 13:59:36 -03'00'

Prof. Dr. Fabiano Pereira Cavalcante (JBR Engenharia Ltda)

(Membro Externo)



MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE
POS-GRADUACAO ENGENHARIA CIVIL AMBIENTAL
Rua Aprigio Veloso, 882, - Bairro Universitario, Campina Grande/PB, CEP 58429-900

REGISTRO DE PRESENÇA E ASSINATURAS

1. **ATA DA DEFESA PARA CONCESSÃO DO GRAU DE DOUTOR EM ENGENHARIA CIVIL E AMBIENTAL**

2. **ALUNO(A): ALBANIZA MARIA DA SILVA LOPES / COMISSÃO EXAMINADORA: DR.ª LÊDA CHRISTIANE DE FIGUEIREDO LOPES LUCENA - PPGECA/UFMG (PRESIDENTE) - ORIENTADORA, DR. JOHN KENNEDY GUEDES RODRIGUES – PPGECA/UFMG – EXAMINADOR INTERNO, DR.ª ANA MARIA GONÇALVES DUARTE MENDONÇA – EXAMINADORA INTERNA, DR.ª LENI FIGUEIREDO MATHIAS LEITE - COPPE/PETROBRÁS – EXAMINADORA EXTERNA, DR. FABIANO PEREIRA CAVALCANTE – EXAMINADOR EXTERNO (PORTARIA 17/2023). / TITULO DA TESE: “AVALIAÇÃO DOS EFEITOS DA TEMPERATURA, RADIAÇÃO UV E UMIDADE NAS PROPRIEDADES DE LIGANTES E MISTURAS ASFÁLTICAS” / ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: GEOTECNIA / HORA DE INICIO: 08:30 HORAS / NA SALA 02 DO BLOCO CT, LABORATÓRIO DE PAVIMENTOS, CAMPUS SEDE DA UFGM, EM CAMPINA GRANDE, EM FORMATO HÍBRIDO.**

3. **EM SESSÃO REALIZADA EM FORMATO HÍBRIDO, APÓS EXPOSIÇÃO DE CERCA DE 40 MINUTOS, O(A) ALUNO(A) FOI ARGUIDO(A) ORALMENTE PELOS MEMBROS DA COMISSÃO EXAMINADORA, TENDO DEMONSTRADO SUFICIÊNCIA DE CONHECIMENTO E CAPACIDADE DE SISTEMATIZAÇÃO NO TEMA DE SUA TESE, SENDO-LHE ATRIBUÍDO O CONCEITO “EM EXIGÊNCIA”, SENDO QUE A POSSIBILIDADE DE APROVAÇÃO ESTÁ CONDICIONADA À AVALIAÇÃO DA NOVA VERSÃO DO TRABALHO FINAL, SEGUINDO PROCEDIMENTOS PREVISTOS NA RESOLUÇÃO DO PROGRAMA. O PRESIDENTE DA COMISSÃO EXAMINADORA, OUVIDOS OS DEMAIS MEMBROS, DEVERÁ FICAR RESPONSÁVEL POR ATESTAR QUE AS CORREÇÕES SOLICITADAS NA LISTA DE EXIGÊNCIAS FORAM ATENDIDAS NA VERSÃO FINAL DO TRABALHO. A COMISSÃO EXAMINADORA CUMPRINDO OS PRAZOS REGIMENTAIS, ESTABELECE UM PRAZO MÁXIMO DE 30 DIAS PARA QUE SEJAM FEITAS AS ALTERAÇÕES EXIGIDAS. APÓS O DEPÓSITO FINAL DO DOCUMENTO DE TESE, DEVIDAMENTE REVISADO E MEDIANTE ATESTADO DO ORIENTADOR, O CONCEITO "EM EXIGÊNCIA" PASSARÁ IMEDIATAMENTE PARA O DE “APROVADO”. NA FORMA REGULAMENTAR, FOI LAVRADA A PRESENTE ATA, QUE É ASSINADA POR MIM, FLÁVIO PEREIRA DA CUNHA, SECRETÁRIO, ALUNO E OS MEMBROS DA COMISSÃO EXAMINADORA PRESENTES.**

4. **CAMPINA GRANDE, 03 DE JULHO DE 2023**

5.

6.

7.

8.

9. **LENI FIGUEIREDO MATHIAS LEITE - COPPE/PETROBRÁS – EXAMINADORA EXTERNA**

Documento assinado digitalmente
 LENI FIGUEIREDO MATHIAS LEITE
Data: 11/07/2023 11:27:57-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>



Documento assinado eletronicamente por **LEDA CHRISTIANE DE FIGUEIREDO LOPES LUCENA, PROFESSOR(A) DO MAGISTERIO SUPERIOR**, em 03/07/2023, às 16:40, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 8º, caput, da [Portaria SEI nº 002, de 25 de outubro de 2018](#).



Documento assinado eletronicamente por **ANA MARIA GONÇALVES DUARTE MENDONÇA, Usuário Externo**, em 03/07/2023, às 17:25, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 8º, caput, da [Portaria SEI nº 002, de 25 de outubro de 2018](#).



Documento assinado eletronicamente por **Albaniza Maria da Silva Lopes, Usuário Externo**, em 04/07/2023, às 21:47, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 8º, caput, da [Portaria SEI nº 002, de 25 de outubro de 2018](#).



Documento assinado eletronicamente por **JOHN KENNEDY GUEDES RODRIGUES, PROFESSOR**, em 05/07/2023, às 09:16, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 8º, caput, da [Portaria SEI nº 002, de 25 de outubro de 2018](#).



Documento assinado eletronicamente por **FLAVIO PEREIRA DA CUNHA, SECRETÁRIO (A)**, em 06/07/2023, às 07:18, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 8º, caput, da [Portaria SEI nº 002, de 25 de outubro de 2018](#).



Documento assinado eletronicamente por **FABIANO PEREIRA CAVALCANTE, Usuário Externo**, em 10/07/2023, às 08:36, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 8º, caput, da [Portaria SEI nº 002, de 25 de outubro de 2018](#).



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site <https://sei.ufcg.edu.br/autenticidade>, informando o código verificador **3489682** e o código CRC **8A949BC1**.

DEDICATÓRIA

*A DEUS, por Sua mão em todos os detalhes da minha vida.
Aos meus pais, Albenor e Luciene, meu companheiro Eliton,
minha filha Ana Luísa e meus irmãos Bruna e André, por
todo amor e cuidado.*

AGRADECIMENTOS

A Deus, por todas as bênçãos alcançadas e por me dar forças para vencer todas as adversidades da vida.

Muitas pessoas me ajudaram ao longo dessa caminhada. As palavras aqui descritas não são suficientes para expressar a gratidão que sinto por todos que contribuíram direta e indiretamente para a realização deste trabalho. Tenho certeza que é uma vitória tão minha quanto de vocês. Minha gratidão se estende a todas essas pessoas, citadas aqui ou não.

Aos meus pais, Albenor e Luciene, por se doarem tanto e por todo amor, confiança e incentivo que depositam em mim. Minha gratidão e amor por vocês são imensuráveis.

A Eliton, meu amor e companheiro e a Ana Luísa minha filha, meu maior tesouro, por tanto amor, incentivo e paciência em todos os momentos desta pesquisa e da vida. Obrigada por me encorajar e me acalmar diante das circunstâncias. Amo incondicionalmente. Obrigada por terem lutado e sonhado comigo. Tudo por vocês e para vocês.

Aos meus irmãos Bruna e André, pelo companheirismo e amor que sempre me deram. Obrigada por apoiar minhas decisões e me dá forças quando preciso, sendo incentivo no meu crescimento pessoal.

A minha orientadora, Profa. Lêda, por todos os ensinamentos e confiança depositada. Obrigada por me acompanhar nessa caminhada acadêmica e por fazer de mim uma melhor pesquisadora. Sua dedicação ao ensino e à pesquisa é inspiração para minha vida profissional.

Aos meus familiares, em especial Vovô Assis (*in memoriam*), Vovó Artemiza, Tia Cineide, Tia Gerlânia, Tia Vaninha, Tia Cilene e Tia Celânia, agradeço por todo apoio e incentivo no meu crescimento profissional. Amo todos vocês.

Osires meu amigo, você foi um dos maiores presentes que o doutorado me proporcionou. Você é uma pessoa incrível, bondosa, ímpar. Obrigada por toda amizade, carinho, incentivo e pelos momentos e conhecimentos compartilhados, por me encorajar em meio a aflições, medos e inseguranças.

A minha vizinha e amiga querida, Dona Zefinha. Obrigada pela torcida e por todas as orações que a senhora faz para mim.

Aos meus amigos da pós graduação, em especial a Vitória, Talita Miranda, Daniel Beserra, Manoel, Leonardo, Priscila e Mateus por todo companheirismo, troca de conhecimentos, apoio e amizade. Ao meu orientando Alysson por toda ajuda.

Aos amigos pessoais Gilberto, Naidinha, Gustavo, Yáscara e Maria Cordão muito obrigada pela torcida e incentivo, e por compartilharem comigo momentos bons da vida.

Aos membros da banca Dr. John Kennedy, Dr. Fabiano Cavalcante, Dra. Ana Maria e Dra. Leni Leite por dedicarem parte do seu tempo em contribuir com o esse trabalho. Em especial a professora Ana Maria pelos conselhos e conversas diárias. Aos demais professores Dr. Adriano Elísio e Dra. Veruschka Escarião por todo conhecimento e apoio dado.

Aos técnicos e colegas do Laboratório de Engenharia de Pavimentos, Ladjane, Joseildo e Jadilson pela boa convivência. Em especial a Arthur, obrigada por todo apoio na condução de ensaios e seu conhecimento na química.

Ao Laboratório de Engenharia de Pavimentos (LEP) por possibilitar a realização dessa pesquisa.

Ao Professor Marcelo Rabello e Laboratório do Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Campina Grande (UFCG) e ao Laboratório de Materiais Multifuncionais e Experimentação Numérica – ECT (LAMMEN) da Universidade Federal do Rio Grande do Norte (UFRN) por possibilitar a realização de alguns ensaios.

Ao colega Diego Lucena e as empresas Britatec Indústria e Comércio de Britas LTDA e Construtora Gurgel Soares LTDA, por fornecer materiais necessários para esta pesquisa.

À CAPES pela bolsa de estudos concedida.

À Universidade Federal de Campina Grande (UFCG) e ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil e Ambiental (PPGECA) por viabilizarem o curso de doutorado.

“Tente mover o mundo, o primeiro passo será mover a si mesmo.”

Platão

RESUMO

O envelhecimento dos ligantes asfálticos é um fenômeno complexo, na extensão em que promove alterações de natureza física, química e reológica nestes materiais, que estão diretamente associadas a mecanismos de deterioração do pavimento e redução do desempenho das misturas asfálticas com o prolongamento do tempo de serviço. O envelhecimento térmico-oxidativo do ligante é amplamente estudado sob a orientação das normas vigentes, enquanto o envelhecimento foto-oxidativo não é padronizado e a umidade raramente é considerada. Além disso, o comportamento de misturas asfálticas envelhecidas por radiação UV ainda é desconhecido, principalmente quando associado à umidade, fator de grande relevância, pois o efeito deletério da água pode causar sua degradação precoce. Nesse sentido, esta pesquisa avaliou o comportamento químico e reológico dos ligantes e o comportamento mecânico das respectivas misturas asfálticas, submetidos a diferentes protocolos de envelhecimento, buscando inferir sobre a compatibilização destes com as reais condições de campo. Os ligantes foram previamente envelhecidos a curto prazo, por meio da estufa RTFO, e em seguida submetidos ao envelhecimento a longo prazo, por diferentes indutores de envelhecimento, como calor, oxigênio, radiação ultravioleta (UV) e umidade. As misturas asfálticas foram envelhecidas à curto prazo, STOA (Short-Term Oven Ageing) seguido do envelhecimento à longo prazo, LTOA (Long-Term Oven Ageing), adaptado em função das mesmas variáveis adotadas para os ligantes. Os resultados mostraram que diferentes combinações de processos propiciaram mudanças químicas diferenciadas, onde os envelhecimentos térmico e fotoquímico seguiram mecanismos de reações diferentes. O módulo de cisalhamento dinâmico (G^*) do ligante aumentou significativamente após o envelhecimento, destacando-se o envelhecimento em RTFO+ESTUFA como o mais influente, o que corrobora os resultados encontrados para a mistura. O envelhecimento também permitiu uma redução da vida de fadiga para altos níveis de deformação. As deformações permanentes, conforme previsto, diminuíram após o envelhecimento. Os efeitos da radiação UV não foram tão intensos como o esperado e podem ter sido influenciados pela temperatura que foi utilizada na câmara. Os estímulos associados aceleraram o processo de envelhecimento de ligantes, portanto, a radiação UV e a umidade não devem ser negligenciadas na simulação do envelhecimento em laboratório. Além disso, foi verificado boas correlação de comportamento nos ligantes e misturas asfálticas, destacando-se o protocolo ESTUFA pois este mostrou-se compatível com protocolo CAMPO_{6MESES}.

Palavras-chaves: Ligantes, Misturas asfálticas, Envelhecimento, Temperatura, Radiação UV, Umidade, Reologia, Avaliação mecânica.

ABSTRACT

The aging of asphalt binders is a complex phenomenon that involves physical, chemical, and rheological changes in these materials, directly associated with pavement deterioration mechanisms and a reduction in the performance of asphalt mixtures over time. Thermal-oxidative aging of binders is extensively studied following current standards, while photo-oxidative aging is not standardized, and moisture is rarely considered. Furthermore, the behavior of asphalt mixtures aged by ultraviolet (UV) radiation remains unknown, particularly when combined with moisture, which is a highly relevant factor, as the detrimental effect of water can lead to premature degradation. In this context, this research evaluated the chemical and rheological behavior of the binders and the mechanical behavior of the corresponding asphalt mixtures, subjected to different aging protocols, aiming to infer their compatibility with real field conditions. The binders were initially aged in the short term through the Rolling Thin Film Oven Test (RTFO) and then subjected to long-term aging using different aging inducers, such as heat, oxygen, UV radiation, and moisture. The asphalt mixtures were aged using Short-Term Oven Ageing (STOA) followed by Long-Term Oven Aging (LTOA), adapted based on the same variables adopted for the binders. The results demonstrated that different combinations of aging processes led to distinct chemical changes, with thermal and photochemical aging following different reaction mechanisms. The dynamic shear modulus (G^*) of the binder significantly increased after aging, with the RTFO+OVEN aging being the most influential, which was consistent with the findings for the mixture. Aging also resulted in a reduction in fatigue life at high levels of deformation. As anticipated, permanent deformations decreased after aging. The effects of UV radiation were not as pronounced as expected and may have been influenced by the temperature used in the chamber. The applied stimuli accelerated the aging process of binders, highlighting that UV radiation and moisture should not be overlooked in laboratory aging simulations. Furthermore, good correlations in behavior were observed between the binders and asphalt mixtures, particularly with the OVEN protocol, as it showed compatibility with the FIELD6MONTHS protocol.

Keywords: Binders, Asphalt mixtures, Aging, Temperature, UV radiation, Moisture, Rheology, Mechanical evaluation.

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1 - MODELO DE YEN (1991).....	32
FIGURA 2 - ESQUEMA DE SEPARAÇÃO QUÍMICA DO LIGANTE ASFÁLTICO.....	33
FIGURA 3 - SEQUÊNCIA DE REAÇÕES PARA OXIDAÇÃO DE POLICICLOAROMÁTICOS	35
FIGURA 4 - MODELO OXIDATIVO DE ENVELHECIMENTO DE LIGANTE	36
FIGURA 5 - FRAÇÕES SARA DE UM LIGANTE ANTES E APÓS ENVELHECIMENTO RTFO.....	43
FIGURA 6 - ÍNDICE DE ENVELHECIMENTO DO LIGANTE ASFÁLTICO NAS ETAPAS DE CONSTRUÇÃO E UTILIZAÇÃO DO PAVIMENTO	44
FIGURA 7 - G^* E Δ DO LIGANTE MODIFICADO COM DIFERENTES TEORES DE UV-531 ($A_{0,2}$, $A_{0,4}$ E $A_{0,6}$)	57
FIGURA 8 - RESULTADOS DO TESTE DE VARREDURA DE TEMPERATURA	59
FIGURA 9 - IMAGENS DA CÂMARA DE ENVELHECIMENTO ACELERADO (WEATHEROMETER) ..	62
FIGURA 10 - DESENHO ESQUEMÁTICO SIMPLIFICADO DA CÂMARA DE ENVELHECIMENTO DO Q-SUN	63
FIGURA 11 - TRANSPORTE DE ÁGUA EM PAVIMENTO ASFÁLTICO: (A) ESCOAMENTO CONVECTIVO DE ÁGUA; (B) DIFUSÃO DE ÁGUA NO LIGANTE; (C) MECANISMOS DE DIFUSÃO DE ÁGUA	70
FIGURA 12 – PREPARAÇÃO DE FILME DE LIGANTE E EXPOSIÇÃO À ÁGUA	80
FIGURA 13 – (A) IMAGENS DE FASE E TOPOGRAFIA DA SUPERFÍCIE DO LIGANTE SUBMERSO EM ÁGUA A 23° C POR 4 H SEGUIDO DE SECAGEM AO AR POR 2 DIAS. (B) TOPOGRAFIA DA ÁREA SELECIONADA EM (A) COM IMAGEM APRESENTADA EM “3D”.....	81
FIGURA 14 - IMAGENS AFM DE AMOSTRAS DE LIGANTES ANTES E APÓS A IMERSÃO EM ÁGUA À TEMPERATURA AMBIENTE (22 °C) POR UMA HORA A 10 DIAS	82
FIGURA 15 - FOTOS ÓPTICAS DA SUPERFÍCIE DO LIGANTE PG76-22 NÃO ENVELHECIDO E ENVELHECIDO POR DIFERENTES TEMPOS NO SIMULADOR DE INTEMPERISMO ACELERADO NA PRESENÇA DE LUZ ULTRAVIOLETA, CALOR, OXIGÊNIO E SEM UMIDADE	83
FIGURA 16 - FOTOS ÓPTICAS DO LIGANTE PG76-22 NÃO ENVELHECIDO E ENVELHECIDO POR DIFERENTES TEMPOS NO SIMULADOR DE INTEMPERISMO ACELERADO NA PRESENÇA DE LUZ ULTRAVIOLETA, CALOR, OXIGÊNIO E UMIDADE	83
FIGURA 17 - IMAGENS TOPOGRÁFICAS COM TAMANHO DE VARREDURA DE 10 μ M DA SUPERFÍCIE DO LIGANTE PG76-22 NÃO ENVELHECIDO E ENVELHECIDO POR DIFERENTES TEMPOS NO SIMULADOR DE INTEMPERISMO ACELERADO NA PRESENÇA DE LUZ ULTRAVIOLETA, CALOR, OXIGÊNIO E SEM UMIDADE.....	84
FIGURA 18 - IMAGENS TOPOGRÁFICAS COM TAMANHO DE VARREDURA DE 10 μ M DA SUPERFÍCIE DO LIGANTE PG76-22 NÃO ENVELHECIDO E ENVELHECIDO POR DIFERENTES TEMPOS NO SIMULADOR DE INTEMPERISMO ACELERADO NA PRESENÇA DE LUZ ULTRAVIOLETA, CALOR, OXIGÊNIO E UMIDADE	84

FIGURA 19 - IMAGENS DE MICROSCOPIA DE VARREDURA DO LIGANTE VIRGEM E OXIDADO...	85
FIGURA 20 - SEQUÊNCIA DE ATIVIDADES DESENVOLVIDA NA PESQUISA.....	88
FIGURA 21 - CURVAS GRANULOMÉTRICAS DOS AGREGADOS NATURAIS.....	93
FIGURA 22 - EQUIPAMENTO RTFO DO LABORATÓRIO DE ENGENHARIA DE PAVIMENTOS (LEP/UFCG).....	95
FIGURA 23 – CÂMARA DE INTEMPERISMO DO LABORATÓRIO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS (UFCG).....	96
FIGURA 24 – PROTOCOLOS DE ENVELHECIMENTO DO LIGANTE COM RADIAÇÃO UV	99
FIGURA 25 – AMOSTRAS DE LIGANTES ENVELHECIDOS NO RTFO E DISPOSTOS EM BANDEJAS PARA O ENVELHECIMENTO FOTO OXIDATIVO	101
FIGURA 26 – AMOSTRAS DE LIGANTES ENVELHECIDOS POR RADIAÇÃO UV.....	101
FIGURA 27- AMOSTRAS DE LIGANTES ENVELHECIDOS POR RADIAÇÃO UV E UMIDADE.....	102
FIGURA 28 – MEDIÇÕES DE TEMPERATURA DURANTE O ENVELHECIMENTO UV	102
FIGURA 29- MEDIÇÕES DE TEMPERATURA DURANTE O ENVELHECIMENTO UV ASSOCIADO À UMIDADE.....	103
FIGURA 30 - MEDIÇÕES DE UMIDADE DURANTE O ENVELHECIMENTO UV ASSOCIADO A UMIDADE.....	103
FIGURA 31 - PROTOCOLOS DE ENVELHECIMENTO DOS LIGANTES SEM E COM A INTERFERÊNCIA DA UMIDADE.....	105
FIGURA 32- AMOSTRAS DE LIGANTES SUBMETIDAS A UMEDECIMENTO POR MEIO DE ÁGUA DESTILADA E SECAGEM POR MEIO DE SÍLICA EM GEL.	106
FIGURA 33- SIMULADOR DE CHUVA.....	106
FIGURA 34 - AMOSTRAS DE LIGANTES SUBMETIDAS A UMIDADE POR MEIO DO SIMULADOR DE CHUVA.....	107
FIGURA 35- AMOSTRAS DE LIGANTES SUBMETIDOS AS INTEMPÉRIES E A APARÊNCIA DESTES APÓS O ENVELHECIMENTO.....	108
FIGURA 36- TEMPERATURAS DE MÁXIMA E MÍNIMA QUE OS LIGANTES FORAM SUBMETIDOS NO PERÍODO DE EXPOSIÇÃO AO ENVELHECIMENTO EM CAMPO	108
FIGURA 37- DADOS PLUVIOMÉTRICOS DO PERÍODO DE EXPOSIÇÃO AO ENVELHECIMENTO EM CAMPO	109
FIGURA 38- UMIDADE MÁXIMA E MÍNIMA QUE OS LIGANTES FORAM SUBMETIDOS NO PERÍODO DE EXPOSIÇÃO AO ENVELHECIMENTO EM CAMPO.....	109
FIGURA 39- TEMPERATURAS DE MÁXIMA E MÍNIMA QUE OS LIGANTES FORAM SUBMETIDOS NO PERÍODO DE EXPOSIÇÃO AO ENVELHECIMENTO EM CAMPO	110
FIGURA 40 - CURVAS INFERIOR, INTERMEDIÁRIA E SUPERIOR, TMN = 19.0 MM.....	116
FIGURA 41 – CURVA ÍNDICE DE VAZIOS VERSUS TEOR DE LIGANTE PARA DETERMINAÇÃO DO TEOR DE LIGANTE DE PROJETO	117
FIGURA 42- CORPOS DE PROVA ENVELHECIDOS NA CÂMARA UV	120

FIGURA 43 - CORPOS DE PROVA EM ESTUFA A 85°C POR 5 DIAS PARA SIMULAÇÃO DO ENVELHECIMENTO.....	120
FIGURA 44 - PROTOCOLOS DE ENVELHECIMENTO DA MISTURA COM A INTERFERÊNCIA DA UMIDADE.....	122
FIGURA 45 – PROTOCOLO DE ENVELHECIMENTO EM ESTUFA COM UMEDECIMENTO E SECAGEM.....	123
FIGURA 46- (A) MISTURAS ASFÁLTICAS SUBMETIDAS A UMIDADE POR MEIO DO SIMULADOR DE CHUVA; (B) E EM SEGUIDA COLOCADAS NA ESTUFA	124
FIGURA 47- MISTURAS ASFÁLTICAS SUBMETIDOS AO ENVELHECIMENTO EM CAMPO	124
FIGURA 48 - CORPOS DE PROVA ACONDICIONADOS À TEMPERATURA AMBIENTE APÓS O.....	125
FIGURA 49 - CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA DA MISTURA ASFÁLTICA.....	125
FIGURA 50 – ESPECTROS DE FTIR POR TRANSMITÂNCIA PARA AS AMOSTRAS DE LIGANTE ASFÁLTICO VIRGEM E SUBMETIDAS AOS PROTOCOLOS DE ENVELHECIMENTO.....	134
FIGURA 51 – ESPECTROS DE FTIR POR TRANSMITÂNCIA NORMALIZADA PARA AS AMOSTRAS DE LIGANTE ASFÁLTICO VIRGEM E SUBMETIDAS AOS PROTOCOLOS DE ENVELHECIMENTO.....	134
FIGURA 52 - ÍNDICE DE ENVELHECIMENTO (VAI) DAS AMOSTRAS DE LIGANTE ASFÁLTICO... 143	143
FIGURA 53 - GRAU DE DESEMPENHO DOS LIGANTES ASFÁLTICOS VIRGENS E ENVELHECIDOS: PG E PG CONTÍNUO.....	145
FIGURA 54 - PARÂMETRO MÓDULO DE CISALHAMENTO DINÂMICO (G*) EM FUNÇÃO DA TEMPERATURA ANTES E APÓS O ENVELHECIMENTO	147
FIGURA 55 - ÍNDICE DE ENVELHECIMENTO DAS AMOSTRAS DE LIGANTE ASFÁLTICO	149
FIGURA 56- COMPLIÂNCIAS NÃO RECUPERÁVEIS PARA O CAP 50/70	153
FIGURA 57 - CURVAS MESTRAS DOS LIGANTES ENVELHECIDOS	157
FIGURA 58 - PARÂMETROS A E B PARA OS LIGANTES ENVELHECIDOS.....	159
FIGURA 59 - CURVAS DE TENSÃO VERSUS DEFORMAÇÃO DOS LIGANTES EM ESTUDO	161
FIGURA 60 - ESTIMATIVA DA VIDA DE FADIGA DOS LIGANTES ENVELHECIDOS.....	163
FIGURA 61 - RESULTADOS DO ENSAIO DE TRAÇÃO POR COMPRESSÃO DIAMETRAL.....	167
FIGURA 62- RESULTADOS DO DANO POR UMIDADE INDUZIDA	171
FIGURA 63 - RESULTADOS DE MÓDULO DE RESILIÊNCIA	174
FIGURA 64 - CURVAS MESTRAS DAS MISTURAS ANALISADAS	177
FIGURA 65 - MÓDULO DINÂMICOS DAS MISTURAS ASFÁLTICAS: A) 4°C, B) 20°C, C) 40°C	179
FIGURA 66 - ÂNGULOS DE FASE REFERENTES ÀS FREQUÊNCIAS DE CARREGAMENTO: A) 4°C, B) 20°C, C) 40°C	181
FIGURA 67 - VALORES DO FLOW NUMBER OBTIDOS PELO ENSAIO UNIAXIAL DE CARGA REPETIDA	184
FIGURA 68 - NÚMERO DE CICLOS ATÉ A RUPTURA VERSUS DIFERENÇA DE TENSÕES NO CENTRO DO CP	188

FIGURA 69 - NÚMERO DE CICLOS ATÉ A RUPTURA VERSUS DEFORMAÇÃO RESILIENTE INICIAL	189
FIGURA 70 - CORRELAÇÃO DE G^* REFERENTES AOS LIGANTE E MD DAS MISTURAS ENVELHECIDAS EM LABORATÓRIOS OBTIDOS NO ENSAIO DE CURVA MESTRA E MD RESPECTIVAMENTE: A) 4°C, B) 20°C	197
FIGURA 71 - CORRELAÇÃO DE G^* REFERENTES AOS LIGANTE E MD DAS MISTURAS ENVELHECIDAS EM CAMPO OBTIDOS NO ENSAIO DE CURVA MESTRA E MD RESPECTIVAMENTE: A) 4°C, B) 20°C	198
FIGURA 72 - CORRELAÇÃO DE G^* REFERENTES AOS LIGANTE (15°C E 10 HZ) E MD DAS MISTURAS (20°C E 10 HZ) ENVELHECIDAS EM CAMPO OBTIDOS NO ENSAIO DE CURVA MESTRA E MD RESPECTIVAMENTE	199
FIGURA 73 – COMPORTAMENTO DE FN X JNR (3,2 KPA) NOS PROTOCOLOS DE ENVELHECIMENTO.....	200
FIGURA 74 – CORRELAÇÃO DE FN X JNR (3,2 KPA) OBTIDOS NOS PROTOCOLOS DE ENVELHECIMENTO.....	201
FIGURA 75 – CORRELAÇÃO DE FN X JNR (3,2 KPA) OBTIDOS NOS PROTOCOLOS DE ENVELHECIMENTO EM LABORATÓRIO	201
FIGURA 76 – CORRELAÇÃO DE FN X JNR (3,2 KPA) OBTIDOS NOS PROTOCOLOS DE ENVELHECIMENTO EM CAMPO.....	202
FIGURA 77 – COMPORTAMENTO DE FFL E FFM NOS PROTOCOLOS DE ENVELHECIMENTO	203
FIGURA 78 – CORRELAÇÃO DE FFM X FFL OBTIDOS NOS PROTOCOLOS DE ENVELHECIMENTO EM LABORATÓRIO.....	204
FIGURA 79 – CORRELAÇÃO DE FFM X FFL OBTIDOS NOS PROTOCOLOS DE ENVELHECIMENTO EM CAMPO.....	204

LISTA DE TABELAS

TABELA 1- CORRELAÇÃO DE ENVELHECIMENTO EM CAMPO COM PROTOCOLOS LTOA DE LABORATÓRIO	50
TABELA 2 – ESPECIFICAÇÃO FÍSICA E REOLÓGICA DOS LIGANTES ASFÁLTICOS ANTES E APÓS RTFO	90
TABELA 3- RESULTADOS DOS ENSAIOS DE CARACTERIZAÇÃO DOS AGREGADOS NATURAIS ..	93
TABELA 4 - COMBINAÇÃO DE TÉCNICAS DE ENVELHECIMENTO PARA LIGANTES	94
TABELA 5 – PARÂMETROS DOS PROTOCOLOS DE ENVELHECIMENTO UV SEM UMIDADE.....	100
TABELA 6 – PARÂMETROS DOS PROTOCOLOS DE ENVELHECIMENTO UV COM UMIDADE	100
TABELA 7 - PROPORÇÕES DE AGREGADOS PARA A MISTURA ASFÁLTICA DE REFERÊNCIA	115
TABELA 8 - PARÂMETROS VOLUMÉTRICOS DAS MISTURAS COM TEOR DE LIGANTE INICIAL (CAP 50/70)	116
TABELA 9 - RESUMO DOS PARÂMETROS VOLUMÉTRICOS DA MISTURA DE PROJETO (CAP 50/70)	117
TABELA 10 - RESUMO DOS PARÂMETROS VOLUMÉTRICOS DA MISTURA DE PROJETO (CAP 50/70) PARA O TEOR DE LIGANTE DE 5,10%	118
TABELA 11 - COMBINAÇÃO DE TÉCNICAS DE ENVELHECIMENTO PARA A MISTURA	118
TABELA 12 - ENSAIOS MECÂNICOS E RESPECTIVAS NORMAS	126
TABELA 13 – GRUPO DE COMPOSTOS ORGÂNICOS IDENTIFICADOS NO FTIR	136
TABELA 14 – ÍNDICES DE OXIDAÇÃO PARA AS AMOSTRAS DE LIGANTE ASFÁLTICO SUBMETIDAS AOS PROTOCOLOS DE ENVELHECIMENTO	139
TABELA 15 - RESULTADOS EMPÍRICOS FÍSICOS E REOLÓGICOS DO LIGANTES ASFÁLTICO VIRGEM E SUBMETIDOS A DIFERENTES PROTOCOLOS DE ENVELHECIMENTO.....	140
TABELA 16 - VARIAÇÃO DAS TEMPERATURAS DE PG E PG CONTÍNUO NAS AMOSTRAS DOS LIGANTES ASFÁLTICOS	146
TABELA 17- PARÂMETROS OBTIDOS NO TESTE DE FLUÊNCIA E RECUPERAÇÃO SOB TENSÃO MÚLTIPLA (MSCR).....	151
TABELA 18 - ANOVA JNR PARA 0,1 KPA - LIGANTES ENVELHECIDAS.....	155
TABELA 19 - ANOVA JNR PARA 3,2 KPA - LIGANTES ENVELHECIDAS.....	155
TABELA 20 - ANOVA JNR, DIFF (%) - LIGANTES ENVELHECIDAS	156
TABELA 21 - VALORES ESTIMADOS PARA VIDA DE FADIGA DOS LIGANTES ENVELHECIDOS .	164
TABELA 22 - CLASSIFICAÇÃO DO FFL (19°C) DE ACORDO COM NASCIMENTO (2021)	166
TABELA 23 - FFL DOS LIGANTES ENVELHECIDOS À 19°C.....	166
TABELA 24 - ANOVA RT – MISTURAS DE REFERÊNCIA E ENVELHECIDAS	168
TABELA 25 - ANOVA RRT – MISTURAS DE REFERÊNCIA E ENVELHECIDAS.....	173
TABELA 26 - VARIAÇÃO DO MR ENTRE AMOSTRAS CONDICIONADAS AO LTOA, EM RELAÇÃO A AMOSTRA DE REFERÊNCIA.....	174

TABELA 27 - ANOVA MR – MISTURAS DE REFERÊNCIA E ENVELHECIDAS	175
TABELA 28 - ANOVA FN – MISTURAS DE REFERÊNCIA E ENVELHECIDAS	186
TABELA 29 - CRITÉRIOS DE FLOW NUMBER PARA DIFERENTES NÍVEIS DE TRÁFEGO	187
TABELA 30 - RESUMO DAS CARACTERÍSTICAS DAS CURVAS DE VIDA DE FADIGA DAS MISTURAS	189
TABELA 31 - FATOR DE FADIGA DAS MISTURAS (FFM) E RESPECTIVAS CLASSES A 25°C	193
TABELA 32 - COMPARAÇÃO DOS ENSAIOS E PARÂMETROS OBTIDOS PARA OS LIGANTES ASFÁLTICOS ENVELHECIDOS	207
TABELA 33 - COMPARAÇÃO DOS ENSAIOS E PARÂMETROS OBTIDOS PARA AS MISTURAS ASFÁLTICAS ENVELHECIDAS	207

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 - Efeitos do envelhecimento a longo prazo	49
--	----

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AASHTO	<i>American Association of State Highway and Transportation Officials</i>
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
AESA	Agência Executiva de Gestão das Águas
AI	Índice de Envelhecimento
AMPT	<i>Asphalt Mixture Performance Test</i>
ANOVA	Análises de variância
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
CAI	Índice de envelhecimento químico
CAP	Cimento Asfáltico de Petróleo
CBUQ	Concreto Betuminoso Usinado a Quente
CERTBIO	Laboratório de Avaliação e Desenvolvimento de Biomateriais do Nordeste
CGS	Compactador Giratório SUPERPAVE
CP	Corpo de Prova
C-UV	Acelerador de intemperismo da Comexin
DHR	<i>Discovery Hybrid Rheometer</i>
DNIT	Departamento Nacional de Infraestrutura de Transportes
DSR	<i>Dynamic Shear Rheometer</i>
FFL	Fator de Fadiga do Ligante
FFM	Fator de Fadiga da Mistura
FN	<i>Flow Number</i>
FTIR	<i>Fourier Transform Infrared Spectroscopy</i>
ISC	Índice de Suscetibilidade Térmica
INMET	Instituto Nacional de Meteorologia
LAMMEN	Laboratório de Materiais Multifuncionais e Experimentação Numérica
LAS	Varredura de Amplitude Linear
LEP	Laboratório de Engenharia de Pavimentos
LTOA	<i>Long-Term Oven Ageing</i>
LVDT	<i>Linear Variable Differential Transducer</i>
MD	Módulo Dinâmico
MR	Módulo de Resiliência
MSCR	Fluência e recuperação sob tensões múltiplas
NBR	Norma Brasileira
NCHRP	<i>National Cooperative Highway Research Program</i>
PAV	<i>Pressure Aging Vessel</i>
PG	Grau de Desempenho
RAP	<i>Reclaimed Asphalt Pavement</i>
PSE	Pseudo Energia Máxima
RBV	Relação Ligante-Vazios
RRT	Resistência Retida à Tração
RT	Resistência à Tração
RTFO	<i>Rolling Thin-Film Oven</i>
SC	Simulador de Chuva

SCB	<i>Semicircular Bend Test</i>
STOA	<i>Short Term Oven Ageing</i>
SUPERPAVE	<i>Superior Performance Asphalt Pavements</i>
TMN	Tamanho Máximo Nominal
UFCG	Universidade Federal de Campina Grande
UFRN	Universidade Federal do Rio Grande do Norte
UTM	<i>Universal Testing Machine</i>
UV	<i>Ultravioleta</i>
VAI	<i>Viscosity Aging Index</i>
VAM	Vazios no Agregado Mineral
V _v	Volume de Vazios

LISTA DE SÍMBOLOS

$\Delta\sigma$	Diferença de tensões no centro do corpo de prova (MPa)
$^{\circ}\text{C}$	Grau celsius
cm	Centímetro
cP	Centipoise
D	Diâmetro dos grãos
g	Gramma
Gmb	Massa específica aparente medida (g/cm^3)
Gmm	Densidade máxima medida (g/cm^3)
Hz	Hertz
Kg	Quilograma
kN	Kilonewton
kPa	Kilopascal
mm	Milímetro
MPa	Megapascal
Nprojeto	Número de giros de projeto no compactador SUPERPAVE
Nmáximo	Número de giros máximo no compactador SUPERPAVE
Ninicial	Número de giros inicial no compactador SUPERPAVE
rpm	Rotação por minuto
UTM	<i>Universal Testing Machine</i>
σ	Resistência à tração
η_a	viscosidade do ligante em uma dada condição de envelhecimento
η_o	viscosidade inicial do ligante asfáltico
T $^{\circ}\text{C}$	Ponto de amolecimento
Jnr	Complância não recuperável
G*	Módulo Complexo de Cisalhamento
s	Segundo
cm	Centímetro
%	Porcentagem
mL	Mililitro
PEN	Penetração
P/A	Relação pó/ligante asfáltico
N	Número de ciclos de carregamento que leva a amostra à ruptura
Nf	Vida de fadiga
ϵ_i	Deformação resiliente inicial
F	Número médio de ciclos de carregamento antes da falha por fadiga
t	Tonelada
m	Metro
km	Quilômetro
Ic	Índice de carbonila
Is	Índice de sulfóxido
ki, ni	Coefficientes experimentais

SUMÁRIO

1	<u>INTRODUÇÃO.....</u>	23
1.1	JUSTIFICATIVA.....	26
1.2	OBJETIVOS.....	27
1.2.1	OBJETIVO GERAL	27
1.2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	27
1.3	HIPÓTESES	28
1.4	ORGANIZAÇÃO DO TRABALHO	29
2	<u>FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA</u>	30
2.1	LIGANTES ASFÁLTICOS E SUA COMPOSIÇÃO QUÍMICA.....	30
2.1.1	ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO POR TRANSFORMADA DE FOURIER - FTIR	38
2.2	ENVELHECIMENTO DO LIGANTE E DA MISTURA ASFÁLTICA.....	40
2.2.1	CONDICIONANTES DO PROCESSO DE ENVELHECIMENTO	47
2.2.1.1	Temperatura	47
2.2.1.2	Radiação Ultravioleta (UV)	51
2.2.1.3	Umidade.....	66
2.2.1.4	Influência da Umidade na Microestrutura de Ligantes Asfálticos	79
2.3	CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	86
3	<u>MATERIAIS E MÉTODOS</u>	87
3.1	PROGRAMA EXPERIMENTAL	87
3.2	MATERIAIS.....	89
3.2.1	LIGANTES ASFÁLTICOS.....	89
3.2.2	AGREGADOS NATURAIS.....	92
3.3	MÉTODOS EXPERIMENTAIS	94
3.3.1	PROTOCOLOS DE ENVELHECIMENTO DOS LIGANTES ASFÁLTICOS	94
3.3.1.1	Protocolo 1 - Envelhecimento a Curto Prazo – RTFO	95
3.3.1.2	Protocolo 2/ Protocolo 3 - Envelhecimento por Radiação UV/ Radiação UV associada a Umidade.....	96
3.3.1.3	Protocolo 4 - Envelhecimento em estufa convencional	104

3.3.1.4	Protocolo 5 - Envelhecimento em estufa convencional associada a umidade – Ciclos de umedecimento e secagem.....	104
3.3.1.5	Protocolo 6 - Envelhecimento em estufa convencional associada a umidade – Simulador de chuva	106
3.3.1.6	Protocolo 7 - Envelhecimento em campo – 2 meses, 4 meses e 6 meses	107
3.3.2	ANÁLISE QUÍMICA.....	111
3.3.3	ANÁLISE REOLÓGICA	112
3.3.3.1	Grau de Desempenho - PG	112
3.3.3.2	Fluência e Recuperação sob Tensões Múltiplas - MSCR	113
3.3.3.3	Curva Mestre.....	114
3.3.3.4	Varredura de Amplitude Linear – LAS	114
3.3.4	DOSAGEM SUPERPAVE.....	115
3.3.5	PROCEDIMENTOS DE ENVELHECIMENTO DAS MISTURAS ASFÁLTICAS.....	118
3.3.5.1	Protocolo 1/ Protocolo 2 - Envelhecimento por Radiação UV / Radiação UV associada a Umidade.....	119
3.3.5.2	Protocolo 3 - Envelhecimento em Estufa Convencional	120
3.3.5.3	Protocolo 4 - Envelhecimento em Estufa Convencional Associada a Umidade (Ciclos de Umedecimento e Secagem).....	121
3.3.5.4	Protocolo 5 - Envelhecimento em estufa convencional associada a umidade – Simulador de chuva.....	123
3.3.5.5	Protocolo 6 - Envelhecimento em campo – 2 meses, 4 meses e 6 meses	124
3.3.6	PROPRIEDADES MECÂNICAS	125
3.3.6.1	Resistência à Tração por Compressão Diametral.....	126
3.3.6.2	Módulo de Resiliência.....	127
3.3.6.3	Dano por Umidade Induzida (LOTTMAN).....	127
3.3.6.4	Módulo Dinâmico (MD).....	128
3.3.6.5	Resistência à Deformação Permanente (Flow Number).....	129
3.3.6.6	Vida de Fadiga	129
3.4	ANÁLISE ESTATÍSTICA.....	130
4	<u>RESULTADOS E DISCUSSÕES</u>	<u>133</u>
4.1	ANÁLISE QUÍMICA DOS LIGANTES ASFÁLTICOS	133
4.2	ANÁLISE EMPÍRICA FÍSICA E REOLÓGICA DOS LIGANTES ASFÁLTICOS	140
4.2.1	PONTO DE AMOLECIMENTO E VISCOSIDADE ROTACIONAL.....	140

4.2.2	GRAU DE DESEMPENHO – PG	144
4.2.3	FLUÊNCIA E RECUPERAÇÃO SOB TENSÕES MÚLTIPLAS - MSCR	151
4.2.4	CURVAS MESTRAS	157
4.2.5	VARREDURA LINEAR DE AMPLITUDE (LAS).....	159
4.3	ANÁLISE MECÂNICA DAS MISTURAS ASFÁLTICAS.....	167
4.3.1	RESISTÊNCIA À TRAÇÃO POR COMPRESSÃO DIAMETRAL	167
4.3.2	DANO POR UMIDADE INDUZIDA (LOTTMAN).....	170
4.3.3	MÓDULO DE RESILIÊNCIA.....	173
4.3.4	MÓDULO DINÂMICO	176
4.3.5	RESISTÊNCIA À DEFORMAÇÃO PERMANENTE (FLOW NUMBER)	183
4.3.6	VIDA DE FADIGA	188
4.4	CORRELAÇÃO ENTRE COMPORTAMENTO DO LIGANTE E DA MISTURA ASFÁLTICA	194
4.5	RESUMO DOS RESULTADOS OBTIDOS NA PESQUISA	206
5	<u>CONCLUSÕES E SUGESTÕES.....</u>	<u>209</u>
5.1	CONSIDERAÇÕES FINAIS	209
5.2	SUGESTÕES PARA PESQUISAS FUTURAS	211
	<u>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</u>	<u>212</u>

1 INTRODUÇÃO

Agentes atmosféricos, como radiação solar, umidade das chuvas e do ar e variações de temperatura têm impacto importante no comportamento dos ligantes asfálticos, pois contribuem para sua alteração química, física e reológica. Essas mudanças modificam as propriedades e desempenho das misturas asfálticas, ocasionado, principalmente, pelo seu envelhecimento. A avaliação dos efeitos do envelhecimento ao ligante asfáltico é necessária, pois afeta diretamente a vida útil do pavimento e por isso tem sido alvo de pesquisas quanto à composição química e propriedades reológicas (OSMARI e ARAGÃO, 2016; NASCIMENTO e FAXINA, 2017; WEI *et al.*, 2019; LIU *et al.*, 2020; QIAN *et al.*, 2020; MAZZONI *et al.*, 2020; MA *et al.*, 2021).

Entretanto, segundo Qu *et al.* (2018) as razões microscópicas para essas mudanças ainda não estão claras, existindo algumas correlações entre as propriedades micro e macroestruturais, envolvendo fenômenos com os mecanismos de endurecimento do ligante asfáltico durante o processo de envelhecimento. Os autores verificaram que comportamento de adesão que ocorre entre o ligante asfáltico e o agregado, importante para a durabilidade e vida útil do pavimento, compreende um conjunto complexo de questões micro e macroscópicas, onde o parâmetro microscópico de energia livre de superfície apresentou uma alta correlação com a propriedade macroestrutural de adesão do ligante asfáltico.

O pavimento asfáltico é inevitavelmente exposto à luz solar e a diferentes ambientes durante a vida útil, e as mudanças ambientais fazem com que o ligante envelheça sob o ambiente mais complexo, como radiações ultravioleta (UV), temperatura e umidade mais severas. Entretanto, segundo Wei *et al.* (2019) e Qian *et al.* (2020) o mecanismo de envelhecimento e o impacto da água e da radiação UV associadas ainda precisam ser investigados.

Alguns métodos foram desenvolvidos para simular e acelerar o envelhecimento do ligante asfáltico no laboratório, como o envelhecimento à curto prazo usando a estufa RTFO (Rolling Thin Film Oven) e à longo prazo utilizando o PAV (Pressure Aging Vessel), mas a literatura destaca uma grande dificuldade na determinação das condições ideais no laboratório, que correspondam ao nível real de envelhecimento do ligante asfáltico provocado pela radiação ultravioleta (UV).

Pesquisas desenvolvidas por Das *et al.* (2014) e Menapace e Masad (2018) mostraram que a radiação UV inicia um envelhecimento de superfície do ligante mais agressivo do que a oxidação, pois a radiação UV induz a formação de radicais livres que formam produtos de

oxidação, acelerando a velocidade da reação. Das *et al.* (2014) investigaram o mecanismo de envelhecimento da superfície de distintos ligantes por meio da microscopia de força atômica e verificaram que independentemente do tipo de ligante, a porcentagem de microestrutura na superfície diminui com o grau de exposição e o tempo, observando-se que a radiação ultravioleta causou um maior envelhecimento da superfície. Menapace e Masad (2018) analisaram como a superfície do ligante se degrada durante o envelhecimento por meio da análise da microestrutura e constataram que os efeitos combinados da radiação UV e umidade causaram a solubilização, trincas e deformações de parte do ligante.

Estudos de Mouillet *et al.* (2014) demonstraram que a presença da radiação UV e a oxidação térmica aumentam as reações de oxidação das misturas asfálticas e ligantes. Segundo os autores o envelhecimento foi melhor avaliado pelo processo de foto oxidação, pois afetou as propriedades da mistura asfáltica mais fortemente do que a simulação PAV em laboratório (sem ação UV).

Ma *et al.* (2021) exploraram os comportamentos mecânicos dinâmicos e os modelos constitutivos do ligante e misturas asfálticas após diferentes métodos de envelhecimento. Os autores verificaram que o módulo complexo do ligante aumenta significativamente após o envelhecimento, onde a classificação relativa dos métodos de envelhecimento de acordo com o módulo complexo do ligante destaca o RTFOT como o menos influente e o envelhecimento ao ar livre como o mais influente, ficando o envelhecimento por meio PAV e UV numa situação intermediária.

A influência destrutiva da umidade em revestimentos asfálticos é outro elemento importante a ser discutido, pois afeta adversamente a durabilidade do pavimento. Os efeitos da umidade no pavimento podem levar ao descolamento da película de ligante asfáltico do agregado (*stripping*), acelerando os mecanismos de deterioração da deformação permanente e da trinca por fadiga (ANITELLI, 2013; HAMZAH *et al.*, 2015). A suscetibilidade das misturas asfálticas ao dano por umidade tem sido investigada por décadas e ainda é objeto de estudos de diversos pesquisadores (ANITELLI, 2013; AMELIAN *et al.*, 2014; DIAB *et al.*, 2017; CALA *et al.*, 2019, SANCHEZ *et al.*, 2020; CALA e CARO, 2021; FROSSARD *et al.*, 2022).

Cala & Caro (2021) destacam que a qualidade da adesão do agregado ao ligante asfáltico é um fator chave no desempenho das misturas asfálticas, e diante desse pressuposto analisaram um modelo preditivo de danos por umidade em sistemas ligante-agregado baseado em química de agregados. Frossard *et al.* (2022) frisam que a adesividade ligante-agregado desempenha um

papel importante na prevenção da fratura adesiva da mistura asfáltica e é muito influenciada pelas propriedades químicas, físicas, morfológicas e mineralógicas dos agregados, além da suscetibilidade à umidade. Esses estudos focaram principalmente na mistura asfáltica completa ou mesmo na parte fina da mistura, entretanto as investigações quanto à influência da umidade, aliada a outros fatores como temperatura e radiação UV no ligante asfáltico em si como um material são vitais (VASCONCELOS *et al.*, 2011; SANTOS *et al.*, 2014; PAN *et al.*, 2016; HUNG *et al.*, 2017).

No tocante ao envelhecimento de misturas asfálticas, os procedimentos AASHTO PP2-01 e AASHTO R30 descrevem o protocolo de envelhecimento em estufa à curto prazo (Short-term oven ageing - STOA) e à longo prazo (Long-term oven ageing - LTOA). De acordo com Yin *et al.* (2017) este protocolo é capaz de simular até 23 meses de envelhecimento em campo. Entretanto, alguns estudos desenvolvidos no âmbito do envelhecimento das misturas (Mouillet *et al.*, 2014; Cravo, 2016; Diab *et al.*, 2017; Sánchez *et al.*, 2019; Sanchez *et al.*, 2020; Caro *et al.*, 2021; Rivera *et al.*, 2022; Das & Siddagangaiah, 2022), consideram outros parâmetros além da temperatura, como influência da radiação UV e umidade, mas de forma isolada, ou considerando a junção de dois desses parâmetros.

Sanchez *et al.* (2020) avaliaram os efeitos combinados de envelhecimento em estufa e umidade (ciclos de umedecimento e secagem) nas propriedades viscoelásticas e de fratura das misturas. Os resultados mostraram que os efeitos acoplados do envelhecimento de longo prazo e os ciclos de umidade reduziram a energia de fratura e outros parâmetros de fratura da mistura entre 2 e 10 vezes em relação à condição de envelhecimento de curto prazo no estado seco.

Das & Siddagangaiah (2022) estudaram diferentes parâmetros com base em testes de resistência à tração, com o objetivo de identificar um parâmetro para avaliar a resistência ao trincamento de misturas asfálticas expostas tanto ao envelhecimento à curto e longo prazo em estufa quanto ao condicionamento por umidade e explorar a associação de tais parâmetros com a vida em fadiga. Os autores concluíram que tanto a resistência à tração indireta (ITS) quanto a energia de fratura (EF) influenciam significativamente a vida em fadiga de misturas asfálticas submetidas ao envelhecimento e ao condicionamento por umidade, onde o efeito negativo da umidade na resistência à fissuração da mistura foi constatado em função da redução mínima destes parâmetros, da ordem de 20% e 60%, a depender do condicionamento à umidade.

Na literatura pesquisas que avaliem os efeitos combinados do envelhecimento oxidativo e foto oxidativo (oxigênio, calor e exposição aos raios UV) aliados a umidade na microestrutura

e nas propriedades dos ligantes e das misturas asfálticas são limitados ou mesmo inexistentes. Portanto, existe uma carência de pesquisas que abordem uma análise química e reológica mais complexa do ligante diante desses efeitos combinados do envelhecimento. Além disso, o comportamento mecânico e micro estrutural da mistura asfáltica mediante esses efeitos ainda é uma lacuna que existe no âmbito dos estudos de pavimentos rodoviários.

1.1 Justificativa

O envelhecimento dos ligantes asfálticos ocorre com o prolongamento do tempo de serviço, ocasionando a deterioração do pavimento e reduzindo o desempenho das misturas asfálticas. Entretanto, é um fenômeno complexo, de difícil mensuração. Dessa forma estabelecer as condições de ensaio de laboratório ideais, que correspondam ao nível real de envelhecimento do revestimento asfáltico provocado pela radiação, tem sido um grande desafio para a comunidade científica (YAMAGUCHI *et al.*, 2005; WU *et al.*, 2008b).

A influência da umidade no envelhecimento de ligantes asfálticos é outro aspecto de grande relevância. Na literatura existem estudos que analisam os efeitos da umidade e do envelhecimento por radiação no comportamento de ligantes asfálticos de forma independentemente (Yamaguchi *et al.*, 2005; Wu *et al.*, 2008b; Vasconcelos *et al.*, 2011; Santos *et al.*, 2014; Mouillet *et al.*, 2014; Das *et al.*, 2014; Pan *et al.*, 2016; Hung *et al.*, 2017, Nascimento e Faxina, 2017; Ma *et al.*, 2021), entretanto são poucos os estudos que retratam a análise desses efeitos de forma simultânea. Menapace e Masad (2018) avaliaram a evolução da microscopia de ligantes asfálticos em ambiente de envelhecimento por radiação UV, associados à umidade, mas a pesquisa limitou-se apenas ao estudo da microscopia do ligante.

Os pavimentos estão sujeitos à contínua ação do tráfego e das condições climáticas juntamente com o envelhecimento natural dos materiais, fazendo com que sofram um processo de deterioração progressiva durante sua vida útil. Veiga (2013) cita que a degradação de um pavimento se inicia logo após a sua construção, devido à contribuição dos agentes atmosféricos, que o afetam mesmo sem haver circulação, demonstrando que o pavimento sofrerá degradação antes de qualquer aplicação de carga a estrutura. Com o decorrer de sua vida útil, essas degradações vão se alastrando e produzindo novas patologias, de maiores extensões e danos.

O comportamento das misturas asfálticas frente ao envelhecimento oxidativo e foto oxidativo vem sendo investigado, entretanto estes se restringem na avaliação da radiação UV e

temperatura de forma isolada, sem associá-los a umidade, ou limitando-se apenas a parte fina da mistura, verificando-se a carência de estudos que avaliem esses efeitos conjuntos no comportamento mecânico das misturas asfálticas considerando o esqueleto pétreo.

Dada a importância da radiação UV sobre o envelhecimento oxidativo dos ligantes asfálticos e o seu efeito expressivo em termos de alterações do comportamento reológico destes materiais, fazem-se necessários estudos mais detalhados acerca da sua influência associada à umidade nas propriedades reológicas desses ligantes. Tais estudos se tornam ainda mais importantes em face da existência de uma variedade de ligantes asfálticos modificados, cujos efeitos sobre o comportamento da mistura ao envelhecimento oxidativo e foto oxidativo aliado a umidade ainda são desconhecidos.

A justificativa deste trabalho baseia-se na necessidade de estudar misturas para análise do ligante asfáltico 50/70, mediante os efeitos combinados do envelhecimento (UV, temperatura e umidade), no que diz respeito a reologia e mecânica desses materiais. Dessa forma, nesta pesquisa foram propostas metodologias de envelhecimento baseadas nas existentes na literatura, para análise do comportamento do ligante e da mistura asfáltica. Estes estudos são pioneiros, e pretendem contribuir para maior durabilidade dos pavimentos rodoviários.

1.2 Objetivos

1.2.1 Objetivo Geral

Este trabalho tem como objetivo avaliar a influência da umidade e do envelhecimento oxidativo e foto-oxidativo (radiação UV) no comportamento do ligante asfáltico (CAP 50/70) e na mistura asfáltica confeccionada com o respectivo ligante.

1.2.2 Objetivos Específicos

- verificar a ocorrência de alterações na composição química dos ligantes asfálticos ocasionadas por combinações de processos de envelhecimento, por meio do FTIR (Fourier Transform Infrared Spectroscopy);
- analisar os efeitos da temperatura e da radiação UV de forma isolada, e associadas a umidade no comportamento do ligante asfáltico (CAP 50/70);

- verificar se os protocolos de envelhecimento a longo prazo proporcionaram mudanças significativas nas propriedades reológicas do ligantes asfáltico;
- avaliar o comportamento mecânico das misturas asfálticas mediante a influência dos diferentes processos de envelhecimento a longo prazo (effects of long term aging - LTOA) e verificar possíveis correlações entre o comportamento dos ligantes e misturas quanto a rigidez, deformação permanente e fadiga;
- verificar os protocolos de envelhecimento desenvolvidos em laboratório que foram mais compatíveis com os protocolos de campo, no que diz respeito ao comportamento dos ligantes e das misturas asfálticas.

1.3 Hipóteses

Para o desenvolvimento dessa pesquisa, algumas hipóteses foram levantadas:

- O envelhecimento oxidativo e foto oxidativo tem influência expressiva em termos de alterações do comportamento químico e reológico dos ligantes asfálticos, bem como no comportamento mecânico das misturas asfálticas, evidenciando caminhos diferentes entre o envelhecimento térmico e fotoquímico.
- Os efeitos combinados da radiação UV e temperatura, quando aliados ao parâmetro umidade, podem intensificar o processo de envelhecimento, apontando mecanismos diferenciados e conseqüentemente interferem nas propriedades e principalmente na microestrutura de ligantes e misturas asfálticas.
- O comportamento de ligantes e misturas envelhecidas a longo prazo, podem mostrar boas correlações quando comparados resultados quanto a rigidez e deformação permanente.
- As reais condições de campo dos ligantes e da mistura podem mostrar compatibilidade de comportamento com os processos de envelhecimento a longo prazo desenvolvidos em laboratório.

Com a avaliação adequada desses parâmetros, protocolos de envelhecimento foram desenvolvidos para análise do comportamento de ligantes e da mistura diante dos seus efeitos. O plano experimental da pesquisa avaliou a quantificação dos parâmetros no que diz respeito ao desempenho reológico e mecânico dos ligantes e das misturas, respectivamente, e identificou

a melhor configuração para simular o envelhecimento em laboratório das amostras com as condições de campo.

1.4 Organização do Trabalho

Este trabalho está estruturado em cinco capítulos, sendo apresentada a seguir uma breve descrição dos assuntos abordados em cada um deles.

Capítulo 1 – composto por Introdução, justificativa, objetivos e organização do trabalho;

Capítulo 2 – compreende a fundamentação teórica, onde foram abordados assuntos mais relevantes ao desenvolvimento deste trabalho tais como: composição química dos ligantes asfálticos, defeitos em revestimentos asfálticos, envelhecimento do ligante e de misturas asfálticas, além de estudos envolvendo o envelhecimento por radiação ultravioleta e umidade.

Capítulo 3 – consiste na descrição dos métodos experimentais e/ou procedimentos de ensaios utilizados bem com os materiais e equipamentos necessários ao alcance dos objetivos da pesquisa;

Capítulo 4 - são apresentados os resultados em função das análises realizadas durante a fase experimental.

Capítulo 5 – são apresentadas as conclusões obtidas na pesquisa e sugestões para pesquisas futuras.

2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

Este capítulo contempla o levantamento bibliográfico sobre assuntos relevantes para o desenvolvimento desta pesquisa. Inicialmente foram apresentadas definições e abordagens sobre a composição química de ligantes asfálticos em geral.

Em seguida foram apresentados aspectos a respeito do comportamento químico do ligante mediante a Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier – FTIR.

O capítulo é finalizado com apresentação de estudos que abrangem diferentes processos e parâmetros de envelhecimento de ligantes e misturas asfálticas para avaliação de suas propriedades e desempenho, considerando influências da radiação ultravioleta e da umidade.

2.1 Ligantes Asfálticos e sua Composição Química

Segundo o MS-26 (Manual Series nº 26) do Asphalt Institute (2011) ligantes asfálticos são materiais aglutinantes, de cor escura, constituídos por misturas complexas de hidrocarbonetos não voláteis de elevada massa molecular. Estes podem ser obtidos em estado natural ou por diferentes processos físicos ou químicos, com seus derivados de consistência variável e com poder aglutinante e impermeabilizante, sendo completamente solúvel no bissulfeto de carbono (CS₂).

O ligante asfáltico possui propriedade de ser um material termoviscoelástico, impermeável à água e pouco reativo, além de ter característica de flexibilidade e alta resistência à ação de ácidos inorgânicos, sais e álcalis. Apresenta-se na temperatura ambiente como um material sólido de características viscoelásticas, na cor preta, que passa para o estado líquido a temperaturas superiores a 100°C. No Brasil é utilizado a denominação ligante asfáltico para designar esse produto semi-sólido a temperaturas baixas, viscoelástico a temperatura ambiente e líquido a altas temperaturas, e que se enquadra em limites de consistência para determinadas temperaturas estabelecidas em especificações. Apesar da baixa reatividade química a agentes esse material sofre um processo de envelhecimento, podendo alterar sua composição ao sofrer ação de calor, ar e radiação ultravioleta (MELLO, 2014).

Dessa forma, os ligantes asfálticos são materiais que influenciam significativamente o comportamento de pavimentos flexíveis, pois são responsáveis pela manutenção da estabilidade estrutural de misturas asfálticas a partir da união entre as partículas de agregados, resultando

em um comportamento complexo das misturas, que é função da temperatura e velocidade do carregamento (OSMARI e ARAGÃO, 2016). A importância destes na mistura asfáltica deve-se principalmente a função aglomerante e impermeabilizante, garantindo a ligação com os agregados, com o objetivo de evitar a separação provocada pelo efeito do tráfego, e impedindo a entrada de água que pode comprometer toda a estrutura do pavimento (SOBREIRO, 2014).

A análise elementar de um ligante se destaca a presença majoritária de átomos de carbono (80% a 87% em massa) e hidrogênio (8% a 12% em massa). Além disso, os heteroátomos tais como o enxofre (1% a 9% em massa), nitrogênio (0% a 1,5% em massa) e oxigênio (0,5% a 1,5% em massa) também estão presentes. Em menor quantidade encontram-se metais como: vanádio (10 mg/kg a 2000 mg/kg) e níquel (20 mg/kg a 200 mg/kg), além de traços de elementos como alumínio, silício, cromo, cobre, zinco e chumbo (EL BEZE, 2008).

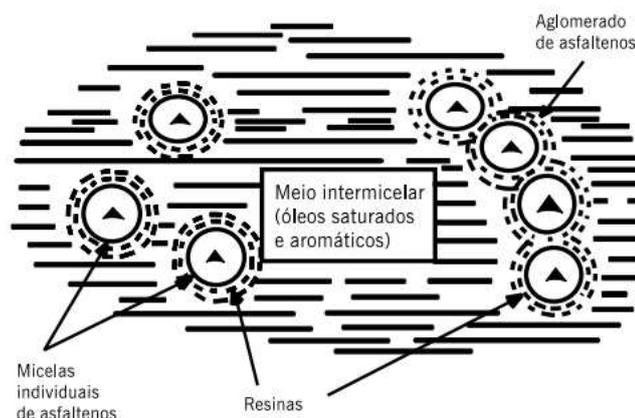
A presença e o percentual de heteroátomos na composição do ligante asfáltico é devido a fonte do petróleo, modificações induzidas, técnicas de processamento e envelhecimento em serviço. Apesar da pequena quantidade em percentagem, são os heteroátomos que conferem polaridade aos ligantes (SULTANA, 2014).

Segundo Cravo (2016) o ligante é composto por uma mistura de hidrocarbonetos de massas molares e estruturas químicas complexas contendo anéis naftênicos e aromáticos e ramificações de diversos tipos. As estruturas moleculares do ligante asfáltico consistem de unidades de hidrocarbonetos de quatro tipos: ramificações saturadas lineares ou ramificadas sem anel; ciclo naftênico saturado, ou seja, com ligações cíclicas simples; compostos aromáticos, presença de pelo menos um anel aromático; insaturados, olefinas que se apresentam em cadeias contendo uma ou mais ligações duplas.

No entanto, raras são as moléculas presentes no ligantes que são constituídas por apenas uma dessas variações. As moléculas podem ter suas estruturas compostas por ciclos aromáticos e/ou naftênicos ligados a cadeias parafínicas lineares ou saturadas. Esta diversidade e o grande número de moléculas presentes no ligante torna a determinação exata da sua composição química uma tarefa extremamente complexa. Desta forma, para caracterizar os seus vários constituintes torna-se necessário utilizar uma abordagem reducionista, fracionando o ligante em famílias de acordo com a sua solubilidade. Assim, para viabilizar a determinação qualitativa e quantitativa dos seus dez componentes principais estes são divididos em dois grupos genéricos, os maltenos e os asfaltenos (CRAVO, 2016).

O complexo arranjo de átomos do ligante asfáltico é dependente dos processos de fabricação, bem como da matéria prima utilizada, onde proporção das moléculas formadas por esses átomos e a maneira como elas interagem entre si afetam o comportamento físico e químico do material (CLAUSSEN, 2013). Os ligantes podem ser considerados como uma dispersão coloidal de partículas de asfaltenos contendo em sua superfície resinas aromáticas que apresentam polaridade, em um meio oleoso denominado maltenos, formando a dispersão coloidal, como ilustrado no modelo de micelas de Yen (Figura 1):

Figura 1 - Modelo de Yen (1991)



Fonte: BERNUCCI (2022).

Os maltenos, comparados com os asfaltenos, são hidrocarbonetos de menor peso molecular, possuem aspecto oleoso, e podem ser separados em outras frações, como as resinas, óleos saturados e óleos aromáticos. Eles têm viscosidade menor que os asfaltenos e são sujeitos à oxidação. Os asfaltenos são hidrocarbonetos de peso molecular elevado, contendo maior teor de heteroátomos (nitrogênio, enxofre, oxigênio, níquel e ferro) e quando isolados, tem a forma sólida quebradiça, na cor preta apresentando alta viscosidade e sendo quimicamente semelhante às resinas. Os asfaltenos são tidos como os componentes que mais influenciam no comportamento reológico dos ligantes. Por serem insolúveis em naftas, separam-se primeiro, por precipitação, com a adição de solventes desta natureza, como o n-heptano (GUARÇONI, 1996 apud CLAUSSEN, 2013).

A composição química do ligante asfáltico tem influência no desempenho físico e mecânico das misturas asfálticas. O tipo de fracionamento pelo qual o ligante é submetido também é fator que influencia na sua composição química. O método mais empregado para o fracionamento do ligante asfáltico é o de separação dos seus constituintes em maltenos que

correspondem os saturados, aromáticos, resinas e asfaltenos. Este processo utiliza cromatografia de camada fina com detecção por ionização de chama e possui a denominação SARA (S de saturados, A de aromáticos, R de resinas e A de asfaltenos) (MARINHO FILHO, 2017). Segundo Nascimento (2015) os asfaltenos são separados por precipitação com n-heptano, enquanto os maltenos são solúveis em n-heptano e separados por cromatografia de adsorção. Um esquema da separação química está ilustrado na Figura 2.

Figura 2 - Esquema de separação química do ligante asfáltico



Fonte: Adaptado de CRAVO (2016).

Segundo Fernandes *et al.* (2008) as propriedades físicas, mecânicas e reológicas do ligante asfáltico dependem da sua composição química, e em particular da quantidade de asfaltenos e maltenos. A composição química do ligante asfáltico determina suas propriedades físicas e, portanto, seu desempenho sendo totalmente dependente do petróleo de origem e do seu processo de obtenção. Deste modo, a variação da composição do ligante define suas propriedades mecânicas, sua reatividade química e a quantidade e o tipo de produtos gerados após um processo de envelhecimento oxidativo.

De acordo com Whiteoak (1991) apud Cavalcante (2016) os saturados têm influência negativa na suscetibilidade térmica e em quantidade maior amolecem o produto; os aromáticos comportam-se como plastificantes, contribuindo para a melhoria de suas propriedades físicas; as resinas agem de maneira negativa na susceptibilidade térmica, assim como os saturados, mas ajudam na melhoria da ductibilidade e dispersão dos asfaltenos; os asfaltenos influenciam no melhoramento da susceptibilidade térmica e provocam um aumento da viscosidade.

Os saturados compõem entre 5% e 20% do ligante e caracterizam-se por uma fração oleosa normalmente incolor ou ligeiramente amarelada, composta por: hidrocarbonetos

alifáticos não polares sem duplas ligações, mas com cadeias lineares e ramificadas; ciclo alcanos que possuem um ou mais ciclos com várias cadeias alifáticas laterais (CRAVO, 2016).

Os aromáticos são caracterizados como um líquido viscoso amarelo polar, com cadeias não-saturadas de carbono e sua proporção no ligante varia entre 40% a 65% da sua constituição. As resinas são compostos de hidrogênio e carbono, com pequena proporção de oxigênio, enxofre e nitrogênio, são semissólidos ou sólidos, polares, marrom-escuro, e de grande capacidade adesiva, funcionam como agentes dispersantes de asfaltenos nos óleos intermicelares, tornando-se responsáveis pela homogeneidade do líquido. Sua proporção no ligante governa o comportamento do mesmo como solução (sol) ou gelatina (gel) (BERNUCCI *et al.*, 2022).

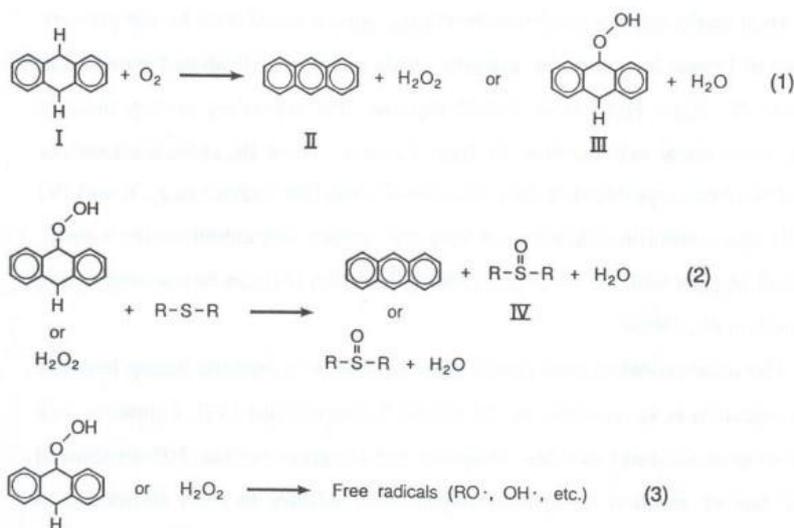
Os asfaltenos constituem entre 5% a 25% do ligante asfáltico, refletindo na dureza e viscosidade (quanto maior o percentual de asfaltenos, mais duro e mais viscoso será o ligante). Possuem aglomerados de compostos polares e polarizáveis formados por associações intermoleculares, constituídos de hidrocarbonetos naftênicos condensados e de cadeias saturadas curtas, que conferem a coloração escura do ligante (marrom para preto), altamente polares e amorfos (BERNUCCI *et al.*, 2022). Os ligantes que possuem maior concentração de asfaltenos são mais rígidos e viscosos, o que pode resultar em maior resistência a deformações permanentes, porém mais susceptíveis ao dano por fadiga (OSMARI e ARAGÃO, 2016). Segundo Tarefeder e Arisa (2011) os asfaltenos são responsáveis pela alta viscosidade e comportamento coloidal do ligante.

Petersen e Harnsberger (1998) verificaram que cetonas e sulfóxidos são os principais produtos de oxidação formados durante envelhecimento oxidativo, que envolve o aumento do teor de asfaltenos e resinas e a redução de aromáticos, causando redução da penetração e aumento de ponto de amolecimento e da viscosidade. Segundo Petersen (2009) formação de cetonas tem sido identificada como a principal causa do aumento do teor de asfaltenos durante os processos oxidativos, que têm sua origem na oxidação de carbonos benzílicos ligados por cadeias laterais a grandes sistemas de anéis aromáticos condensados.

De acordo com Petersen e Glaser (2011) o grupamento funcional das cetonas formadas não é diretamente responsável pelo aumento da viscosidade, mas a sua formação é suficiente para mudar a polaridade, e deste modo, alterar a solubilidade dos componentes de anéis aromáticos associados levando a uma aglomeração que aumenta a fração asfáltica e finalmente aumenta a viscosidade.

Petersen e Glaser (2011) verificaram que as reações de oxidação envolvem dois diferentes tipos de hidrocarbonetos associados a dois mecanismos: o primeiro com policíclicos aromáticos (altamente reativos à oxidação), que é rápido e sem período de indução. A Figura 3 mostra este mecanismo a partir do di-hidro-antraceno, onde há formação de peróxidos e de sulfóxidos. A aromatização faz com que as estruturas mais planas e suscetíveis à associação contribuam para o aumento da viscosidade e algumas moléculas de hidroperóxidos se decompõem para formar radicais livres. Os radicais livres formados na primeira reação contribuem para o segundo mecanismo que envolve carbonos benzílicos menos reativos e cuja cinética de reação é mais lenta, onde sua oxidação leva a formação de cetonas e sulfóxidos.

Figura 3 - Sequência de reações para oxidação de policicloaromáticos



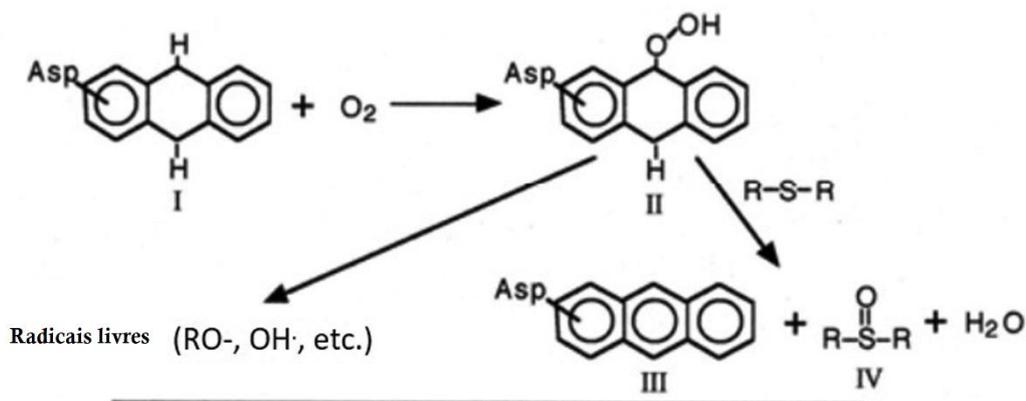
Fonte: PETERSEN e GLASER (2011).

O modelo do envelhecimento oxidativo proposto por Petersen e Glaser (2011) mostra que a polaridade e a reatividade das frações do ligante com oxigênio é maior para os asfaltenos, seguido das resinas, aromáticos e por último os saturados (Figura 4). Os hidrocarbonetos mais oxidáveis são as frações asfaltênicas e resínicas. Nos ligantes muito dispersos, as resinas são solvatadas e por isso apresentam alta mobilidade. Por outro lado, as moléculas mais polares em ligantes altamente associados interagem para formar uma microestrutura que reduz a mobilidade molecular, que diminui a reatividade com oxigênio. Os asfaltenos e resinas dos ligantes altamente dispersos apresentam mobilidade a alta e baixa temperatura, sendo a cinética de envelhecimento similar numa extensa faixa de temperatura. Em baixas temperaturas as moléculas inerentemente reativas são imobilizadas por uma associação que fisicamente inibe

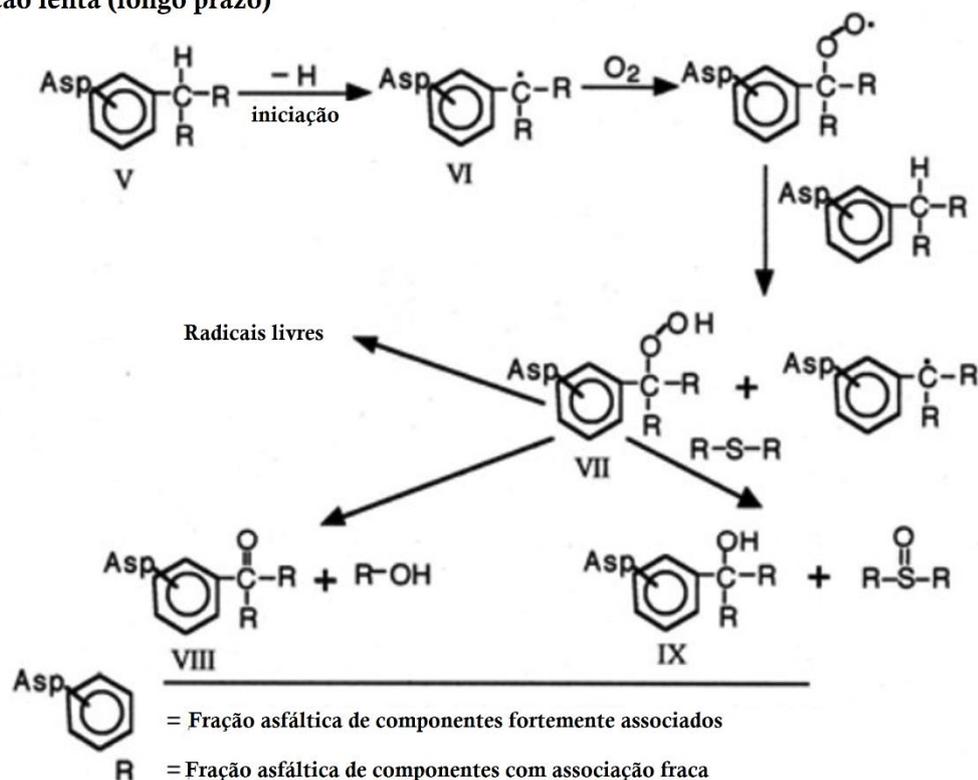
sua oxidação. Quando a temperatura de oxidação é aumentada, as moléculas polares reativas ganham mobilidade por dissociação da microestrutura, tornando-as disponíveis para oxidação.

Figura 4 - Modelo oxidativo de envelhecimento de ligante

Reação rápida



Reação lenta (longo prazo)



Fonte: Adaptado de PETERSEN e GLASER (2011).

No tocante aos compostos sulfurados, Petersen e Glaser (2011) destaca que os sulfetos de alquila são os mais suscetíveis à oxidação e se transformam em sulfóxidos em maior extensão do que os grupos mais inertes sulfetos aromáticos e os tiofenos (Figura 4). O alto teor de enxofre não necessariamente indica menor resistência à oxidação pois a maior parte dos sulfurados pode estar sob a forma de aromáticos-sulfetos e, portanto, pouco oxidáveis. A

primeira alteração da estrutura química do ligante após sua produção ocorre durante a usinagem, espalhamento e compactação da mistura betuminosa e depois ocorre uma evolução mais lenta, durante o tempo de serviço do pavimento.

Segundo Ma *et al.* (2021) na reação oxidativa rápida que ocorre no estágio inicial principalmente durante a produção e construção, os hidrocarbonetos altamente reativos reagem com o oxigênio para produzir hidroperóxido, que é pelo menos 50 vezes mais ativo do que a reação lenta do hidrocarboneto. O hidroperóxido é bastante instável e pode se decompor e reagir com sulfetos de alquila para produzir sulfóxidos. Esta decomposição também pode acelerar a reação de longo prazo. A reação oxidativa mais lenta impõe fundamentalmente a deterioração a longo prazo do ligante como pode ser observado na Figura 4. A reação de longo prazo é sugerida como uma cadeia clássica de radicais livres envolvendo oxidação no carbono benzílico principalmente na fração aromática polar .

As cadeias laterais desses sistemas de anéis aromáticos altamente condensados provavelmente serão oxidadas para formar grupos cetônicos (PETERSEN, 1993) . De acordo com Pahlavan *et al.* (2018) as forças de associação entre as frações aromáticas polares são fortalecidas com a formação de mais grupos químicos funcionais para sua estrutura molecular. Isso leva ao aumento do tamanho dos aglomerados moleculares do ligante quando expostos à oxidação. Portanto, reação de grupos de carbonila são detectadas com o envelhecimento a longo prazo. Além da reação exercida pelo oxigênio, outros gases como óxido nítrico, ozônio e oxidantes solúveis como HNO_3 , H_2SO_4 , H_2O_2 também podem promover o envelhecimento (HOFKO *et al.*, 2015). Dessa forma, o envelhecimento oxidativo do ligante é altamente dependente da estrutura, composição e condições climáticas que influenciam a taxa de difusão e a cinética da reação.

Sousa Neto (2019) destaca que apesar dos ligantes asfálticos apresentarem baixa reatividade química à muitos agentes, esse material é susceptível a sofrer um processo de envelhecimento por oxidação lenta (pelo contato com o ar e a água), ondulações, escorregamento de massa, exsudação, desgaste e buracos. Esses fatores comprometem o desempenho dos ligantes, diminuindo sua vida útil de serviço, tornando-se necessário algumas intervenções.

2.1.1 Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier - FTIR

A principal ferramenta para análise da composição química de ligantes asfálticos é a determinação das frações SARA, no entanto, esta mostra-se como uma ferramenta complexa e onerosa para separação das fases do ligante asfáltico, pois a técnica além de requerer mais tempo de ensaio, utiliza uma maior quantidade de solvente, que exige uma disposição adequada já que não pode ser descartado no meio ambiente (MÉLENDEZ *et al.*, 2012; MARINHO FILHO, 2017).

A técnica de Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR) apresenta-se como uma alternativa eficiente para conhecer a composição química e controlar as mudanças do ligante asfáltico após o envelhecimento (LUCENA, 2005). Segundo Nascimento (2015) esse método é capaz de mostrar os compostos resultantes do processo de oxidação e sua utilização apresenta-se como um procedimento que compreende pouco manuseio de amostras, de forma rápida e com baixos custos.

A espectroscopia no infravermelho é um tipo de espectroscopia de absorção. Nela a energia absorvida se encontra na região do infravermelho do espectro eletromagnético. Como as demais técnicas espectroscópicas, ela pode ser usada na identificação de um composto ou na investigação da composição de uma amostra.

O FTIR é uma técnica que permite analisar os diferentes tipos de ligações e funções químicas nas moléculas das amostras, na identificação de matéria orgânica, polimérica e em alguns casos materiais inorgânicos. Com esta técnica é possível realizar uma análise molecular da amostra e o resultado é uma análise qualitativa da estrutura molecular (MARINHO FILHO, 2017).

O procedimento baseia-se no princípio da aplicação de um feixe de luz infravermelha que é composta de múltiplos comprimentos de onda nas amostras, onde os compostos químicos orgânicos presentes na mesma os absorvem em determinadas faixas de comprimentos de onda e são detectados a partir de sua transmitância. Os comprimentos de onda são relacionados a substâncias puras conhecidas e correlacionados com grupos funcionais (PORTUGAL, 2016).

O teste pode ser feito com amostras em estados diferentes como pó, sólido, filmes finos ou líquidos. Após a colocação da amostra no equipamento, a radiação infravermelha é aplicada e então registra-se a absorbância do material a esta radiação, podendo ser transformada no final

do ensaio em transmitância. A partir da amplitude das bandas aplicadas é possível analisar a estrutura molecular da amostra em análise.

Por se tratar de uma técnica confiável, relativamente acessível e rápida, a FTIR tem sido um recurso amplamente utilizado e indicada para caracterizar o nível de degradação do ligante asfáltico na investigação de compostos carbonilados e sulfurados formados durante processos oxidativos. Pois durante o processo oxidativo o infravermelho possui uma relação linear bem estabelecida entre o aumento do logaritmo da viscosidade e o aumento da formação de produtos carbonilados.

Wu *et al.* (2008a) analisaram por meio do FTIR as mudanças químicas de ligante puro e modificado (SBS) ocasionadas sob várias condições de envelhecimento. Os autores submeteram as amostras ao envelhecimento em laboratório por meio das estufas RTFO e PAV, e também ao ar livre, com a influência da radiação UV. Baseados em espectros infravermelhos, Wu *et al.* (2008a) verificaram que a porcentagem em peso de oxigênio como carbonila aumentou principalmente para as amostras submetidas ao envelhecimento em campo, onde após o envelhecimento por radiação UV o aumento foi de 0,32 e 0,26 para o ligante virgem e modificado, respectivamente. Dessa forma, os autores destacaram que a modificação do ligante com SBS pode inibir a formação de compostos carbonílicos, e diminuir a oxidação quando comparados com o ligante puro.

Zeng *et al.* (2015) estudaram a influência da temperatura sobre os resultados do envelhecimento UV. Os autores submeteram dois ligantes, um virgem e um modificado, à radiação UV nas temperaturas de 30°, 50° e 70°C e avaliaram as mudanças químicas ocasionadas por meio do FTIR, para determinação dos grupos funcionais do ligante.

De acordo com resultados do FTIR o envelhecimento UV na condição de temperatura à 70 °C acelerou a taxa de oxidação dos ligantes e a taxa de deterioração do modificador SBS, pois o índice das funções carbonila IC=O foi 3,4 vezes maior do que nas demais temperaturas. Entretanto, as mudanças de IC=O para o ligante modificado não foi tão óbvio, sendo ligeiramente superior na temperatura de 70°C. Esse comportamento foi explicado pela redução do índice I_{SBS} do ligante modificado a 70 °C, o que significou que mais modificadores SBS são degradados. Wei *et al.* (2019) verificaram por meio de análises de FTIR que o ligante puro foi oxidado e o SBS degradado sob radiação ultravioleta, corroborando com as observações de Zeng *et al.* (2015).

Hung *et al.* (2017) investigaram os efeitos da exposição à água em temperatura elevada ou duração prolongada no ligante asfáltico. As análises por meio do FTIR mostraram um enriquecimento de compostos polares na superfície devido à exposição à água, evidenciando um maior envelhecimento.

Cravo (2016) afirma que independente da modificação da amostra, do processo de envelhecimento e nível de degradação, a técnica de infravermelho é oportuna na identificação do grau de oxidação da amostra, identificando produtos carbonilados gerados durante o processo oxidativo. Elseifi *et al.* (2010) asseguram que, apesar dos órgãos reguladores não possuírem normativas que regulem a composição química dos ligantes asfálticos, é benéfica a busca pela identificação dos componentes dos ligantes e pela correlação destes com o seu desempenho.

2.2 Envelhecimento do Ligante e da Mistura Asfáltica

O envelhecimento dos ligantes asfálticos ocorre principalmente por perda de peso por volatilização e oxidação. A exposição desses materiais a agentes ambientais como o contato com o oxigênio, água, a incidência de radiação UV, as variações da temperatura do revestimento e reações químicas com agregados resultam no seu envelhecimento. Consequentemente são ocasionadas modificações na composição química, física e reológica dos ligantes, resultando na sua fragilização e no comprometimento da capacidade de suporte ao carregamento das misturas, afetando diretamente a vida útil do pavimento.

A matriz pétreia da mistura asfáltica é mais constante e estável, a depender da qualidade e durabilidade dos agregados envolvidos e do carregamento imposto ao pavimento durante sua vida de serviço. Já o ligante asfáltico tende a modificar suas características inerentes devido aos efeitos da oxidação, exposição à umidade e da perda de componentes moleculares importantes.

El Beze (2008) relata alguns fatores que contribuem para o envelhecimento do pavimento, como a natureza e a espessura do filme de ligante asfáltico e as características de desgaste mecânico do pavimento. Mas, segundo o autor os principais fatores responsáveis pela oxidação do ligante estão relacionados com intemperismo e são os seguintes:

(a) luz: a exposição do ligante à luz induz reações de foto-oxidação cuja a velocidade depende do comprimento de onda da radiação e de sua intensidade. As reações de foto-oxidação

produzem os mesmos efeitos que as reações de oxidação pelo oxigênio: as resinas se polimerizam em asfaltenos.

(b) temperatura: responsável pela evaporação das substâncias mais voláteis do ligante, além de acarretar em variações na sua composição e nas propriedades reológicas. Um aumento de temperatura acelera a difusão do oxigênio e é responsável por parte da energia de ativação das reações de oxidação. A taxa de oxidação varia diretamente com a temperatura de forma exponencial, aproximadamente a cada 10°C dobra-se a taxa de envelhecimento.

(c) água: A água em estado líquido ou gasoso favorece a degradação do ligante podendo solubilizar os produtos de degradação.

(d) oxigênio: O oxigênio penetra lentamente no pavimento asfáltico por difusão. Em temperaturas muito elevadas, a quantidade de oxigênio que permanece no ligante asfáltico é muito baixa. Porém em temperaturas ambiente ou pouco elevadas, o oxigênio está quimicamente unido ao ligante.

O processo de oxidação é degradativo e altera de maneira significativa o estado da dispersão dos componentes do ligante asfáltico, devido à associação de moléculas polares dentro de uma matriz que está dispersa em materiais menos polares ou apolares, ocasionando um aumento da concentração de grupos com função química polar nos ligantes envelhecidos, resultando em uma mudança de mobilidade e de reatividade química nas moléculas do ligante susceptíveis a oxidação. As moléculas ou aglomerados moleculares perdem a mobilidade necessária para fluir um após o outro sob tensão mecânica ou em alta temperatura. Tal fato fragiliza o ligante e o torna mais susceptível a trincas e fraturas e mais resistente à deformação permanente (TAREFEDER e ARIZA, 2011).

Segundo Sultana (2014) embora as porcentagens de heteroátomos sejam pequenas, estas conferem polaridade aos ligantes, que é relativamente mais útil na compreensão da relação entre a química do ligante e a reologia. Resinas e asfaltenos possuem heteroátomos que estão fortemente associados aos grupos de função química polar. Portanto, estas moléculas têm uma forte interação e são altamente reativas com o oxigênio que é altamente eletronegativo (TAREFEDER e ARIZA, 2011).

De acordo Zhang *et al.* (2011) ligantes de boa qualidade devem ter uma quantidade balanceada de moléculas polares e apolares, o que leva a homogeneidade deste. As ligações existentes entre as moléculas polares do ligante são fracas, logo podem ser quebradas pela ação do calor e forças de cisalhamento. Além disso este equilíbrio desempenha um papel

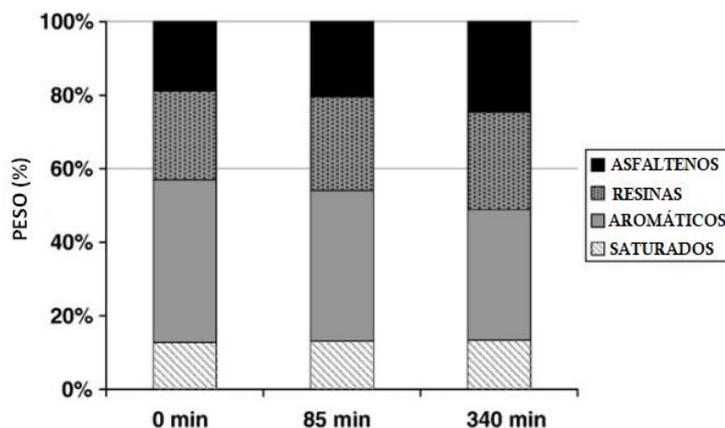
fundamental nas propriedades de envelhecimento e desempenho do ligante e que qualquer desequilíbrio na química dessa mistura pode alterar a qualidade deste.

O grau de oxidação depende fortemente da temperatura, superfície, tempo de exposição ao ar e da espessura da película do ligante asfáltico, sendo a temperatura um fator com grande influência sobre o fluxo, fragilidade e consistência do ligante. Além disso, o endurecimento devido à oxidação é considerado a principal causa de envelhecimento do ligante asfáltico. As mudanças que ocorrem na composição do ligante durante o envelhecimento, originam mudanças na química dos grupos funcionais e, portanto, nas propriedades reológicas do ligante (LEE, 2008; ZHANG *et al.*, 2011). Wang *et al.* (2015) estudaram a morfologia da superfície de ligantes em diferentes estados de envelhecimento por meio de um microscópio de força atômica (AFM) e verificaram que certas propriedades micromecânicas apresentaram boas correlações com as propriedades reológicas e o teor de asfaltenos, bem como o tamanho de microestruturas.

Segundo Tarefeder e Ariza (2011) no envelhecimento do ligante asfáltico as frações mais leves evaporam-se, e parte dessas frações sofrem oxidação transformando-se em resinas, e logo em seguida em asfaltenos, por isso ocorrem mudanças de mobilidade e de reatividade química nas moléculas ou aglomerados moleculares do ligante. Na medida que a quantidade de asfaltenos aumenta, o ligante se torna mais consistente, e, portanto, mais viscoso, apresentando menor penetração e maior ponto de amolecimento. Segundo Pizzorno (2010) o excedente de asfaltenos, da ordem de mais de 30%, provoca ainda a perda de elasticidade e fragilização do ligante, caso sua concentração seja menor que 20%, ocorre elevação da susceptibilidade térmica e deformação plástica excessiva.

A Figura 5 ilustra um gráfico com os percentuais das frações SARA de um ligante submetidos a diferentes tempos de envelhecimento. A Figura 5 mostra que a composição química é alterada devido ao efeito do envelhecimento, neste caso foi observada uma constância na quantidade de saturados, redução dos aromáticos e aumento das resinas e dos asfaltenos, cabendo ainda enfatizar que os saturados permaneceram inalterados devido sua baixa reatividade química (SOBREIRO, 2014).

Figura 5 - Frações SARA de um ligante antes e após envelhecimento RTFO



Fonte: Adaptado de LESUEUR, 2009.

De acordo com Cravo (2016) o processo de envelhecimento em um pavimento asfáltico pode ser prejudicial quando ocorre excessiva rigidez, o que agrava o surgimento e propagação de trincas térmicas e por fadiga. Por outro lado, o envelhecimento pode ser benéfico quando o processo oxidativo enrijece uma mistura adequadamente prevenindo contra a deformação permanente do revestimento asfáltico do pavimento.

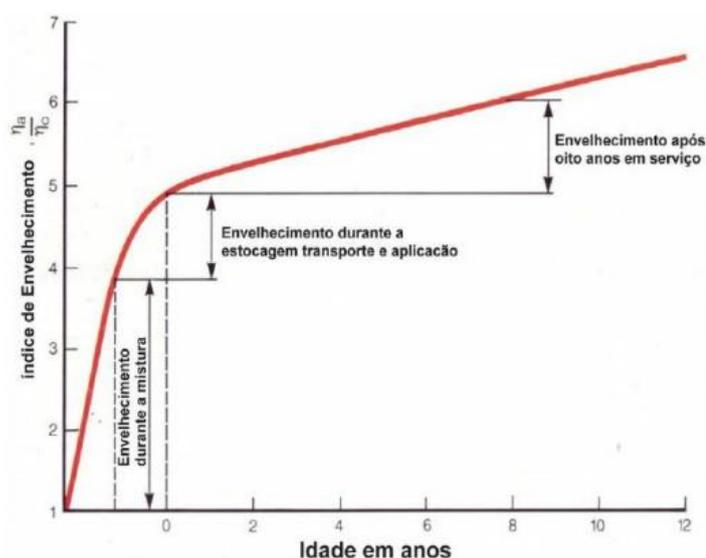
De maneira geral, a comunidade científica (Yamaguchi *et al.*, 2005; Wu *et al.*, 2008b; Mouillet *et al.*, 2014; Das *et al.*, 2014; Nascimento e Faxina, 2017; Qu *et al.* 2018) concorda com a existência de duas etapas distintas no processo de envelhecimento da mistura asfáltica: a primeira está associada à exposição ao ar e ao calor durante a produção da mistura asfáltica, ocorrendo durante a construção, durante as fases de estocagem, espalhamento e compactação da mistura. A segunda etapa é referente à utilização do pavimento, ou seja, se desenvolve ao longo da vida útil da camada asfáltica, devido ao contato com oxigênio, radiação UV e variações de temperatura ao longo do tempo. Essas etapas são denominadas, respectivamente, por envelhecimento à curto prazo e envelhecimento à longo prazo.

De acordo com Cravo (2016) e Nascimento e Faxina (2017) envelhecimentos significativos ocorrem a curto prazo quando o ligante asfáltico é submetido a altas temperaturas durante a usinagem (Figura 6). Nesta etapa de envelhecimento os processos de volatilização e oxidação ocorrem em paralelo, onde a volatilização é um fenômeno predominantemente físico, que se expressa na perda de componentes voláteis do ligante asfáltico e é normalmente avaliada à luz de medidas de perda de massa devido a altas temperaturas; e a oxidação é um fenômeno de natureza química, com consequências mais complexas sobre o comportamento reológico do ligante asfáltico e, por esta razão, de mais difícil mensuração. Na etapa do desempenho durante

a vida útil do pavimento, o seu enrijecimento ocorre principalmente devido ao processo oxidativo.

À medida que o ligante asfáltico oxida são formados asfaltenos, que são menos solúveis e apresentam comportamento de sólido, resultando no aumento da viscosidade e da elasticidade do ligante asfáltico. Os asfaltenos tornam-se materiais que sofrem grandes aumentos de tensão quando se deformam e simultaneamente não podem aliviar a tensão por fluxo, levando a um revestimento que é quebradiço e suscetível aos trincamentos por fadiga e de origem térmica (WOO *et al.*, 2008).

Figura 6 - Índice de envelhecimento do ligante asfáltico nas etapas de construção e utilização do pavimento



Fonte: WHITEOAK, 1990.

Na Figura 6 o índice de envelhecimento do ligante asfáltico está representado pela razão η_a/η_o , onde η_a representa a viscosidade em uma dada condição de envelhecimento e η_o representa a viscosidade inicial. De acordo com Morilha Júnior (2004) na etapa de usinagem, onde o envelhecimento tem maior impacto, ocorre, em média, 60% do envelhecimento total sofrido pelo ligante; na aplicação (transporte, espalhamento e compactação) representa cerca de 20% do envelhecimento total; e na terceira, o envelhecimento ocorre durante a vida útil do revestimento devido à ação do meio ambiente e representa cerca de 20% do envelhecimento total sofrido pelo ligante asfáltico. Entretanto é importante salientar que o impacto do envelhecimento à longo prazo poderá ser maior para o ligante asfáltico aplicado em regiões com altas temperaturas.

Dada a sua influência sobre as propriedades reológicas dos ligantes asfálticos, o envelhecimento tem sido objeto de estudos ao longo dos últimos anos, com o intuito de tentar incluir alguns critérios de controle nas especificações destes materiais (Lu e Isacsson, 2002; Yamaguchi *et al.*, 2005; Wu *et al.*, 2008 a e 2008 b; Durrieu *et al.*, 2007; Zeng *et al.*, 2015; Mazzoni *et al.* (2020)).

De acordo com Mazzoni *et al.* (2020) a rigidez do ligantes asfáltico é influenciada diretamente pela frequência, temperatura e envelhecimento. Assim os autores investigaram o efeito da temperatura de ensaio e do nível de envelhecimento na região viscoelástica linear (LVER) durante o ensaio de varredura de deformações usando o reômetro de cisalhamento dinâmico (DSR) de três ligantes asfálticos: um ligante convencional, um 60/85-E modificado por SBS e o outro altamente modificado (HiMA), onde envelhecimento foi realizado em estufa de filme fino rotativo (RTFO).

A partir dos resultados obtidos pelos autores verificou-se que a temperatura de ensaio tem grande influência no limite de deformação da região viscoelástica dos ligantes asfálticos. Quanto maior a temperatura, maior o limite de deformação antes do ligante sair do regime viscoelástico linear. Por outro lado, quanto maior o nível de envelhecimento do ligante asfáltico, menor é o limite de deformação, ou seja, os ligantes têm sua região viscoelástica linear reduzida com o aumento do envelhecimento e a redução da temperatura.

Os ligantes convencional e altamente modificado obtiveram incrementos de aproximadamente 380% e 578%, respectivamente, no limite de deformação na variação de temperatura de 30°C para 50°C, considerando o critério de 90% $|G^*|$). Os resultados do ligante convencional apresentou limite de deformação acima de 100%, fora da faixa de deformação avaliada, na temperatura de 50 °C. Entretanto, na análise dos resultados na temperatura de 50°C, verificou-se que os ligantes convencional e altamente modificado obtiveram reduções de aproximadamente 36% e 49%, respectivamente, no limite de deformação com o nível de envelhecimento. Além disso, o ligante altamente modificado apresentou maiores LVER que o ligante convencional, principalmente em altas temperaturas (50°C), com incrementos da ordem de 62% sem envelhecimento e 30% para o nível mais intenso de envelhecimento.

Segundo Lu e Isacsson (2002) os principais fatores intervenientes sobre o envelhecimento dos ligantes asfálticos são características do próprio ligante asfáltico e o seu teor ótimo na mistura asfáltica, a natureza dos agregados minerais e sua composição granulométrica, o volume de vazios da mistura asfáltica, além de fatores relacionados à

produção, como as temperaturas e os tempos praticados. Todos estes fatores operam simultaneamente, tornando o envelhecimento dos ligantes asfálticos um fenômeno de difícil quantificação.

Dentre os principais métodos padrão desenvolvidos para simular e acelerar o envelhecimento do ligante asfáltico no laboratório, destacam-se o envelhecimento usando a Estufa de Filme Fino Rotativa (RTFO - Rolling Thin Film Oven) e o vaso pressurizado (PAV - Pressure Aging Vessel), à curto e longo prazo, respectivamente, que utilizam diferentes combinações de temperatura e pressão de oxigênio (STEINER *et al.*, 2016), no entanto, eles não contemplam a exposição do ligante aos raios UV, nem a submissão do agregado mineral e do esqueleto pétreo ao envelhecimento.

Alguns estudos (NG e Faxina, 2017; NG, 2017) vêm sendo realizados no sentido de avaliar o comportamento das misturas asfálticas mediante o envelhecimento e o uso de modificadores no ligante, pois evidências mostram que estes exercem influência nas propriedades da mistura asfáltica, uma vez que ligantes modificados podem melhorar o comportamento da mistura asfáltica quanto ao dano por fadiga, e o envelhecimento do ligante pode enrijecer o material tornando-o mais frágil, reduzindo a vida de fadiga das misturas asfálticas. Entretanto a maioria dos estudos focam no envelhecimento da parte fina da mistura, sem considerar o esqueleto pétreo. Segundo Coutinho (2012) e Freire (2015) o dano por fadiga ocasionado na mistura completa inicia-se na parte fina da mistura, motivando assim seu estudo como passo intermediário para estimar o comportamento final da mistura.

Estudos realizados por NG e Faxina (2017) avaliaram o comportamento das misturas asfálticas quanto ao dano causado pela fadiga, por meio da matriz da agregados finos, considerando o tipo de agregado mineral, o nível de envelhecimento do ligante asfáltico, a presença de modificadores no ligante asfáltico e o nível de frequência de carregamento. A pesquisa proporcionou contribuições no sentido de aumentar a vida de fadiga das misturas asfálticas, seja por meio da proposição de materiais mais adequados ou pelo aprofundamento do conhecimento acerca dos fatores que influenciam o desenvolvimento das trincas como os efeitos da temperatura e envelhecimento na vida de fadiga dos ligantes.

NG (2017) avaliou o efeito de ligantes asfálticos modificados com SBS, borracha de pneu moído e Ácido Polifosfórico (PPA) e o nível de envelhecimento a curto e a longo prazo na vida de fadiga das matrizes agregados finos, mástiques e ligantes asfálticos. Os resultados indicaram que os ligantes modificados e os mástiques produzidos com os ligantes modificados

apresentaram maior tolerância ao dano por fadiga (af) em relação ao ligante puro independentemente do nível de envelhecimento. Na escala das matrizes finas, o nível de envelhecimento diminuiu o número de cargas por eixo para um nível de deformação específico que leva o material à falha, ou seja, a vida à fadiga diminui, e a melhora do comportamento à fadiga com o uso de ligantes modificados foi perceptível apenas para o envelhecimento prolongado de 30 dias.

A melhor correlação entre os parâmetros A e B do modelo de fadiga para as três escalas quanto ao envelhecimento a curto e longo prazo foi obtida entre o ligante asfáltico e mástiques envelhecidos no PAV com as matrizes envelhecidas a longo prazo por 30 dias, apresentando valores de r variando de 0,44 a 0,95. A correlação entre os valores do dano por fadiga (af) para os ligantes asfálticos e mástiques envelhecidos no PAV com os valores de Nf a 0,1% e 10 % para as matrizes envelhecidas a longo prazo a 30 dias apresentou valores de R variando de 0,70 a 0,98. Com base nessas comparações das características de fadiga das três escalas, a autora sugeriu que o envelhecimento prolongado das matrizes em 30 dias é adequado para simular efeitos semelhantes aos observados para os materiais envelhecidos no PAV.

Na literatura estudos que retratem o envelhecimento da mistura asfáltica em laboratório são escassos, ou mesmo inexistentes, principalmente quando considera-se a influência da radiação UV. Os procedimentos AASHTO R30 e AASHTO PP2-01 descrevem o protocolo de envelhecimento para misturas asfálticas utilizando a estufa, à curto prazo (Short-term oven ageing, STOA) e à longo prazo (Long-term oven ageing, LTOA).

2.2.1 Condicionantes do Processo de Envelhecimento

2.2.1.1 Temperatura

O envelhecimento do ligante e da mistura ocorre com o prolongamento do tempo de serviço, e podem causar a deterioração do pavimento, reduzindo assim o desempenho das misturas asfálticas e causando impacto considerável na função e na vida útil do pavimento (MA *et al.*, 2021). A literatura aponta que a rigidez do ligante e da mistura asfáltica é influenciada diretamente pela temperatura e envelhecimento, assim como sua interação com o teor de ligante asfáltico da mistura. (TAIRA *et al.*, 2003; MAZZONI *et al.*, 2020).

Alguns estudos (Santana-Greco e Fabbri, 2004; Yin *et al.*, 2017; Kim *et al.*, 2018; Caro *et al.*, 2021) relacionam uma série de fatores ao envelhecimento de uma mistura asfáltica aplicada em campo, entre eles: temperatura e tempo em serviço do pavimento, volume de vazios da mistura, teor de ligante e absorção de agregados. Semelhante ao envelhecimento em campo, os protocolos de envelhecimento realizados em laboratório, sejam eles a curto ou longo prazo, são capazes de produzir amostras de misturas asfálticas com rigidez aumentada, se comparada com misturas não envelhecidas, sendo mais sensíveis à temperatura que foi realizado o envelhecimento do que em relação ao tempo de envelhecimento.

A literatura aponta pesquisas realizadas no âmbito do envelhecimento da mistura, com o objetivo de correlacionar o envelhecimento de amostras confeccionadas em laboratório com revestimentos asfálticos em serviço. No Quadro 1 estão relacionados alguns estudos que analisaram os efeitos dos envelhecimentos produzidos em campo e em laboratório.

O envelhecimento em estufa é o método mais comum usado para simular o envelhecimento oxidativo de misturas asfálticas em laboratório. O procedimento padrão atual, AASHTO R30, consiste no condicionamento de misturas asfálticas em estufa a 135 ° C. Tal procedimento é importante para análise da vida útil do pavimento. O tipo de condicionamento varia com o tempo ao qual a mistura asfáltica fica sujeita ao desgaste, sendo classificado em dois tipos:

- condicionamento a curto prazo (Conditioning for Short-Term Aging, STOA): Esse tipo de condicionamento está normalmente ligado ao desgaste sofrido pelas misturas asfálticas durante as fases de produção, transporte e aplicação. Em geral, o período de envelhecimento indicado pelas diversas normas para esse procedimento não deve ser superior a 5 horas de exposição a uma temperatura 135°C.
- condicionamento a longo prazo (Conditioning for long term aging, LTOA): Diferentemente do STOA, que avalia o desgaste imediato das misturas asfálticas, o LTOA avalia o desgaste durante a vida útil da mistura asfáltica. Devido a isso não existe um consenso na literatura de um intervalo máximo de exposição das misturas asfálticas a esse procedimento. É comum a indicação de intervalos de no máximo 5 dias, porém análises mais profundas com período de intervalos maiores, também são abortadas na literatura.

Quadro 1 - Efeitos do envelhecimento a longo prazo.

Referência	Tipo de envelhecimento	Características observadas
Rondon <i>et al.</i> (2012)	Em campo	- Aumento da rigidez da mistura, resistência a deformação permanente e resistência à fadiga durante os primeiros 29 meses de exposição ambiental - Tendência oposta observada entre 30 e 42 meses
Farrar <i>et al.</i> (2013)	Em campo	- Envelhecimento não limitado aos 25 mm superiores do pavimento - Gradiente de envelhecimento do campo observado
West <i>et al.</i> (2014)	Em campo	- Menor envelhecimento de mistura morna que CBUQ durante produção - Diferença reduzida entre mistura morna e CBUQ envelhecidas - Grau equivalente de ligante e absorção para misturas mornas e CBUQ após dois anos de envelhecimento
Tarbox and Sias Daniel (2012)	Laboratório (2 e 5 dias a 85°C)	- Maior resistência à deformação permanente com LOTA - Interdependência observada entre STA e LOTA
Azari and Mohseni (2013)	Laboratório (2, 4 e 8 dias a 85°C)	- Maior rigidez com LOTA - Efeito de enrijecimento do LOTA: mistura virgem > mistura RAP - Modelo de sistema de envelhecimento global > LOTA
Safaei <i>et al.</i> (2014)	Laboratório (2 e 8 dias a 85°C)	- Maior rigidez com LOTA - Reduzida diferença na rigidez entre misturas mornas e CBUQ com LOTA
Brown and Scholz (2000)	Campo x laboratório (4 dias a 85°C)	- Rigidez: LOTA de 4 dias a 85°C equivalente a 15 anos de envelhecimento em campo nos Estados Unidos
Harrigan (2007)	Campo x laboratório (5 dias a 80, 85 e 90°C)	- Envelhecimento significativo em campo e laboratório - Efeito do conteúdo Vv no envelhecimento do campo - 5 dias a 85°C vs. 7–10 anos de envelhecimento em campo: laboratório > campo quando Vv < 8%; laboratório < campo quando Vv > 8%
Epps Martin <i>et al.</i> (2014)	Campo x laboratório (1 – 16 semanas a 60°C)	- Maior rigidez com envelhecimento em campo e LOTA de laboratório - Rigidez: Mistura morna = CBUQ, após seis a oito meses de envelhecimento em campo - Rigidez: STA de duas horas a 135°C para CBUQ e duas horas a 116°C para mistura morna acrescida de LOTA de 4 a 8 semanas a 60 ° C = primeiro verão de envelhecimento em campo

Fonte: Adaptado de YIN *et al.* (2017).

O protocolo LTOA especificado em AASHTO R30 indica que esse procedimento simula adequadamente o envelhecimento ocorrido em campo em 7 a 10 anos após a colocação e compactação. Entretanto, esses protocolos estão sendo questionados recentemente.

Yin *et al.* (2017) analisaram amostras em laboratório e em campo e conseguiu correlacioná-las com base na rigidez da mistura e resistência a deformação permanente. Os autores elaboraram protocolos com misturas asfálticas envelhecidas nas condições: LTOA de três dias a 85°C ou duas semanas a 60°C e cinco dias a 85°C com o intuito de determinar o desgaste cumulativo da mistura asfáltica em dias (Tabela 1).

Tabela 1- Correlação de envelhecimento em campo com protocolos LTOA de laboratório

Projeto	Clima	2 semanas a 60°C ou 3 dias a 85°C	5 dias a 85°C
Texas	Mais quente	6 meses	11 meses
Novo México	-	8 meses	14 meses
Florida	-	7 meses	12 meses
Média		7 meses	12 meses
Wyoming	Mais frio	12 meses	23 meses
Dakota do Sul	-	12 meses	23 meses
Iowa	-	12 meses	23 meses
Indiana	-	11 meses	22 meses
Média		12 meses	23 meses

Fonte: Adaptado de YIN *et al.* (2017).

Os protocolos de LTOA de três dias a 85°C ou duas semanas a 60°C foram equivalentes a aproximadamente sete meses em serviço em climas mais quentes e 12 meses em serviço em climas mais frios. Quanto ao protocolo LTOA do laboratório de cinco dias a 85°C, foi representativo do envelhecimento em campo de aproximadamente 12 meses e 23 meses em serviço para climas mais quentes e climas mais frios, respectivamente.

Santana-Greco e Fabbri (2004) realizaram o envelhecimento de acordo com o procedimento AASHTO PP2-01 e, propuseram como comparação ao envelhecimento de longo prazo, deixar outros corpos de prova ao ar livre durante quatro meses, girados em 90° a cada semana. Os autores constataram que o envelhecimento a curto e longo prazo tornam as misturas asfálticas mais resistentes à deformação permanente e observaram que o envelhecimento em campo, com exposição às intempéries envelheceu mais severamente a mistura asfáltica quando comparado ao envelhecimento em estufa ventilada a 85°C por cinco dias, tornando-a mais rígida e atribuíram este fator à ação da radiação ultravioleta.

Kim *et al.* (2018) desenvolveram um procedimento de envelhecimento a longo prazo para misturas asfálticas que foi calibrado e validado por meio de uma série de experimentos de laboratório usando núcleos de campo e ligantes asfálticos originais e agregados de 18 misturas asfálticas, incluindo HMA e WMA. As misturas foram obtidas de nove projetos de campo que representam a ampla variedade de climas encontrados nos Estados Unidos e Canadá. Segundo

os autores o método melhora o procedimento AASHTO R30 no sentido de que o tempo de envelhecimento em laboratório é determinado especificamente pelo clima no local do projeto. Todo o envelhecimento é conduzido em mistura solta a 95°C, que segundo os autores fornece envelhecimento rápido e uniforme em comparação com amostras compactadas.

Os autores enfatizam que o envelhecimento a 95°C também reduz substancialmente o tempo de envelhecimento necessário em comparação com os 85°C especificados na AASHTO R30. No entanto, os pesquisadores descobriram que o uso de uma temperatura de envelhecimento de 100°C ou superior pode introduzir alterações químicas no ligante asfáltico não presentes nos ligantes envelhecidos em campo. Além do clima, o procedimento também considera a profundidade da mistura asfáltica. Finalmente, para simplificar a seleção do tempo de envelhecimento em laboratório, o procedimento proposto apresenta uma série de mapas de duração de envelhecimento em laboratório para corresponder a 4, 8 e 16 anos de envelhecimento em campo em profundidades de 6 mm, 20 mm e 50 mm abaixo da superfície do pavimento.

2.2.1.2 Radiação Ultravioleta (UV)

A radiação ultravioleta (UV) contida no espectro solar é um importante iniciador de reações de degradação que ocorrem no revestimento asfáltico. Além dela, outros fatores como a presença de oxigênio, variações de temperatura, os efeitos da água, reações químicas com agregados e solicitações impostas pelo tráfego também contribuem para este processo. A presença de vanádio na composição química dos ligantes é determinante no envelhecimento sob radiação UV, pois este age como um foto catalisador na formação de aglomerados de macromoléculas na superfície do material.

Aproximadamente 7% da radiação solar que alcança a superfície da terra é radiação ultravioleta (UV=200 a 400 nm), outros 42% chegam na forma de luz visível (400 a 800 nm), e os 51% restantes chegam na forma de calor, que é a radiação infravermelha (IV=800 a 3000 nm). Na região do ultravioleta, três diferentes sub-regiões podem ser identificadas: UVA (400 - 320 nm, também chamada de "luz negra"), UVB (320-280 nm) e UVC (280 - 100 nm) (CRAVO, 2016).

A influência da radiação UV na degradação do ligante há muito tempo é conhecida. Em 1822, Niepce desenvolveu uma técnica para tratar um filme asfáltico com luz. Um dos primeiros

estudos visando simular o efeito da radiação solar foi realizado por Vallerga *et al.* (1957) utilizando radiação ultravioleta e infravermelho, onde um filme de ligante asfáltico foi envelhecido em frascos de TFOT (Thin Filme Oven Test). A exposição à radiação Ultravioleta foi mais efetiva, no sentido de mudanças nas propriedades físicas do ligante, do que somente ao calor. Estudos posteriores foram desenvolvidos por Traxler (1963) e Edler *et al.* (1985).

No entanto na literatura existem poucos estudos que retratem a análise dos efeitos da umidade e do envelhecimento por radiação UV de forma simultânea, no comportamento de ligantes asfálticos, no que diz respeito a sua reologia e microscopia.

Bocci e Cern (2000), na tentativa de uniformizar um procedimento de envelhecimento, utilizaram um simulador de radiação solar para observação dessa influência no envelhecimento a curto e a longo prazo. Os estudos realizados foram capazes de quantificar a influência dos processos fotoquímicos nos parâmetros reológicos do ligante e avaliar a sua percentagem de incidência no envelhecimento total de longa duração avaliado pelo PAV. Em particular verificou-se que a referida incidência não parece ser constante, mas sim dependente da natureza do ligante asfáltico, e por estas razões, os autores apontaram que o efeito da radiação ultravioleta por si só, que é um fator real de contribuição no processo de envelhecimento em campo, não pôde ser simulado por meio dos tratamentos oxidativo-térmicos padrão realizados em laboratório.

Dessa forma, a simulação de envelhecimento dos ligantes asfálticos devido à radiação ultravioleta é de difícil quantificação e ainda não é regulamentada por norma, além disso, o mecanismo da reação química de envelhecimento por radiação ultravioleta ainda é pouco explorado. Portanto, estabelecer as condições de ensaio de laboratório ideais tem sido um grande desafio para a comunidade científica. Yamaguchi *et al.* (2005) e Wu *et al.* (2008b) arbitraram diferentes níveis de radiação, temperatura, tempo de ensaio, espessura do filme asfáltico, entre outras variáveis, no entanto não existe uma padronização de procedimento.

Yamaguchi *et al.* (2005) utilizaram uma técnica que simula a radiação solar correspondente à exposição ao ar livre por dois meses. Os autores analisaram os efeitos solares na degradação do ligante em função da espessura do filme asfáltico, do comprimento de onda e da adição de negro de fumo ao ligante asfáltico por meio do equipamento denominado SUNTEST da Atlas que simula radiação solar por meio de lâmpadas de arco de xenônio e filtro especial.

Os resultados dos estudos de Yamaguchi *et al.* (2005) confirmaram que filmes mais finos apresentaram maior módulo complexo (G^*) da ordem de 50 MPa (50 μ m) e 5 MPa (1000 μ m). Além disso, filmes mais finos apresentaram menor ângulo de fase (δ) da ordem de 15°, e maior produção de grupos carbonila (208%) em relação ao filme com espessura maior, o que é um indicador de degradação oxidativa. O grau de degradação aumentou rapidamente (108%), especialmente em espessuras abaixo de 200 μ m. A dependência do comprimento de onda da fotodegradação espectral também foi examinada e observações visuais e o índice de carbonila confirmaram que a irradiação ultravioleta na faixa de 300 a 400 nm causou fotodegradação severa do ligante.

Wu *et al.* (2008a) compararam o envelhecimento do ligante induzido pelo calor e oxidação usando as estufas RTFO e PAV com o envelhecimento UV ao ar livre. Um ligante puro e um modificado (SBS) foram empregados para avaliar as mudanças nas propriedades químicas e reológicas por Fourier Transform Infrared Spectra (FTIR) e Dynamic Shear Rheometer (DSR) sob várias condições de envelhecimento. Os resultados experimentais mostraram que a fotodegradação causada por exposição ao ar livre, envelhecimento UV de filmes finos de 50 ~ 200 μ m por um mês, foi considerada a mais severa, seguida por PAV e RTFO, no que se refere a reologia e mudanças químicas. Os testes de cisalhamento dinâmico indicaram que as redes de polímero foram gradualmente destruídas durante o envelhecimento, mas os ligantes modificados com SBS envelhecidos ainda exibiam melhores propriedades reológicas do que o ligante base correspondente.

Baseados em espectros infravermelhos, Wu *et al.* (2008a) verificaram que a porcentagem em peso de oxigênio como carbonila aumentou, onde o índice carbonila da amostra de ligante puro após o envelhecimento do PAV foi de 0,0479, e após o envelhecimento por radiação UV foi de 0,3194, com a película de ligante de 50 μ m de espessura. O ligante modificado com SBS também apresentou aumento do índice de carbonila de 0,0137 no PAV e 0,2602 por radiação UV, além disso o índice de butadieno diminuiu após envelhecimento PAV (0,0310) e UV (0,0079).

Os autores verificaram que a oxidação do ligante e degradação do SBS aconteceram ao mesmo tempo, mas a modificação do ligante com SBS pode inibir a formação de compostos carbonílicos, e diminuir a oxidação quando comparados com o ligante puro. No entanto, as alterações químicas e reológicas não foram geralmente consistentes, ou seja, foi verificado a partir dos índices de envelhecimento que existia uma correlação muito fraca entre produtos

químicas mudanças e propriedades reológicas, e a susceptibilidade ao envelhecimento pode ser classificada de forma diferente quando diferentes métodos de avaliação foram usados.

Em uma pesquisa posterior Wu *et al.* (2008b) apresentaram um estudo experimental e uma comparação entre simulação de envelhecimento UV em laboratório e Envelhecimento por Exposição Natural (NEA). O ligante puro foi primeiramente submetido ao regime de envelhecimento de curta duração feito pelo RTFO, e então seguido pelo envelhecimento de longa duração executado por PAV, radiação UV e exposição natural. As propriedades reológicas e químicas de amostras de ligantes envelhecidas foram investigadas por DSR e FTIR, respectivamente. Os efeitos da espessura do filme do ligante a partir da qual a radiação UV pode afetar nas suas propriedades também foram investigadas.

Os autores constataram que existe uma espessura de filme crítica de 100 μm a partir da qual a radiação UV pode afetar notavelmente as propriedades reológicas do ligante asfáltico. Quando a espessura do filme é menor que esse valor, o efeito de envelhecimento causado pela radiação UV foi muito mais pronunciado, em razão da profundidade de envelhecimento que é limitada a uma extensão abaixo da superfície do filme.

Dessa forma, na comparação do envelhecimento da radiação UV com o envelhecimento térmico, os autores destacaram que a contribuição da radiação UV foi distinta e considerada dominante, particularmente quando a espessura da amostra é inferior a 100 μm . Os dados de DSR revelaram que os resultados do módulo complexo e ângulo de fase por meio do teste de laboratório por radiação UV de 1 mês e 3 meses são bastante semelhantes aos do NEA de 3 meses e 9 meses, respectivamente, com módulo complexo de 1,1 Pa; 1,2 Pa; 1,5 Pa e 2,0 Pa para frequências 100 rad/s; 10 rad/s; 1 rad/s e 0,1 rad/s considerando os menores intervalos de tempo. Para os tempos de 3 meses em laboratório e 9 meses em campo foram obtidos valores de módulo complexo da ordem de 1,7 Pa; 2,1 Pa; 2,7 Pa e 3,4 Pa, indicando assim uma forte correlação entre os protocolos.

Wu *et al.* (2008b) ainda apontaram que o NEA de curto prazo pode afetar as propriedades do ligante mais fortemente do que o envelhecimento de PAV convencional, pois o efeito do envelhecimento do PAV com relação ao módulo complexo parece ser equivalente a 2 meses do teste de laboratório por radiação UV e 6 meses do NEA. Dessa forma os autores destacaram que a espessura do filme de ligante deve ser considerada e deduziram que o NEA de curto prazo, ou seja, um ano, pode ser mais forte do que o envelhecimento do PAV,

comportamento principalmente esperado nas regiões de alta latitude, com radiação solar mais intensa.

Durrieu *et al.* (2007) mostraram as diferenças encontradas no desempenho das amostras envelhecidas em laboratório expostas a oxigênio e temperatura e radiação UV, com aquelas envelhecidas em campo, com total exposição à luz solar. Em um caso particular de um pavimento localizado no sul da França, uma comparação foi feita por meio da análise FTIR, onde foram utilizados o envelhecimento padrão (RTFOT E PAV), o envelhecimento real em campo após 12 e 26 meses de serviço no pavimento e o envelhecimento com a exposição aos raios ultravioleta em uma câmara Atlas 2000, após a simulação RTFOT.

Por meio das análises do FTIR os autores observaram que a influência da radiação UV no envelhecimento e conseqüentemente no desgaste das camadas superiores de um pavimento não pode ser ignorada. O mesmo nível de envelhecimento constatado na simulação RTFO+PAV foi alcançado de forma mais rápida, após 10 horas, quando a película fina de ligante foi submetida na simulação de laboratório RTFO+UV. Também foi verificado que o nível de envelhecimento em campo de um ligante modificado com polímero SBS, após 12 meses de serviço atingiu o mesmo nível de envelhecimento simulado no PAV, onde taxa de foto oxidação parece depender da natureza dos ligantes de base.

Os autores ainda salientaram que a influência da radiação UV poderia explicar em parte que os resultados da penetração e ponto de amolecimento após o teste de simulação RTFOT + PAV são quase os mesmos que aqueles obtidos após 12 meses de envelhecimento no local. Portanto, seria interessante comparar essas observações com as feitas em outros pavimentos sob diferentes condições climáticas e com diferentes ligantes.

Zeng *et al.* (2015) estudaram a influência que as temperaturas geralmente arbitradas têm sobre os resultados do envelhecimento UV, submetendo dois ligantes, um virgem e um modificado, à radiação UV nas temperaturas de 30°, 50° e 70°C, previamente envelhecidos na estufa TFOT. Para avaliar a influência da temperatura, foram realizados ensaios de ponto de amolecimento, penetração e reologia, além do ensaio de FTIR para determinar os grupos funcionais do ligante.

De acordo com resultados do FTIR o envelhecimento UV na condição de temperatura à 70 °C acelerou a taxa de oxidação do ligante virgem e a taxa de deterioração do modificador SBS, pois o índice das funções carbonila $I_{C=O}$ foi 3,4 vezes maior do que o índice $I_{C=O}$ da amostra envelhecida a 50 ° C e 30 °C. No entanto, as mudanças de $I_{C=O}$ para o ligante

modificado não foi tão óbvio, e este foi ligeiramente superior na temperatura de 70°C. Esse comportamento foi explicado pela redução do índice I_{SBS} do ligante modificado a 70 °C, o que significou que mais modificadores SBS são degradados.

No estudo os testes de varredura de temperatura realizados por Dynamic Shear Rheometer (DSR) mostraram a mesma tendência dos resultados do ponto de amolecimento e penetração. O valor do módulo complexo do ligante virgem, envelhecido a 70 °C foi de 1,6 a 2,5 vezes do que as amostras envelhecidas a 50 °C, onde o maior incremento de módulo complexo significa maior grau de envelhecimento devido à oxidação do ligante e volatilização de compostos leves. O ligante modificado apresentou a mesma tendência quanto ao módulo complexo embora as mudanças não sejam tão óbvias quanto ao do ligante virgem, e esse comportamento foi atribuído à deterioração do modificador SBS, que pode facilitar o envelhecimento.

Os resultados de ensaios de ponto de amolecimento e penetração indicaram que a temperatura de 50 °C pode apenas influenciar ligeiramente o envelhecimento UV. Os maiores incrementos do ponto de amolecimento após o envelhecimento UV a 30 °C, 50 °C e 70°C foram obtidos para o ligante virgem, e foram respectivamente 8,5°C, 8,5°C e 15,9 °C, indicando um grau de envelhecimento mais grave para temperatura de 70 °C. Segundo Wu *et al.* (2009) o envelhecimento do ligante modificado com SBS é condicionado a dois mecanismos diferentes, a oxidação do ligante base, que aumentaria o ponto de amolecimento e a deterioração do modificador SBS que leva a uma estrutura de rede quebrada, reduzindo drasticamente o ponto de amolecimento.

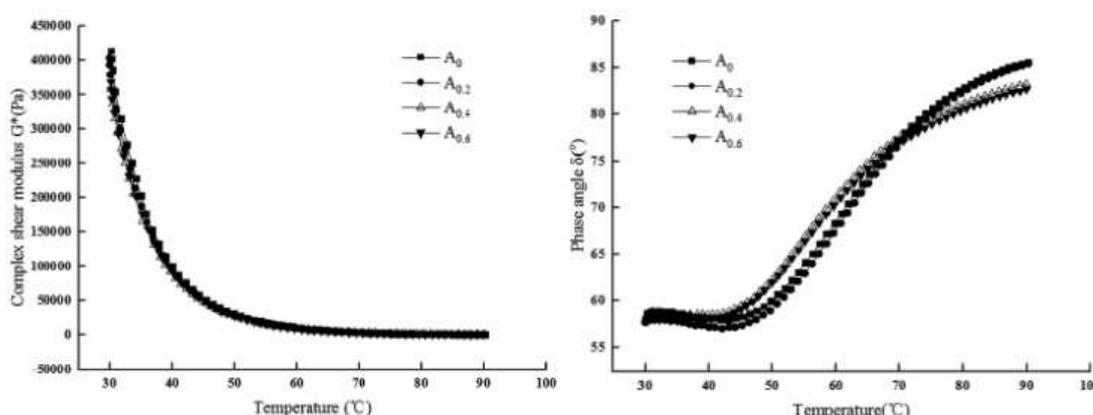
Zeng *et al.* (2015) observaram o mesmo comportamento durante o envelhecimento UV, pois o envelhecimento do ligante e a deterioração do modificador SBS ocorreram ao mesmo tempo e foi determinado por essas duas mudanças opostas, uma vez que houve redução do ponto de amolecimento de 2,8 °C e 5,7 °C significa que a deterioração do modificador SBS dominou o processo de envelhecimento e foi muito mais severa do que as envelhecidas à 70°C.

O resultado da taxa de penetração residual mostrou uma tendência semelhante entre os ligantes estudados. Quando o envelhecimento UV é conduzido sob condições de 30 °C e 50 °C, os ligantes virgem e modificado apresentaram a taxa de penetração residual de 41% e 57%, respectivamente. Mas a 70 °C, os valores de penetração diminuíram para 22% e 50%. Ainda segundo os autores resultados de mudanças de massa mostraram que as taxas de redução de massa sob condição de UV foram quatro vezes maiores do que a condição de aquecimento para

o ligante puro e treze vezes para o ligante modificado com SBS. Assim, o estudo enfatizou que os efeitos da temperatura no envelhecimento UV não podem ser ignorados e sugeriu temperatura de envelhecimento UV abaixo de 50° C.

Liu *et al.* (2020) analisaram o ligante modificado com SBS para estudar o efeito do absorvedor de ultravioleta (UV-531) em suas propriedades reológicas. Os resultados mostraram que o UV-531 tem pouco efeito no módulo de cisalhamento complexo do ligante modificado com SBS e tem grande influência no ângulo de fase, comportamento evidenciado na Figura 7.

Figura 7 - G^* e δ do ligante modificado com diferentes teores de UV-531 (A_0 , $A_{0,2}$, $A_{0,4}$ e $A_{0,6}$).



Fonte: Adaptado de LIU *et al.* (2020).

Por meio da Figura 7 verifica-se que o módulo complexo G^* permaneceu basicamente o mesmo com o aumento do teor de UV-531. A razão apontada é que o UV-531 é um tipo de estabilizador de luz, que possui boa estabilidade térmica. Quando adicionado ao ligante em alta temperatura, suas próprias características estruturais não serão alteradas e neste momento, o ligante modificado com SBS mostra suas propriedades mecânicas originais. Além disso, o ângulo de fase do ligante modificado com SBS foi muito influenciado por diferentes conteúdos de UV-531, mas a tendência geral é aumentar gradualmente com o aumento da temperatura. A principal razão é que a adição de UV-531 altera o efeito de modificação do modificador SBS no ligante. A estrutura do UV-531 é semelhante ao aromático no ligante, que pode desempenhar um papel na lubrificação e dissolução dos asfaltenos. Portanto, os autores enfatizam que o conteúdo de asfaltenos pode ser reduzido com a adição de UV-531 ao ligante modificado com SBS em diferentes proporções.

Ainda segundo Liu *et al.* (2020) as características estruturais do modificador SBS é um fator importante que afeta as propriedades reológicas em alta temperatura. O grau de envelhecimento e as alterações químicas no ligante modificado foram estudados de acordo com o incremento do seu ponto de amolecimento (SPI), índice de envelhecimento do módulo de cisalhamento complexo (G^*AI), espectro infravermelho e microscópio eletrônico de varredura. Por meio dos resultados do FTIR verificou-se picos característicos próximos a 958,4631 que representam picos C=C no bloco polibutadieno no modificador SBS, e foi observado pela fraca transmitância do pico característico 958,4631 no espectro infravermelho antes do envelhecimento do ligante modificado ($A_{0,2}$) que a razão de bloco de polibutadieno em $A_{0,2}$ foi menor do que nos outros dois ligantes modificados.

Assim o pico característico C=C de $A_{0,2}$ após o envelhecimento tornou-se mais forte, indicando que alguns modificadores se degradam após o envelhecimento. Esses resultados sugeriram que a reação de degradação do modificador SBS sob UV leva a uma redução significativa do segmento de polibutadieno (B) e craqueamento do ligante modificado por SBS, pois o modificador SBS sofre reação de degradação parcial sob a irradiação ultravioleta. Dessa forma o UV-531 reduziu efetivamente o envelhecimento do ligante modificado com SBS e evitou a reação de decomposição do modificador.

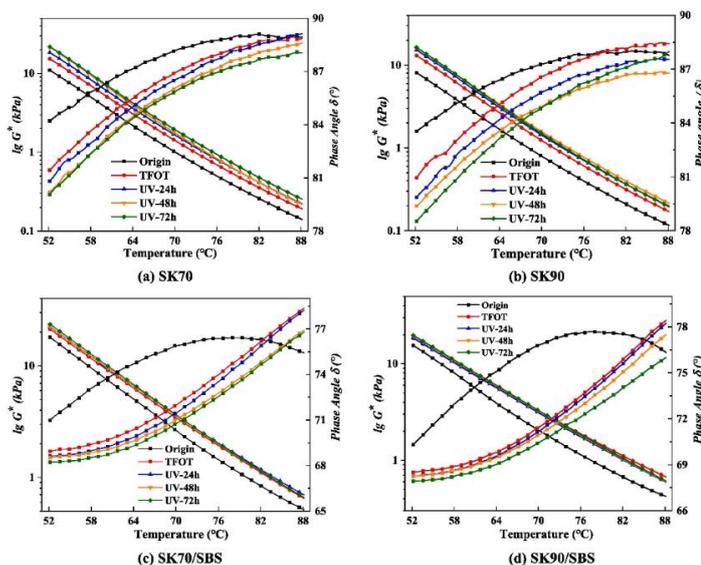
Liu *et al.* (2022) estudaram os efeitos do envelhecimento UV nas propriedades do ligante a partir de múltiplas escalas, incluindo suas propriedades físicas reológicas, composições químicas e morfologia microscópica, com o objetivo de propor alguns índices de avaliação adequados para caracterizar quantitativamente a resistência ao envelhecimento UV de ligantes asfálticos. As propriedades dos ligantes asfálticos antes e depois do envelhecimento UV foram medidas com os testes de propriedades físicas convencionais, teste de reômetro de cisalhamento dinâmico (DSR), teste de cromatografia de camada fina (TLC), teste de cromatografia de permeação em gel (GPC) e microscopia de força atômica (AFM).

Os resultados dos testes realizados por Liu *et al.* (2022) mostraram que o envelhecimento por UV tem um efeito significativo nas propriedades reológicas e físicas do ligante, e a classificação das resistências ao envelhecimento entre os ligantes asfálticos avaliados por diferentes índices são quase consistentes. Entre esses índices, o índice de envelhecimento do parâmetro GR provou ser o índice de avaliação com o maior grau de discriminação, seguido pelo índice de envelhecimento do módulo de cisalhamento complexo G^* .

Liu *et al.* (2022) verificaram que após o envelhecimento UV, o ponto de amolecimento e a viscosidade rotacional dos quatro ligantes asfálticos aumentam gradualmente com o tempo de envelhecimento, enquanto a penetração diminui, indicando que o envelhecimento UV causa a melhoria das propriedades de alta temperatura do ligante e a deterioração do suas propriedades de baixa temperatura. Os maiores acréscimos de ponto de amolecimento foram ocasionados no ligante virgem SK70 e SK90 com aproximadamente 22% e 9%, respectivamente. Quanto a viscosidade esta obteve aumentos significativos para os dois ligantes modificados, de aproximadamente 67% e 50%. A redução da penetração foi mais evidenciada no ligante modificado SK70/SBS em torno de 63%.

Os efeitos do envelhecimento UV nas propriedades reológicas de alta temperatura foi realizado para o teste de varredura de temperatura de 52 °C a 88 °C. Por meio da Figura 8 os autores destacaram que após o envelhecimento, os valores de G^* de ambos os ligantes asfálticos aumentam, indicando que o envelhecimento pode melhorar a capacidade do ligante de resistir à deformação sob o carregamento externo. Comparado com o processo de envelhecimento TFOT, o envelhecimento UV tem um efeito relativamente menor nas propriedades viscoelásticas do ligante em alta temperatura. Além disso, com a extensão do tempo de envelhecimento UV, a taxa de crescimento dos valores G^* do ligante diminui gradualmente, conforme Figura 8, indicando que o processo de envelhecimento UV do ligante pode ocorrer principalmente no estágio inicial, e a taxa de envelhecimento diminuirá no estágio final.

Figura 8 - Resultados do teste de varredura de temperatura.



Fonte: LIU *et al.* (2022).

Os resultados dos testes de composição química demonstraram que com o aumento do grau de envelhecimento UV, os componentes de resinas no ligante aumentam gradualmente, 22,54% – 27,43%, 19,63% – 28,84%, 24,79% – 28,73%, 22,6% – 28,42%, para os respectivos ligantes, SK70, SK90, SK70/SBS, SK90/SBS. Enquanto os componentes aromáticos diminuem: 53,67% – 46,91%, 55,73% – 45,50%, 49,8% – 45,0%, 52,7% – 45,7%, o que resulta na proporção de tamanho molecular maior no ligante. E os resultados dos testes de AFM mostraram que o envelhecimento UV tendem fazer com que o número da “estrutura de abelha” e os valores de rugosidade do ligante diminuam gradualmente, promovendo assim a transformação da microestrutura do ligante, tornando-o liso.

Devido à sua localização geográfica, o Brasil recebe grande incidência de raios solares que tornam o pavimento suscetível à fotodegradação por radiação UV. Dessa forma, pesquisas brasileiras que contemplem a influência da radiação UV sob o envelhecimento do ligante são necessárias. Tais estudos se tornam ainda mais importantes em virtude da variedade de modificadores existentes, pois estes podem intervir no comportamento do ligante diante do envelhecimento foto-oxidativo, retardando e/ou amenizando os efeitos das reações que provocam o envelhecimento.

Silva (2005) avaliou a influência das propriedades dos polímeros no processo degradativo do ligante modificado exposto à radiação solar. Nesta pesquisa foi realizado inicialmente um estudo sobre o mecanismo de envelhecimento de ligantes puros, frente a radiação UV, e em seguida utilizou-se a mesma metodologia para avaliar o papel do polímero neste processo. Por meio de um projeto de experimentos relacionou-se a massa molar e teor de estireno do polímero SBS linear com suas propriedades clássicas, estabilidade, temperatura de transição vítrea e morfologia.

A autora observou que a simulação de envelhecimento UV em laboratório foi extremamente satisfatória, pois os processos de foto oxidação e termo oxidação resultaram em mecanismos diferentes de envelhecimento, ou seja, diferentes reações químicas foram evidenciadas. Para o ligante FRA estudado, ocorreu maior formação de aglomerados de asfaltenos após exposição UV, sendo esta evolução contínua. Ligantes com traços de fotocatalisadores como vanádio e níquel foram associados à formação de películas oxidadas mais resistentes. Esta película, quando frágil, pode fissurar e permitir a passagem de O₂, que facilitará a oxidação no seu interior.

Além disso concluiu-se que a presença do modificador SBS influenciou o efeito do envelhecimento na amostra, onde a origem e composição química dos ligantes foi considerada de suma importância no mecanismo de envelhecimento UV. A massa molar e o teor de estireno do polímero modificador também foram avaliados como propriedades importantes para a estabilidade e durabilidade do ligante asfáltico modificado.

Claussen (2013) analisou amostras de ligantes quanto as frações maltênicas e asfálticas, obtidas por meio da ASTM D4124 com posterior obtenção das respectivas frações ácida, básica e neutra de enxofre, correlacionando três processos de envelhecimento (RTFO, RTFO + PAV e RTFO + radiação UV). Em se tratando de maltenos e asfaltenos, observou-se que o enxofre aparece em maior quantidade na fração menos reativa (fração neutra) para amostras virgens, sendo que foi constatado que os três processos de envelhecimento do ligante asfáltico levaram a um aumento de compostos sulfurados nas frações mais reativas (fração ácida e básica) e a uma diminuição nas frações menos reativas (fração neutra), sendo que a variação se mostrou mais significativa no processo RTFO + radiação UV.

O aumento enxofre, em torno de 8%, nas frações mais reativas (FA + FB) em asfaltenos, com o envelhecimento RTFO/SUNTEST, foi provavelmente explicado pelas reações de oxidação, condensação e aglomeração e migração de compostos oriundos dos maltenos. Em contrapartida, a fração neutra (FN) diminuiu em torno de 23%. Em se tratando de maltenos, o comportamento do enxofre com o envelhecimento foi semelhante ao demonstrado nos asfaltenos, pois foi constatado aumento de enxofre, em torno de 32%, nas frações mais reativas (FA + FB), enquanto que a fração neutra (FN) diminuiu, em torno de 34%.

A partir dessa especificação, uma classificação das amostras estudadas foi proposta pelo autor considerando a reatividade calculada em termos de compostos polares e neutros. Estes resultados permitiram inferir que um maior teor de asfaltenos não implica necessariamente em uma maior reatividade do ligante asfáltico. A presença de grupos funcionais específicos relacionados a seus heteroátomos (a exemplo do enxofre) deve ser definitiva para uma maior ou menor suscetibilidade do ligante ao envelhecimento.

Cravo (2016) avaliou as transformações químicas ocorridas durante os diferentes processos degradativos, o envelhecimento térmico (estufa) e fotoquímico (simulador solar Suntest) utilizando técnicas como o Infravermelho, Cromatografia Líquida em amostras de ligantes puros e aditivados com lignina (antioxidante natural), além disso propriedades reológicas dos ligantes também foram avaliadas por meio do parâmetro R e o ensaio de

Varredura Linear de Amplitude para se conhecer a tolerância ao dano deste material. Além da lignina apresentar bons resultados como antioxidante, a análise química e reológica revelou tendências distintas para ambos os processos degradativos.

A autora verificou que os envelhecimentos térmico e fotoquímico seguiram mecanismos de reação diferentes, pois a interação dos compostos poliaromáticos presentes no ligante com a radiação UV promoveu reações químicas que não estão presentes no envelhecimento térmico. A exposição à radiação ultravioleta, mesmo que num curto espaço de tempo (120 horas) foi suficiente para causar alterações reológicas e físico-químicas relevantes em todas as amostras irradiadas, pois em todas as técnicas utilizadas para acompanhar as mudanças químicas nas amostras degradadas térmica e fotoquimicamente, foi observado que a radiação ultravioleta intensifica todo e qualquer resultado. As amostras fotodegradadas são sempre as que apresentam maiores mudanças. No que diz respeito a reologia dos ligantes, as curvas mestras das amostras puras e aditivadas em seus diferentes níveis de oxidação confirmam que o processo mais severo é sempre a fotodegradação.

Nascimento e Faxina (2017) utilizaram uma câmara de envelhecimento acelerado com lâmpadas de xenônio para simular condições de intemperismo por radiação UV em um filme asfáltico que recobre o agregado mineral. O equipamento que foi utilizado é denominado de Wetherometer, da marca Q-LAB modelo Q-SUN, Xenon Test Chamber Xe-3 (Figura 9).

Figura 9 - Imagens da câmara de envelhecimento acelerado (Weatherometer)



Fonte: NASCIMENTO E FAXINA (2017).

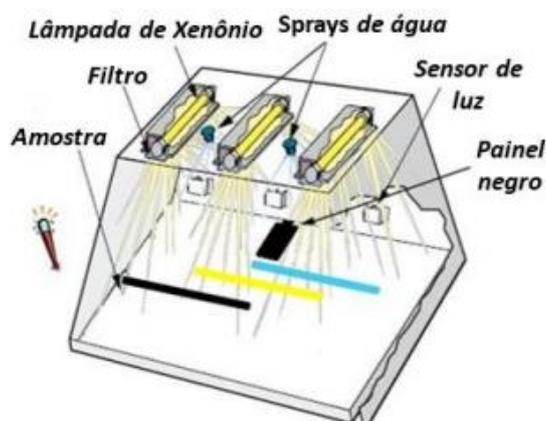
O estudo tinha como objetivos quantificar os efeitos da radiação UV sobre as propriedades reológicas de um ligante puro (CAP 50/70) e cinco ligantes asfálticos modificados com PPA e os copolímeros SBS e SBR (CAP+PPA, CAP+SBS, CAP+SBS+PPA, CAP+SBR e CAP+SBR+PPA); e comparar os níveis de envelhecimento decorrentes da radiação com o

envelhecimento na estufa PAV. O ordenamento baseado na elasticidade, índices de tolerância ao dano por fadiga, integridades e sensibilidades ao nível de deformação (menores coeficientes B) e o ordenamento global dos incrementos de rigidez indicou o CAP+SBR+PPA como o material menos prejudicado pelo envelhecimento a longo prazo e o CAP puro como o mais prejudicado.

O ordenamento considerando todos os níveis adotados, para o CAP+SBR+PPA foram no PAV (2,9), no wetherometer a 0,68 W/m² (2,67) e no wetheromera 1,00 W/m² (1,00) e para o CAP puro, respectivamente, 4,0, 4,13 e 3,94. No que diz respeito ao ordenamento global, o CAP+SBR+PPA obteve 2,19 e o CAP puro 4,02. Dessa forma os autores concluíram que a modificação do ligante em linhas gerais, proporcionou materiais mais resistentes ao envelhecimento a longo prazo dentre todos os ordenamentos considerados.

Outros modelos do mesmo equipamento Wetherometer da marca Q-LAB além de simular ciclos de radiação UV e temperatura, também simulam umidade, por meio de água borrifada/aspergida. Um esquema simplificado do funcionamento da câmara do equipamento é apresentado na Figura 10.

Figura 10 - Desenho esquemático simplificado da câmara de envelhecimento do Q-Sun



Fonte: SILVA (2017).

A câmara de arco de Xenon Q-SUN Xe-3, reproduz os danos causados pelo espectro completo da luz solar e chuva. Em poucos dias ou semanas, esta pode reproduzir o dano que ocorre na amostra ao longo de meses ou anos, quando expostas ar livre, à luz solar direta, experimentando a máxima intensidade de luz. A câmara possui três lâmpadas principais de arco de xenônio que emitem radiações que são controladas pelos diferentes tipos de filtro. Como tais

lâmpadas não são capazes de reproduzir fielmente os comprimentos de onda presentes na luz natural, um conjunto de filtros é utilizado para cortar a luz emanada pelas lâmpadas, assim a luz filtrada tem correspondência com a radiação natural ao ar livre em um dia de verão ao meio dia com incidência direta.

As pesquisas supracitadas contemplam a influência da radiação ultravioleta (UV) no comportamento dos ligantes, mas não consideram o sistema completo, ou seja, a participação do agregado mineral na mistura. Partindo-se desse pressuposto, Cravo (2016) avaliou o comportamento de matrizes de agregados finos compostas por ligantes asfálticos aditivadas com antioxidante de origem vegetal (lignina) frente ao envelhecimento térmico, utilizando uma estufa; e fotoquímico utilizando o simulador solar Suntest; por meio de ensaios reológicos, compreendendo curva mestra e a sua tolerância ao dano por meio do ensaio de Varredura Linear de Deformação (LAS).

A autora verificou que em ambos os ensaios, a análise reológica das misturas, evidenciou caminhos diferentes entre o envelhecimento térmico e fotoquímico, onde a amostra envelhecida termicamente (estufa) apresentou maior nível de exsudação pois o seu material pétreo quase não ficou aparente, no entanto, a amostra envelhecida no Suntest ainda preservou alguns pontos destacados do material pétreo.

Na pesquisa de Ma *et al.* (2021) foram analisados os efeitos do envelhecimento de curto e longo prazo sobre os comportamentos mecânicos dinâmicos e os modelos constitutivos do ligante e suas misturas. Vários métodos de envelhecimento, como envelhecimento de curto e longo prazo, foram aplicados no ligante incluindo RTFOT (rolling thin film forno test), PAV (pressurized envelhecimento vaso), radiação ultravioleta (UV) e envelhecimento em campo, além envelhecimento de curto e longo prazo para mistura asfáltica. O envelhecimento UV realizado no estudo foi simulado em um forno UV, onde o comprimento de onda, temperatura, intensidade de irradiação e tempo de envelhecimento UV foi de 365 nm, 60 °C, 500 $\mu\text{W}/\text{cm}^2$ e 5 dias, respectivamente. Para o envelhecimento em campo a amostra foi exposta ao ar livre sob clima de monção subtropical com temperatura média de 16,8 ° C durante 10 meses.

A operação de envelhecimento de curto e longo prazo também foi aplicada pelos autores na mistura asfáltica de acordo com AASHTO PP2. O efeito do envelhecimento sobre o comportamento mecânico dinâmico do ligante e sua mistura foi avaliado pela reologia de cisalhamento dinâmico e módulo dinâmico. Por fim, os modelos constitutivos do ligante e da

mistura antes e depois do envelhecimento foram explorados e estabelecidos com base em ensaios de fluência por cisalhamento dinâmico e fluência por compressão uniaxial.

O estudo de Ma *et al.* (2021) mostrou que as deformações permanentes do ligante obviamente diminuem após o envelhecimento para baixas e altas temperaturas. Para baixas temperaturas a diminuição foi de 87,6% e 90,1% para deformações totais e permanentes, respectivamente e para altas temperaturas o decréscimo foi de 88,4% e 81,2%. O envelhecimento ao ar livre propiciou o impacto mais significativo.

Os resultados mostraram que o módulo complexo do ligante modificado com SBS aumenta significativamente em 150 % e 300 % após o envelhecimento para baixas e altas temperaturas respectivamente. A classificação relativa dos métodos de envelhecimento de acordo com o módulo complexo do ligante destaca o RTFOT como o menos influente e o envelhecimento ao ar livre como o mais influente, e o envelhecimento PAV e UV intermediários. Além disso o módulo dinâmico de mistura mostra uma tendência crescente (50% a 300%) à medida que o grau de envelhecimento se torna mais grave. De acordo com os autores os resultados têm significado orientador crítico para explorar o mecanismo de envelhecimento do ligante e das misturas asfálticas, reduzindo o desgaste e estendendo a vida útil dos pavimentos asfálticos.

A influência destrutiva da umidade em revestimentos asfálticos é outro elemento de grande relevância, pois afeta adversamente a durabilidade do pavimento, dessa forma incluir a participação da água no estudo de simulação da fotodegradação torna-se extremamente importante.

Na literatura existem estudos (Wu *et al.*, 2008a e 2008b; Zeng *et al.*, 2015; Mazzoni *et al.*, 2020; Ma *et al.*, 2021; Liu *et al.*, 2022) que analisam os efeitos da umidade e do envelhecimento por radiação no comportamento de ligantes asfálticos de forma independentemente, entretanto os estudos que retratam a análise desses efeitos de forma simultânea na microestrutura e nas propriedades reológicas dos ligantes asfálticos são bastante limitados ou não existem. E no que diz respeito a mistura, há uma carência ainda maior de pesquisas que abordem uma análise mais complexa relacionando o ligante asfáltico mediante técnicas de envelhecimento. Dessa forma, o comportamento da mistura mediante os efeitos combinados do envelhecimento e umidade ainda é uma lacuna que existe no âmbito dos estudos da pavimentação.

2.2.1.3 Umidade

Os efeitos da umidade no pavimento é outro aspecto de grande relevância, pois o efeito deletério da água causa degradação precoce em materiais asfálticos, acelerando os mecanismos de deterioração da deformação permanente e da trinca por fadiga, onde os danos por umidade podem ocorrer devido à ruptura do ligante (ruptura coesiva), nos agregados (desagregação) ou na interface agregado-ligante asfáltico (ruptura da película adesiva) (ANITELLI, 2013; HAMZAH, *et al.*, 2015).

A suscetibilidade à umidade das misturas asfálticas é um fenômeno complexo e tem muitos fatores de interação, não totalmente compreendidos na comunidade de engenharia de pavimentação. O dano ao pavimento asfáltico induzido pela umidade é um modo de desgaste extremamente complicado que leva à perda de rigidez e resistência estrutural da mistura e, eventualmente, à manutenção onerosa da estrutura do pavimento, pois pode ocasionar problemas como afundamentos, fissuras, desfibramento, meteorização e panelas de deterioração. Apesar de não ser necessariamente iniciado pela presença de umidade, a maioria dos desgastes do pavimento pode ser aumentada até certo ponto e severidade devido à presença de água, o que ocasionaria sérias ações de manutenção.

Segundo Lytton *et al.* (2005) e Diab *et al.* (2017) as principais propriedades que influenciam na suscetibilidade à umidade de uma mistura asfáltica incluem reologia do ligante, espessura da película do ligante, química da superfície agregada, viscosidade, energia de superfície, volume e distribuição de vazios, além de processos de concepção e construção, tráfego e condições ambientais.

De acordo com Lytton *et al.* (2005) filmes de ligantes asfálticos mais espessos têm uma resistência à tração coesiva inferior, enquanto os filmes mais finos uma menor resistência à tração adesiva. Diab *et al.* (2017) destacou que a susceptibilidade à umidade está normalmente associada à perda de adesão entre o ligante e o agregado e / ou perda de coesão dentro do ligante principalmente devido à presença de água. Essas falhas também podem ocorrer devido aos efeitos combinados de umidade e pressão dos pneus do veículo.

Segundo Cala *et al.* (2019) a mineralogia da rocha é fundamental para determinar a qualidade da adesão e a suscetibilidade à umidade de sistemas de ligante -agregado em misturas asfálticas. Assim os autores realizaram um estudo visando identificar os componentes químicos dos agregados que afetam a suscetibilidade à umidade desses sistemas.

Para atingir esse objetivo, foram selecionadas na pesquisa três litologias com amplo espectro mineralógico e químico (ou seja, quartzito, granodiorito e serpentinito), onde amostras de agregado asfáltico fabricados com essas litologias foram testadas em condição de ambiente seco e condicionados a umidade, após 1, 3 e 7 dias de imersão em água, e então levado à ruptura usando uma prensa hidráulica sob uma velocidade de teste controlada por deslocamento. Os resultados mostraram que rochas de composição máfica (por exemplo, serpentinito) têm melhor resistência ao dano de umidade do que rochas félsicas (por exemplo, quartzito e granodiorito).

Na análise do desempenho mecânico foi observado que a degradação de F_{max} (carga máxima na falha [N]) e W_f (trabalho de fratura [J]) nas amostras de serpentinita (Spt) apresentou uma tendência decrescente com tempo de condicionamento mais gradual do que nas demais litologias estudadas. A partir dos resultados dois comportamentos foram evidenciados, no primeiro houve um decréscimo mais acentuado nos parâmetros mecânicos da condição seca para o 1 dia de condicionamento da água, em que F_{max} e W_f tiveram uma diminuição de 22% e 44,7%, respectivamente. O segundo comportamento foi marcado por um declínio mais gradual após 1 dia de condicionamento, ou seja, de 1 a 7 dias de condicionamento, os valores de F_{max} e W_f diminuíram 17,9% e 17,4%, apesar de estar submerso em água por 7 vezes mais que o tempo de condicionamento inicial período.

Cala & Caro (2021) destacam que a qualidade da adesão do agregado asfáltico é um fator importante no desempenho mecânico dos pavimentos asfálticos. Nesse sentido analisaram um modelo preditivo de danos por umidade em sistemas ligante-agregado baseado em química de agregados. O estudo incluiu sete agregados siliciosos e dois agregados calcários, e uma fonte de ligante asfáltico. Os resultados experimentais mostraram que para agregados siliciosos a suscetibilidade à umidade foi maior, enquanto o oposto foi observado para agregados calcários, onde a suscetibilidade à umidade aumenta com o teor de sílica. Para os agregados siliciosos a seco, o valor médio de F_{max} foi de 1259,4 N entre todas as litologias, com desvio padrão (STD) de 169,4 N e coeficiente de variação ($COV = STD/Médio$) de 13,4%. O COV de F_{max} para as amostras condicionadas com umidade de 1, 3 e 7 dias foram 24,3%, 32,8% e 40,8%, respectivamente.

Segundo os autores o fato de o COV aumentar com a extensão do tempo de condicionamento implica que a magnitude e a taxa de dano por umidade acima do valor F_{max} são altamente dependentes da litologia. Se a taxa de dano fosse semelhante entre as litologias, não seriam encontradas grandes alterações para o parâmetro COV com o aumento do tempo de

condicionamento da água. Além disso, dado que o valor de COV para as amostras condicionadas por sete dias (40,8%) é quase três vezes o das amostras secas (13,4%), concluiu-se que o efeito da litologia sobre a qualidade da adesão ligante-agregado seco é ofuscado pela influência da litologia quanto à mudança da qualidade da adesão ao longo do tempo em relação à sua suscetibilidade à umidade. Para o parâmetro W_f dos agregados siliciosos, os valores de COV para o tempo de condicionamento seco, 1, 3 e 7 dias foram 17,1%, 38,5%, 39,4% e 54,10%, respectivamente. Isso mostra a mesma tendência crescente em relação ao tempo de condicionamento da água como no caso dos valores de F_{max} , o que reforça a conclusão da influência da litologia sobre a suscetibilidade à umidade do sistema ligante -agregado. Esses resultados foram usados para propor um modelo empírico de previsão de danos por umidade para agregados siliciosos baseado em química de agregados.

Frossard *et al.* (2022) frisam que a adesividade ligante-agregado desempenha um papel importante na prevenção da fratura adesiva da mistura asfáltica e é muito influenciada pelas propriedades químicas, físicas, morfológicas e mineralógicas dos agregados. Os autores investigaram os efeitos das características físicas, químicas e morfológicas do agregado/carga na resistência à fratura da mistura, incluindo o efeito dos danos causados pela umidade. Dois agregados e quatro cargas com composições químicas variadas foram selecionados e combinados com um ligante asfáltico não modificado para projetar cinco misturas asfálticas diferentes. As misturas condicionadas e não condicionadas a umidade foram submetidas ao ensaio de fratura em curva semicircular (SCB) e os resultados indicaram que o tipo de agregado não apresentou influência significativa nos resultados de fratura do SCB quando o condicionamento por umidade não estava envolvido.

Segundo Ferreira *et al.* (2019) o coeficiente de permeabilidade (k) é um parâmetro utilizado para caracterizar as propriedades de transporte hidráulico do misturas usinadas a quente (HMA). Este estudo avaliou numericamente a influência da distribuição espacial de k no padrão de escoamento dentro de uma camada superficial asfáltica com diferentes espessuras e teor de vazios. Por meio da relação experimental entre vazios e permeabilidade, simulações numéricas foram conduzidas para caracterizar o escoamento transiente dentro de uma camada superficial asfáltica dividida em subcamadas para representar distribuições verticais de vazios típicas observadas em campo. Os resultados indicaram que a distribuição heterogênea de k dentro da camada HMA pode produzir regiões mais suscetíveis a danos causados pela umidade devido ao acúmulo de água.

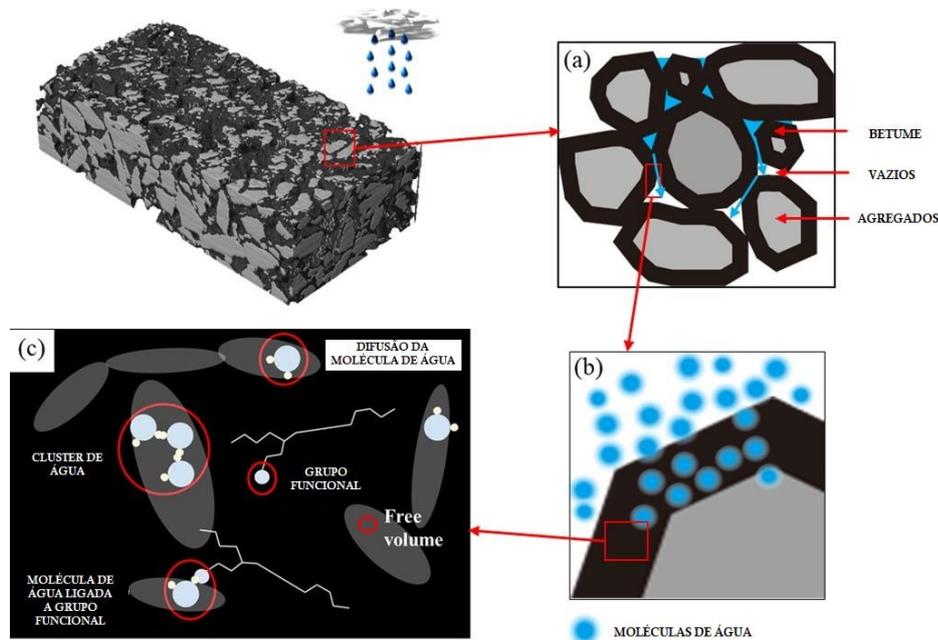
A maioria dos estudos relacionados a suscetibilidade à umidade de misturas asfálticas visa uma medida comparativa de danos por umidade, seja por meio de observações visuais de dados de campo ou testes de laboratório ou por meio de testes mecânicos, que fornecem o denominado parâmetro de índice de danos por umidade (KRINGOS *et al.*, 2008). Das & Siddagangaiah (2022) afirmam que durante o decorrer do envelhecimento, a mistura asfáltica experimenta uma perda de resistência, rigidez e durabilidade à presença de umidade. O crescimento de trincas é contínuo e afeta ainda mais a resistência à umidade, pois esta atinge a face inferior do revestimento e as camadas de suporte. Os autores apontam que é possível analisar o efeito do envelhecimento sobre a mudança no número de ciclos, de fadiga até a falha ou sobre a progressão dos danos (mudança na rigidez, comprimento de trinca etc.) e que foi evidente que a mistura asfáltica mais rígida apresentou uma maior resistência à fadiga em um modo de ensaio de tensão controlada, pois foi evidenciada uma forte associação de resistência à tração indireta (ITS) quanto a energia de fratura (EF) com a vida à fadiga para o envelhecimento a longo prazo, no estado incondicionado, da ordem de 0,90 ($N_f \times ITS$) e 0,79 ($N_f \times EF$), e a associação reduziu com o condicionamento de umidade (3FT), 0,29 ($N_f \times ITS$) e 0,65 ($N_f \times EF$).

Uma pesquisa desenvolvida por Kringos *et al* (2008) em parceria com a Delft University of Technology se afastou de tais medidas comparativas ou empíricas de danos induzidos por umidade e tratou esses danos em uma estrutura abrangente baseada em energia, permitindo previsões realistas e avaliação do tempo do padrão de falha que ocorre em um pavimento asfáltico sob o dado ambiente e carga de tráfego. No estudo os autores identificaram como os principais processos de danos induzidos pela umidade a difusão da umidade no filme de mástique e a erosão da mástique, devido às altas pressões da água causadas pela ação de bombeamento da carga de tráfego.

O envelhecimento oxidativo e os danos causados pela umidade são fatores-chave na degradação do ligante e na deterioração do pavimento asfáltico. Ma *et al* (2021) destacaram que os efeitos do oxigênio e da umidade no ligante são governados por seus processos de transporte e reação. Pesquisas desenvolvidas por Ma *et al.* (2021) forneceram uma visão geral das teorias e conceitos para descrever a cinética, termodinâmica e mecanismos de transporte, reação e os mecanismos de dano por umidade e envelhecimento oxidativo do ligante. O objetivo do estudo foi verificar as possibilidades de estabelecer modelos associados de umidade-oxigênio para serem usados para previsões de desempenho de pavimentos a longo prazo. Segundo os autores o transporte de água/vapor em misturas betuminosas envolve fluxo

convectivo na rede de vazios das misturas e difusão no ligante e agregados conforme indicado na Figura 11.

Figura 11 - Transporte de água em pavimento asfáltico: (a) escoamento convectivo de água; (b) difusão de água no ligante; (c) mecanismos de difusão de água



Fonte: Adaptado de MA *et al.* (2021).

Ma *et al.* (2021) verificaram que o modelo associado de difusão-reação do oxigênio leva em consideração a difusão e a reação do oxigênio simultaneamente, em que foram obtidas magnitudes variadas de coeficiente de difusão de umidade e oxigênio no ligante. Essa diferença foi atribuída à escolha dos modelos de transporte cinético e aos erros sistemáticos dos diferentes métodos de teste. Além disso a estrutura e composição química foram fatores principais na determinação do processo de difusão e reação. Quando a umidade e o oxigênio estão presentes juntos no ligante, sua difusão e comportamento de reação podem ser afetados um pelo outro. Isso se reflete em primeiro lugar em seus efeitos nas propriedades químicas e mecânicas, que por sua vez alteram os processos de difusão e reação.

Os autores destacaram que parâmetros, como viscosidade, solubilidade e morfologia, dependem da microestrutura e das alterações de composição causadas pela difusão e reação do oxigênio e da umidade no ligante. A viscosidade está intimamente relacionada com a microestrutura, a composição química e a resposta mecânica. Portanto, pode atuar como um parâmetro intermediário para conectar o comportamento físico-químico e as propriedades

mecânicas. O desempenho da mistura betuminosa geralmente depende das propriedades do mástique, agregado, interação mástique-agregado e características dos vazios. Logo a cinética associada de dano por umidade e envelhecimento oxidativo pode ser caracterizada pela evolução dos parâmetros físico-químicos e mecânicos do ligante.

Vasconcelos *et al.* (2011) utilizaram a técnica FTIR para investigar o efeito das condições de contorno de umidade do ciclo na difusividade da umidade de três ligantes asfálticos. Cada amostra passou por três ciclos de hidratação e dois ciclos de desidratação. A pesquisa mostrou que houve um aumento na difusividade da umidade, com maiores coeficientes de variação da ordem de 47,3%, 40,6% e 50,3% para os ligantes AAB – ciclo 2, AAD – ciclo 1 e ABD – ciclo 2, respectivamente. Este fato foi atribuído principalmente à mudança na microestrutura do ligante após ser exposto a umidade, que foi investigada por meio de imagens do microscópio de força atômica do ligante antes e depois da exposição à água. A evidência da presença da água retida na forma de vapor mesmo após a desidratação foi observada, e isso também pode ter contribuído para o aumento da difusividade.

Pan *et al.* (2016) investigaram os efeitos da umidade no ligante antes e depois do envelhecimento oxidativo por meio do método de simulação de dinâmica molecular (MD). As simulações foram realizadas a 25 ° C com 0% e 1%, para 10% de inclusão de umidade incrementada em 2,5%, onde foram comparadas alterações de densidade, módulo de massa e viscosidade de cisalhamento do ligante oxidado e não oxidado sob os diferentes teores de umidade adotados.

Os resultados da simulação mostraram que a densidade, o módulo de massa e a viscosidade de cisalhamento zero do ligante oxidado eram maiores do que aqueles do ligante não oxidado antes de qualquer inclusão de umidade. No entanto, após a inclusão da umidade o módulo de massa e a viscosidade de cisalhamento zero do ligante oxidado diminuiu mais rapidamente do que o ligante não oxidado e tornou-se menor que o ligante não oxidado após 5% de inclusão de umidade. As reduções de viscosidade e módulo de massa evidenciadas foram de aproximadamente 49% e 56%, respectivamente, para o ligante oxidado e 26% e 39% para o ligante não oxidado, após a adição da umidade. Esses resultados indicaram que o ligante oxidado é mais suscetível a danos por umidade.

Araújo (2012) simulou e investigou o envelhecimento de diferentes ligantes asfálticos puros, modificados por polímero SBS, terpolímero elastomérico reativo (RET), com a influência da Cal Hidratada e do Ácido Polifosfórico (PPA) no processo degradativo causado

pelo intemperismo. As amostras foram submetidas a testes de envelhecimento simulando o processo de intemperismo com exposição à radiação UV (lâmpadas de arco de xenônio), umidade (chuva e orvalho) e temperatura.

Neste trabalho Araújo (2012) avaliou a degradação das amostras irradiadas, ou seja, suas mudanças químicas e físicas utilizando técnicas como infravermelho, termogravimetria e difração de raios-X, tornando-se capaz de elencar as mais resistentes ao processo degradativo. Verificou-se que os ligantes modificados por cal hidratada, ácido polifosfórico e SBS apresentaram maior resistência à fotodegradação do que o ligante convencional, medida por meio do índice de carbonila, para tempos de envelhecimento na câmara de intemperismo de até 200 horas.

A autora verificou que o ligante modificado (4,5% SBS) apresentou o máximo valor de índice de carbonila a 100 horas de teste, enquanto o convencional a 40 horas, indicando uma durabilidade do ligante modificado por SBS 2,5 vezes maior que a do ligante convencional face ao intemperismo. O ligante modificado com cal hidratada apresentou um pico de máximo índice de carbonila a 200 horas de envelhecimento, indicando uma durabilidade 5 vezes maior comparada ao ligante convencional. Portanto, para as primeiras 150 horas de envelhecimento, o comportamento do ligante modificado por cal hidratada foi superior ao do ligante convencional, bem como a todos os outros ligantes modificados testados.

Quanto ao comportamento reológico, no tocante a modificação do ligante, a adição de SBS ao ligante convencional aumentou o módulo complexo antes do envelhecimento e após 100 horas de exposição em câmara de intemperismo, aumentando a resistência de deformação permanente. A autora constatou que a baixas frequências ou altas temperaturas, o ligante modificado por SBS antes da exposição à radiação solar e após 100 horas de exposição apresentou um módulo complexo mais elevado de $10^3 Pa$ e $10^4 Pa$, respectivamente, do que o convencional ($10^2 Pa$ e 10^3), como esperado.

Para altas frequências ou baixas temperaturas, antes da exposição à radiação solar ambos os ligantes apresentaram a tendência de igualar os módulos ($10^7 Pa$). Isto significa que o ligante virgem modificado por SBS é mais resistente à formação de trilhas de roda que o ligante convencional, mas que ambos têm quase a mesma resistência às trincas térmicas. Entretanto, após exposição de 100 h, para altas frequências, a adição de polímeros ao ligante asfáltico causou um pequeno decréscimo do módulo complexo, apresentando um melhor desempenho relacionado à trincas térmicas e fadiga do que o ligante convencional.

Dantas (2015) propôs avaliar o envelhecimento de um filme fino de ligante asfáltico sob a ação de condições climáticas não controladas, que representam a ação de intemperismo na cidade do Rio de Janeiro, explorando novas técnicas tais como adesão e rigidez por AFM e hidrogênio alfa e carbonos aromáticos por Ressonância Magnética (RMN) e avaliou seu potencial para verificar os efeitos do envelhecimento nas condições deste estudo. A autora concluiu que as técnicas utilizadas foram promissoras na avaliação e no entendimento no comportamento das amostras estudadas, no entanto como se tratam de técnicas novas, os resultados carecem de melhor interpretação, sendo necessários mais estudos em ligantes virgens e envelhecidos, bem como em misturas asfálticas no laboratório e no campo para obtenção de correlação de resultados das técnicas em questão.

Na pesquisa supracitada verificou-se que a intemperização ao ar induz a mecanismos de oxidação por vezes diferentes daqueles da estufa RTFOT, levando a quebra de cadeias ou geração de hidrogênios lábeis. Os autores destacaram que os modificadores imprimiram um ganho de rigidez para o ligante, com alterações nos valores do Módulo Complexo (G^*). Das análises das curvas mestras constatou-se ao final do experimento (RTFOT + 12 meses de intemperismo) um melhor comportamento dos ligantes modificados estudados, pois observou-se que após 6 meses, para toda faixa de frequência, as curvas Módulo Complexo G^* são praticamente coincidentes e após 12 meses as curvas são ainda bem próximas, mas já tendendo a um afastamento, porém com valores de Módulo Complexo G^* maiores que os observados para 6 meses, que para frequências maiores o valor máximo de G^* foi de aproximadamente $1 \times 10^8 \text{ Pa}$.

Observou-se para cada ligante um comportamento diferenciado frente ao envelhecimento, quer seja a curto prazo (RTFOT) ou devido às condições climáticas da cidade do Rio de Janeiro, evidenciando as diferenças nas características reológicas tão conhecidas e divulgadas em literatura.

Segundo Wei *et al.* (2019) os estudos sobre o envelhecimento do ligante ignoram os efeitos das condições ambientais naturais ou consideram apenas os efeitos da água. Diante disso, os autores submeteram o ligante virgem e modificado (SBS) a diferentes meios aquosos e simulações de testes de envelhecimento associados a radiação UV. A combinação de testes de desempenho macroscópico e testes de microestrutura foi usada para analisar as mudanças físicas, reológicas e microestruturais dos ligantes após o envelhecimento do teste em forno de

filme (TFOT) e envelhecimento por UV em diferentes ambientes (UV, UV + Água, UV + Ácido, UV + Sal).

Os resultados do espectro infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) ilustraram que o ligante puro foi oxidado e o SBS degradado sob radiação ultravioleta. Parâmetros reológicos, como módulo complexo (G^*), ângulo de fase (δ) e o fator de afundamento ($G^*/\sin\delta$) em função da temperatura e processos de envelhecimentos também foram avaliados. Os resultados do reômetro de cisalhamento dinâmico (DSR) indicaram que o envelhecimento UV propiciou um aumento de 8% do fator $G^*/\sin\delta$ do ligante virgem e 6% no ligante modificado e conseqüentemente resultou uma melhoria da resistência de deformação permanente a alta temperatura. Além disso, a água agravou o envelhecimento UV do ligante, e a presença de ácido ou sal intensificou ainda mais o envelhecimento ultravioleta, com acréscimo de 8% no fator $G^*/\sin\delta$.

Qian *et al.* (2020) destaca que o pavimento asfáltico é exposto à luz solar e a diferentes ambientes aquáticos durante sua vida útil, e por isso as mudanças ambientais fazem com que o ligante envelheça sob o ambiente mais complexo, como radiações ultravioleta (UV) mais severas, chuva ácida ou condições de sal de degelo, no entanto, segundo os autores o mecanismo de envelhecimento, assim como o impacto da água e da radiação UV associados ainda não estão claros. Nesse sentido os autores avaliaram o impacto da associação de diferentes ambientes aquáticos (sal, ácido) e radiação UV nas propriedades reológicas e microestrutura do material asfáltico.

Para essa simulação amostras previamente envelhecidas a curto prazo (RTFO) foram envelhecidas por radiação UV e em ambientes com inserção da umidade contendo sal e ácido, para simulação da condição UV, chuva ácida ou água salina. As amostras envelhecidas foram submetidas a testes reológicos por meio do Dynamic Shear Rheological (DSR) e Bending Beam Rheological (BBR), análise química por meio do SARA e FTIR.

Os resultados reológicos mostraram que o ângulo de fase diminuiu após várias condições de envelhecimento em até 12,4%, assim como o desempenho da resistência a deformação permanente foi melhorado em aproximadamente 52%, o que indicou que a viscosidade e a elasticidade do ligante após o envelhecimento UV foram diminuídas.

No aspecto do desempenho em baixa temperatura, Qian *et al.* (2020) verificou que o módulo de rigidez foi aumentado em 19,6% e 7,2%, assim como o AI do módulo de rigidez do ligante, para comprimentos de onda de 365 nm e 395 nm, respectivamente. A taxa de fluência

diminui 31,6% (365 nm) e 4,8% (395 nm) com diminuição do índice de envelhecimento da taxa de fluência, o que indica que o envelhecimento resultou na redução da resistência à fissuração a baixa temperatura.

O resultado das propriedades reológicas e do índice de envelhecimento dos grupos funcionais mostrou que condições do ambiente aquático aceleraram o envelhecimento do ligante sob a luz UV, e o sal e ambiente de água ácida aceleraram ainda mais o envelhecimento em comparação com a água destilada. O AI do módulo de rigidez em 365 nm e 395 nm, para UV, UV-água e UV- condição de sal variaram de 1,78 a 1,83 e 1,43 a 1,47 respectivamente, o que indicou que no comprimento de onda mais curto (365 nm) radiação UV teve um efeito mais severo no desempenho do ligante em altas temperaturas.

O estudo também mostrou que os diferentes ambientes aquáticos e radiação UV aceleraram o envelhecimento do ligante, pois o índice coloidal aumentou em 67% para o comprimento de onda maior (UV 395 nm) e 333% para o mais curto (UV 365 nm) após o envelhecimento considerado mais nocivo, o UV + ácido. Assim, os resultados indicaram que a radiação UV de comprimento de onda mais curto tem um efeito mais severo no envelhecimento sob o mesmo nível de radiação UV,

O índice coloidal (I_c) foi utilizado pelos autores para avaliar a mudança da estrutura coloidal do ligante durante o processo de envelhecimento, no qual, o I_c foi definido em função da razão de (asfalteno + saturado) / (aromático + resina). Dessa forma o I_c aumenta quando os teores de aromáticos e de resina diminuem. Além disso foram verificados aumento dos picos de absorção dos grupos carbonila e sulfóxido de 66,5% e 238,5%, respectivamente.

As pesquisas supracitadas evidenciaram a influência da temperatura e radiação UV associadas à umidade no comportamento dos ligantes asfálticos, sendo a umidade fator determinante no envelhecimento, e conseqüentemente na evolução da sua microscopia. No entanto, estas pesquisas de uma maneira geral além de serem escassas limitaram-se apenas aos ligantes, tornando-se necessários estudos mais complexos que retratem essa influência conjunta no comportamento reológico e microestrutural destes, além do comportamento da mistura asfáltica perante o envelhecimento.

Sanchez *et al.* (2020) avaliaram os efeitos combinados de envelhecimento em estufa e umidade nas propriedades viscoelásticas e de fratura de argamassas asfálticas, de uma camada de fricção porosa (PFC). Segundo Rivera *et al.* (2022) essas camadas finas de misturas asfálticas são caracterizadas por terem uma gradação aberta que resulta em altos teores de

vazios de ar que são colocadas sobre pavimentos flexíveis convencionais. Os processos de condicionamento climático do estudo de Sanchez *et al.* (2020) incluíram envelhecimento a curto e longo prazo da argamassa asfáltica solta, e após compactada, os corpos de prova foram submetidos a diferentes ciclos de vapor de umidade seco-úmido-seco. Os resultados mostraram que o envelhecimento afetou o módulo dinâmico da mistura, enquanto a umidade teve um efeito desprezível nesta propriedade. Além disso, os efeitos acoplados do envelhecimento de longo prazo e dos ciclos de umidade reduziram a energia de fratura e outros parâmetros de fratura em relação à condição de envelhecimento de curto prazo no estado seco.

Com o objetivo de simular o envelhecimento e a absorção do ligante durante a produção das misturas asfálticas e a construção da estrutura do pavimento, além do comportamento da mistura após vários anos de serviço os autores submeteram as amostras ao envelhecimento à curto prazo e longo prazo respectivamente. O envelhecimento à curto prazo seguiu o procedimento recomendado pela AASHTO-R-2002 que consistiu em submeter a argamassa asfáltica solta a duas horas à temperatura de compactação em estufa. Para a simulação do envelhecimento a longo prazo os autores seguiram as recomendações do projeto NCHRP-09-54 (Kim *et al.*, 2018), que relataram que os processos de envelhecimento em condições soltas são mais homogêneos e induzem uma maior taxa de oxidação do que quando o envelhecimento é realizado em corpos de prova compactados, conforme especificado pela norma AASHTO-R30.

Nesse sentido, considerando que a vida útil das misturas porosas é tipicamente entre 7 e 12 anos (Yildirim, 2007; Cooley *et al.*, 2009), no estudo supracitado optou-se por submeter a mistura solta ao envelhecimento a longo prazo durante 10 dias em estufa a 95° C. De acordo com Kim *et al.* (2018) este procedimento simula 8 a 10 anos de envelhecimento do ligante no campo em misturas quentes de graduação densa regular. Uma vez que o teor de vazios do PFC é de cerca de 20%, espera-se que sua taxa de oxidação em campo seja visivelmente maior do que a mistura de graduação densa. Assim, esse estudo assumiu que tal procedimento simula adequadamente o estado da mistura após vários anos de serviço em campo (por exemplo, cerca de 8 anos ou menos).

No que diz respeito ao condicionamento a umidade, Sanchez *et al.* (2020) submeteram as misturas compactadas a três ciclos seco-úmido-seco, denominados de C1, C2 e C3 a uma temperatura ambiente controlada de 24°±2C. Um ciclo completo de seco-úmido-seco consistiu em levar uma amostra em uma condição seca de estado estacionário (em um ambiente com RH

$\approx 0-4\%$, condição de controle), para um ambiente de estado estacionário de vapor de alta umidade ($RH \approx 100\%$), e depois novamente para uma condição seca de estado estacionário ($RH \approx 0-4\%$).

Os dois estados de UR foram obtidos após a aplicação do princípio da técnica de equilíbrio de vapor de água usando sílica gel ($RH \approx 0-4\%$) e água destilada ($RH \approx 100\%$) (ASTM E104-02 2012). Os corpos de prova compactados de foram colocados em recipientes plásticos isolados com água destilada ou sílica gel, onde a UR foi controlada e monitorada por meio de um sensor de umidade relativa (Honeywell HIH4602C), onde as amostras não ficaram em contato com a sílica em gel ou a água destilada, em vez disso, foram colocados em cima de grades metálicas ou acrílicas.

De acordo com Rivera *et al.* (2022) embora o PFC melhore questões de segurança e meio ambiente, sua principal dificuldade é sua curta vida útil, e uma prática comum para aumentar a durabilidade do PFC é o uso de ligantes asfálticos modificados (ligante modificado por polímero regular (PMA) ou borracha asfáltica). No entanto, segundo os autores esta abordagem não tem sido suficiente para alcançar tempos de vida próximos ou iguais aos do ligante usinado a quente de granulometria densa. Assim, o uso de ligantes asfálticos altamente modificados por polímeros (HiMA), que são ligantes modificados em doses de polímero próximas de 7 a 8% do peso total do ligante, constitui uma alternativa para superar esse desafio.

Dessa forma os autores avaliaram o desempenho mecânico de quatro misturas de PFC fabricadas com um polímero regular modificado (PMA) e um ligante HiMA, e duas fontes de agregados sob temperaturas intermediárias e várias condições de envelhecimento. Os resultados indicam uma maior resistência à fissuração e degradação para misturas de PFC contendo HiMA e sugerem que o uso deste tipo de ligante asfáltico pode aumentar a vida útil dessas misturas.

Segundo Caro *et al.* (2021) um dos principais problemas em PFCs é o desfiamento e esse processo de dano é potencializado pela presença de umidade e envelhecimento, o que reduz ainda mais a durabilidade geral das misturas. Nesse sentido os autores avaliaram computacionalmente a suscetibilidade ao desfiamento a longo prazo de microestruturas de PFC localizadas no topo de um pavimento flexível convencional e submetidas a diferentes condições de campo. As propriedades lineares viscoelásticas e de fratura da argamassa asfáltica PFC foram obtidas experimentalmente após submeter o material a condições de envelhecimento de longo prazo e múltiplos ciclos de umidade da água, que representam vários anos de serviço. Os resultados mostraram que a suscetibilidade ao desfiamento de um PFC é drasticamente afetada

pelas condições de carregamento (por exemplo, magnitude da carga, frenagem do veículo no pavimento, velocidade do veículo) e pela degradação ambiental e mecânica da argamassa asfáltica quando submetida a condições de serviço.

Sánchez *et al.* (2019) avaliaram os efeitos combinados da umidade e do envelhecimento oxidativo, por meio do condicionamento de rigidez à tração por envelhecimento por saturação (SATS) nas características reológicas da porção da matriz de agregados finos (MAF) de de várias misturas com ligante espumoso (FBMs) em combinação com pavimento asfáltico recuperado (RAP) produzido a 90°C, 120°C e 160°C (misturas mornas e quentes), além de misturas HMA com RAP – sem ligante espumoso.

Os resultados mostraram que todas as misturas finas exibiram um aumento geral nos valores de $|G^*|$ após o protocolo de condicionamento SATS, com as misturas finas Foamed-RAP e HMA-RAP produzidas a 160° C (com maior rigidez inicial) exibindo menor aumento na magnitude de $|G^*|$ que as misturas finas Foamed-RAP produzidas a 90 e 120°C (com menos rigidez inicial que as duas anteriores). Assim, mudanças na temperatura de produção das misturas finas tiveram um efeito significativo em seus efeitos relacionados ao meio ambiente. Este efeito de enrijecimento é atribuído principalmente aos processos de oxidação no ligante. Danos devido à umidade (ou seja, redução nos valores de $|G^*|$ devido à falha adesiva entre os agregados miúdos – interfase betuminosa) não foram observados, o que foi atribuído principalmente à composição volumétrica dos materiais finos (ou seja, altos teores de ligante).

Das & Siddagangaiah (2022) estudaram diferentes parâmetros com base em testes de resistência à tração, com o objetivo de identificar um parâmetro para avaliar a resistência à fissuração de misturas asfálticas expostas tanto ao envelhecimento quanto ao condicionamento por umidade e explorar ainda mais a associação de tais parâmetros com a vida em fadiga. Para tanto, foram selecionadas duas fontes de agregados para a produção de misturas asfálticas a quente, e estas misturas foram submetidas a envelhecimento de curto e longo prazo, três níveis de condicionamento de umidade (ciclos de congelamento e degelo) e testadas em duas temperaturas (15 °C e 25 °C).

Os autores seguiram as recomendações da NCHRP 815 (Signore *et al.*, 2015) para o envelhecimento de curto prazo e longo prazo, onde inicialmente as misturas soltas foram submetidas a um envelhecimento de curto prazo por 2 h ± 5 min em estufa à temperatura de compactação (135 °C para misturas de HMA e 116 °C para misturas de WMA) e para simulação a longo prazo as amostras compactadas foram colocadas em estufa a 85 °C por 120 ± 0,5 h. O

protocolo ASTM D 4867 foi usado para o condicionamento das amostras, onde foram utilizados três níveis de condicionamento de umidade, ou seja, não condicionado (UC), um ciclo de congelamento degelo (1FT) e três ciclos de congelamento degelo (3FT) (ASTM International, 2014). Cada ciclo consistiu em 16 ± 1 h de congelamento ($-18 \pm 3^\circ\text{C}$ em freezer) e 24 ± 1 h de descongelamento (banho de água quente a $60 \pm 1^\circ\text{C}$).

Os resultados dos estudos de Das & Siddagangaiah (2022) mostraram que o condicionamento de umidade aumentou a variabilidade dos diferentes parâmetros, onde a resistência à tração indireta, a energia de fratura e a densidade de trabalho de fratura capturaram adequadamente o efeito da umidade na resistência à fissuração das misturas. Os autores concluíram que tanto a resistência à tração indireta (ITS) quanto a energia de fratura (EF) influenciam significativamente a vida em fadiga de misturas asfálticas, onde o efeito negativo da umidade na resistência à fissuração da mistura foi constatado em função da redução destes parâmetros, da ordem de 20% e 60%, a depender do condicionamento à umidade. Este comportamento também foi evidenciado por meio dos modelos de predição com R^2 da vida em fadiga, com variação de 0,39 a 0,84.

A associação de ITS e EF com a vida em fadiga foi medida usando o coeficiente de correlação de Pearson, e foi evidenciada uma associação com a vida à fadiga para o envelhecimento a longo prazo, no estado incondicionado, da ordem de 0,90 (Nf x ITS) e 0,79 (Nf x EF), e a associação reduziu com o condicionamento de umidade (3FT), 0,29 (Nf x ITS) e 0,65 (Nf x EF). A análise estatística por meio do teste ANOVA mostrou que a resistência à tração, densidade de trabalho de fratura e energia de fratura foram significativamente influenciadas pelas diferentes condições de envelhecimento e umidade avaliadas, pois foram obtidos p valores para ambas as variáveis da ordem de 10^{-8} e 10^{-5} , inferiores ao nível de significância adotado.

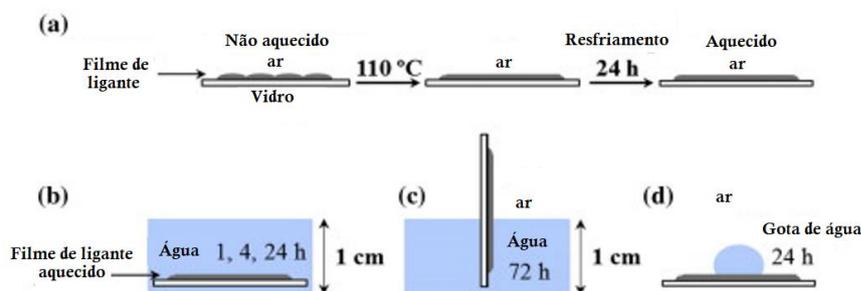
2.2.1.4 Influência da Umidade na Microestrutura de Ligantes Asfálticos

A umidade é um parâmetro determinante no processo de envelhecimento de ligantes asfálticos, portanto, tem uma grande influência no seu comportamento. Dessa forma torna-se imprescindível o entendimento da evolução da microscopia desses ligantes quando submetidos a umidade para uma melhor compreensão do seu comportamento reológico.

Estudos investigaram o efeito da umidade sobre a microestrutura de ligantes asfálticos, onde as amostras foram completamente imersas em água ou armazenados a 100% de umidade, sem expô-las a outros agentes atmosféricos (SANTOS *et al.*, 2014; HUNG *et al.*, 2017). Santos *et al.* (2014) analisaram filmes de ligantes que foram preparados em lâminas de microscópio de vidro e estudados usando microscopia de força atômica (AFM) no modo de toque.

Na pesquisa de Santos *et al.* (2014) os filmes de ligantes foram dispostos em uma lâmina de vidro, onde foram aquecidas à $110 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ por 18 a 20 minutos e em seguida resfriados ao ar, conforme mostrado na Figura 12(a). O aquecimento resultou em superfícies lisas e brilhantes e a espessura final do filme foi de 350 – 400 μm , calculada assumindo densidade do ligante igual a 1 g/cm^3 . Os filmes foram condicionados à temperatura ambiente por 24 h antes de qualquer medição ou procedimentos adicionais, em seguida foram expostos a água. Para as medidas de exposição à água, estes foram submetidos a diferentes condições experimentais, onde foram totalmente imersos em água a 23°C durante 1h, 4h ou 24h, parcialmente imersos por 72h ou uma gota de água foi colocada no filme por 24h (Figura 12 (b), (c) e (d)).

Figura 12 – Preparação de filme de ligante e exposição à água

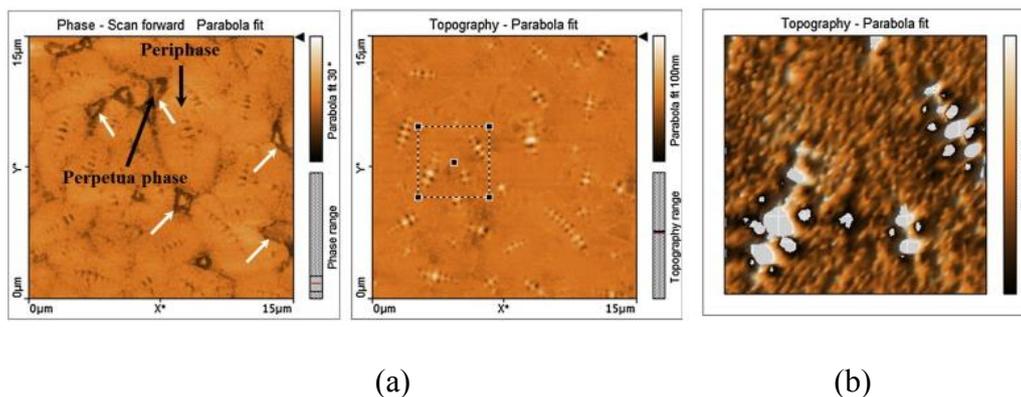


Fonte: Adaptado de SANTOS *et al.* (2014).

Os filmes de ligantes submetidos a diferentes condições experimentais sofreram deformações em resposta às forças exercidas pela presença de água. Como resultado, novas características topográficas foram observadas nas superfícies do filme do ligante, e as microestruturas foram fortemente afetadas. Observou-se que após o aquecimento e o resfriamento, microestruturas elípticas apareceram na superfície do filme do ligante. Essas microestruturas tinham tamanhos e orientações diferentes e, dependendo do tipo de ligante, cobriam ou não toda a superfície do filme. Nos casos em que a superfície não foi totalmente recoberta, observou-se tanto a perifase (microestrutura elíptica), quanto a fase perpétua (matriz

ao redor da perifase), e no centro do cristalito, a denominada microestrutura "abelha" foi encontrada (Figura 13). Ambas as microestruturas obtidas continham materiais com diferentes propriedades mecânicas da superfície circundante.

Figura 13 – (a) Imagens de fase e topografia da superfície do ligante submerso em água a 23° C por 4 h seguido de secagem ao ar por 2 dias. (b) Topografia da área selecionada em (a) com imagem apresentada em “3D”.



Fonte: Adaptado de SANTOS *et al.* (2014).

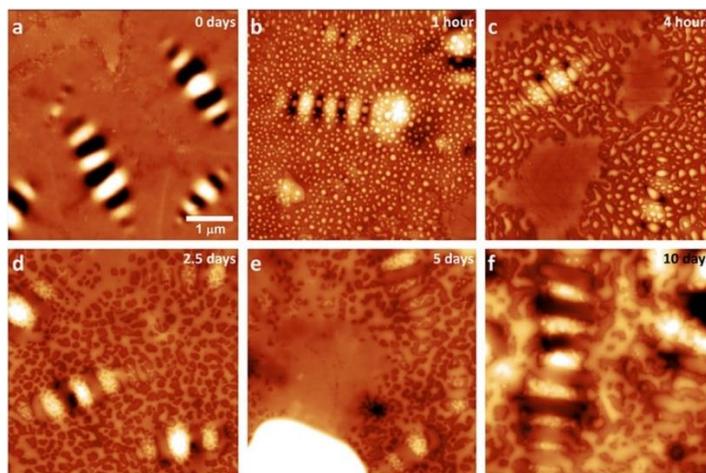
O aumento do tempo de exposição à água ou a maior deformação resultou no espalhamento do material. Este fato de acordo com os autores evidenciou que a tensão, a flexão e a pressão como resultado da exposição à água resultaram na rachadura dos pontos mais fracos da estrutura da superfície. A partir desses resultados, concluiu-se que os vales da microestrutura "abelha" e as interfaces entre a perifase e a fase perpétua foram os pontos mais fracos na microestrutura da superfície do ligante e, portanto, foram os primeiros a sofrer trincamentos.

Durante o envelhecimento oxidativo, mudanças em número e tamanho das características de imagem relacionadas a asfaltenos e resinas podem ser vistas por meio do AFM, onde micelas de asfaltenos podem ser detectadas em imagens topográficas e de fase, que gradualmente se conectam entre si durante o processo de envelhecimento (REBELO *et al.*, 2014; GAMARRA E OSSA, 2018).

Hung *et al.* (2017) investigaram os efeitos da exposição à água em temperatura elevada ou duração prolongada no ligante asfáltico. Imagens de microscopia de força atômica (AFM) de amostras de ligante expostas à água à temperatura ambiente mostraram "nano saliências" aparecendo em estruturas denominadas de "abelha" características na superfície do ligante (Figura 14) e análises por meio do FTIR mostrou um enriquecimento de compostos polares na superfície devido à exposição à água. Em temperatura elevada debaixo d'água, o produto químico e a evolução estrutural se acelerou e novas características apareceram na superfície do

ligante, denominadas de “perifase (microestruturas elípticas) aquosa” que foram semelhantes, mas independentes das estruturas originais de "abelha".

Figura 14 - Imagens AFM de amostras de ligantes antes e após a imersão em água à temperatura ambiente (22 °C) por uma hora a 10 dias

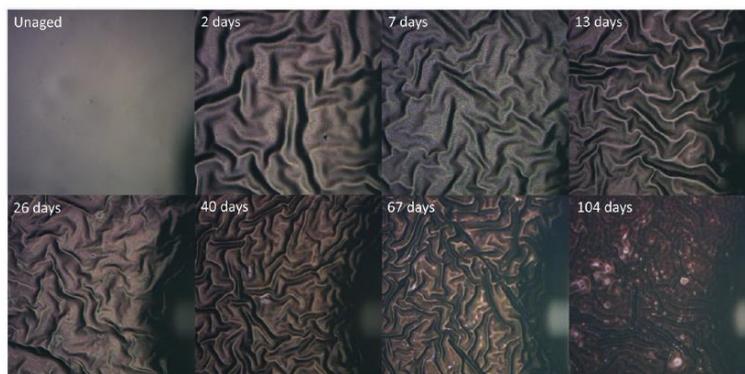


Fonte: Adaptado de HUNG *et al.* (2017).

Menapace & Masad (2016; 2017) avaliaram a evolução da microscopia de ligantes asfálticos em ambiente de envelhecimento (radiação UV, calor e oxigênio), sem a presença da umidade. Em um estudo posterior Menapace & Masad (2018) fizeram as mesmas análises, mas considerando o envelhecimento (radiação UV, calor e oxigênio) associados à umidade, onde as amostras foram envelhecidas em um dispositivo QUV (Accelerated Weathering Téster) da Q-Lab Corporation, West-lake, Ohio, Estados Unidos). Este dispositivo simula os efeitos da luz solar usando lâmpadas UV fluorescentes especiais, além de simular o orvalho e chuva com condensação de umidade e/ou spray de água.

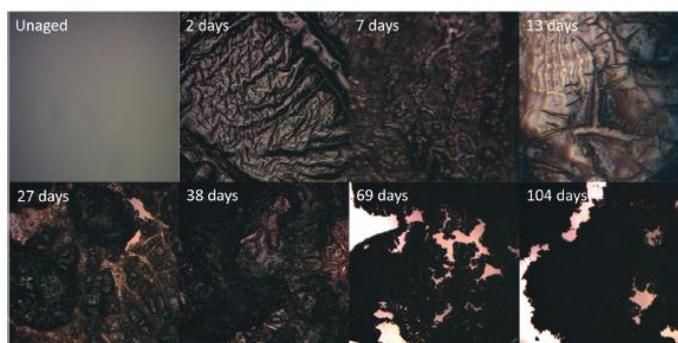
Nos estudos de Menapace & Masad (2018) parâmetros de envelhecimento foram escolhidos para simular condições do pavimento no Qatar, onde foi feita uma conversão da intensidade da radiação do local. Os autores constataram que os efeitos combinados da radiação UV e umidade causaram a solubilização de parte do ligante, enquanto a outra parte apresentou rachaduras e descontinuidades. Nas Figuras 15 e 16 pode ser verificado como as superfícies dos ligantes se degradam durante o envelhecimento no simulador de intemperismo acelerado. Todas as amostras de ligante seguiram o mesmo processo de degradação na presença de radiação UV, oxigênio, calor e umidade.

Figura 15 - Fotos ópticas da superfície do ligante PG76-22 não envelhecido e envelhecido por diferentes tempos no simulador de intemperismo acelerado na presença de luz ultravioleta, calor, oxigênio e sem umidade



Fonte: Adaptado de MENAPACE & MASAD (2016).

Figura 16 - Fotos ópticas do ligante PG76-22 não envelhecido e envelhecido por diferentes tempos no simulador de intemperismo acelerado na presença de luz ultravioleta, calor, oxigênio e umidade



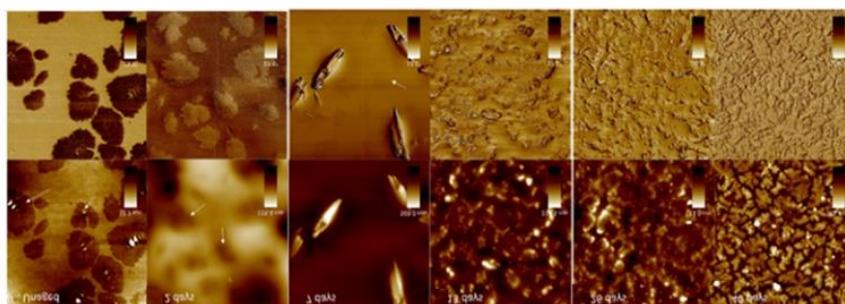
Fonte: Adaptado de MENAPACE & MASAD (2018).

Nos estágios iniciais do envelhecimento (2 a 7 dias), as superfícies dos ligantes ficaram onduladas, como foi também observado em estudos prévios em que o protocolo envolvia radiação UV, oxigênio e calor, mas sem umidade (MENAPACE e MASAD, 2016; 2017). Após 13 dias de envelhecimento, a superfície do ligante começou a apresentar rachaduras. A presença de umidade causou a solubilização de parte do ligante e o descolamento de parte da amostra principal, tornando a parte restante mais frágil e propensa a rachaduras. No entanto, nenhuma rachadura foi observada em ligantes que foram envelhecidos sem a presença de umidade. Isso indica que a degradação sofrida na presença de umidade foi mais severa do que aquela sofrida pelos mesmos ligantes em um protocolo semelhante sem umidade.

Nesses estudos (Menapace e Masad, 2016; 2017; 2018) analisaram a evolução da microscopia dos ligantes asfálticos por meio da microscopia de força atômica. A análise das

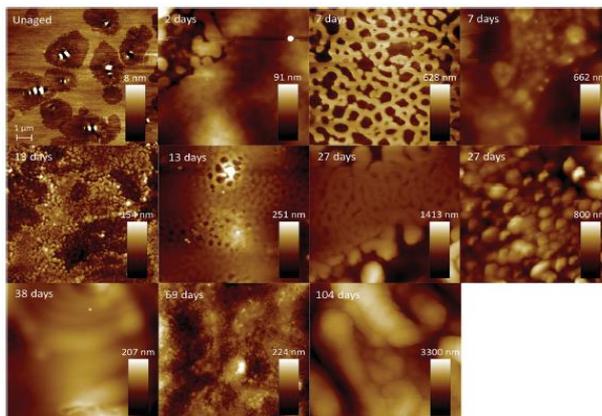
imagens captadas mostrou diferenças significativas na microestrutura dos ligantes envelhecidos na presença de umidade versus aqueles envelhecidos sem umidade (Figuras 17 e 18).

Figura 17 - Imagens topográficas com tamanho de varredura de 10 µm da superfície do ligante PG76-22 não envelhecido e envelhecido por diferentes tempos no simulador de intemperismo acelerado na presença de luz ultravioleta, calor, oxigênio e sem umidade



Fonte: Adaptado de MENAPACE & MASAD (2016).

Figura 18 - Imagens topográficas com tamanho de varredura de 10 µm da superfície do ligante PG76-22 não envelhecido e envelhecido por diferentes tempos no simulador de intemperismo acelerado na presença de luz ultravioleta, calor, oxigênio e umidade



Fonte: Adaptado de MENAPACE & MASAD (2018).

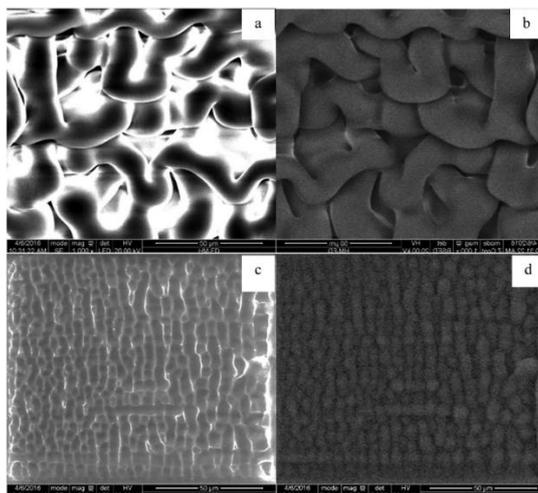
No protocolo de envelhecimento sem umidade, os ligantes geralmente seguiram uma evolução similar. Nos estágios iniciais estruturas denominadas “abelhas” começaram a derreter, diminuíram de tamanho e desapareceram, enquanto hastes e esferas se formaram e se projetaram na superfície. Essas estruturas se reorganizaram durante o envelhecimento e a microestrutura final tendeu a ser a denominada “flor ou folha”(Figura 17).

A evolução da microestrutura na presença de umidade não seguiu uma tendência clara com o tempo de envelhecimento e não foi consistente para todos os ligantes. Três tipos de

microestrutura foram observados com o envelhecimento: áreas relativamente planas com rachaduras, estruturas interligadas com diferentes padrões ou buracos e, finalmente, nanosolavancos. As estruturas semelhantes a abelhas não foram observadas em nenhuma das superfícies envelhecidas.

Mikhailenko *et al.* (2016) investigou ligantes submetidos ao envelhecimento e verificou por meio da microscopia eletrônica de varredura que uma rede típica de fibrilas pode ser observada em relação à microestrutura do ligante. Uma evolução revelada na microestrutura da fibrila com o processo de envelhecimento demonstra a relação entre a microestrutura da fibrila e as propriedades do ligante, onde à medida que o ligante é gradualmente oxidado, as fibrilas são mais numerosas, organizadas e densamente compactadas (Figura 19).

Figura 19 - Imagens de microscopia de varredura do ligante virgem e oxidado



Fonte: Adaptado de MIKHAILENKO *et al.* (2016).

Apesar de alguns estudos promissores sobre a aplicação microscopia na observação da morfologia do ligante sob o efeito do envelhecimento e entrada de umidade, o mecanismo das características das imagens morfológicas não é claro e a relação quantitativa entre os parâmetros da imagem e as propriedades do ligante não foi estabelecida. Dessa forma, o conhecimento limitado sobre a correlação entre morfologia e envelhecimento e dano por umidade requer mais pesquisas para procedimentos de teste padrão e métodos de avaliação.

2.3 Considerações Finais

Ao longo deste capítulo, mostrou-se que o aumento da rigidez em ligantes e misturas asfálticas é inerente às propriedades oxidativas proporcionadas pelos processos de envelhecimento. Nos últimos anos, a literatura tem focado em análises de ligantes submetidos à agentes intempéricos, considerando diferentes procedimentos de envelhecimento.

O processo de envelhecimento é um fenômeno complexo e intrínseco, pois promove alterações de natureza física e química em ligantes, que estão diretamente associadas a mecanismos de ruína da camada asfáltica. Dada a influência da radiação UV nas reações de degradação sobre o envelhecimento termo oxidativo fazem-se necessários estudos mais detalhados acerca da sua influência associada à umidade nas propriedades desses ligantes.

O envelhecimento térmico-oxidativo do ligante é amplamente estudado sob a orientação das normas vigentes em investigações laboratoriais, entretanto o envelhecimento foto-oxidativo não é padronizado e a umidade raramente é considerada, de modo que condições de ensaio de laboratório ideais, que correspondam ao nível real de envelhecimento do revestimento asfáltico provocado pela radiação, ainda estão sob investigação. Dessa forma, ainda há necessidade de estudos mais abrangentes considerando uma ação conjunta desses agentes (calor, oxigênio, radiação ultravioleta e umidade) no comportamento físico e reológico e dos ligantes, bem como do comportamento mecânico de misturas asfálticas.

Os ensaios reológicos são reconhecidos na literatura por possuir um arcabouço para correlacionar o comportamento das misturas e as propriedades dos ligantes com os principais danos do pavimento como a deformação permanente e a fadiga. O comportamento de degradação do ligante e da mistura asfáltica motivaram seu estudo perante combinações de processos de envelhecimento adotadas.

A partir do que foi apresentado, esta pesquisa teve o intuito de contribuir com a literatura sobre a análise química e reológica do ligante asfáltico puro frente ao envelhecimento térmico, oxidativo e foto-oxidativo, assim como será investigado o comportamento mecânico das misturas, para análise de correlações dessas propriedades.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

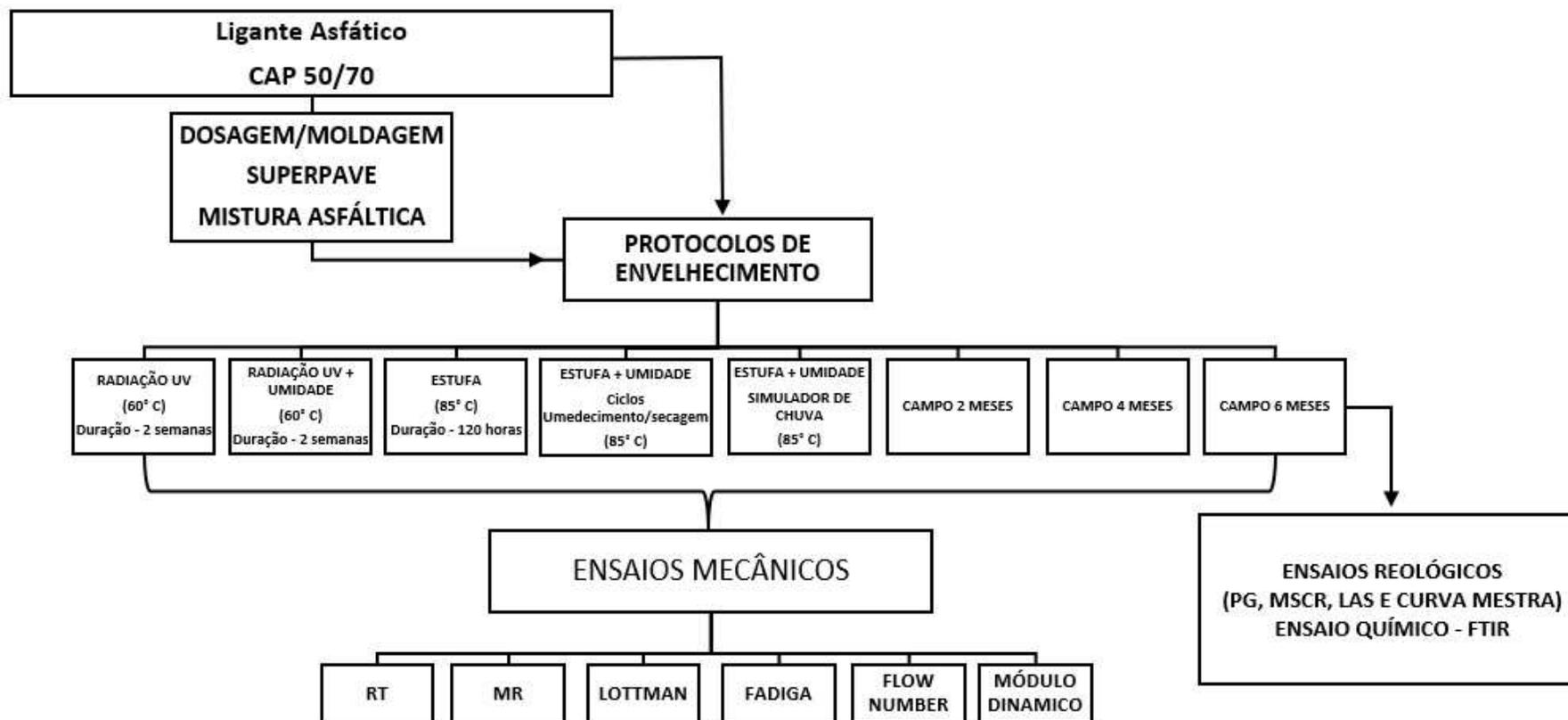
Neste capítulo são descritos os materiais utilizados neste estudo bem como os procedimentos realizados durante a fase experimental da pesquisa e especificações para a obtenção das propriedades químicas, físicas, reológicas e mecânicas dos constituintes da mistura asfáltica.

Os métodos de ensaios foram realizados em conformidade com órgãos reguladores Nacionais e Internacionais: da ASTM (American Society for Testing Materials), da Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT), do Departamento Nacional de Infraestrutura de Transportes (DNIT) e da American Association of State Highway and Transportation Officials (AASHTO).

3.1 Programa Experimental

O Fluxograma da Figura 20 apresenta as etapas experimentais executadas na pesquisa, no que se refere ao ligantes utilizado e mistura asfáltica, tipos de envelhecimento e ensaios de avaliação.

Figura 20 - Sequência de atividades desenvolvida na pesquisa.



O desenvolvimento experimental deste estudo contemplou a análise de amostras do ligante asfáltico CAP 50/70 nas condições virgens e envelhecidas, além de amostras das respectivas misturas.

As propriedades reológicas e mecânicas das amostras foram avaliadas em função do processo de envelhecimento oxidativo e foto-oxidativo, com e sem a presença da umidade. Além disso foi utilizada a técnica de Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR) como ferramentas para acompanhar as diferenças nas mudanças químicas após o envelhecimento das amostras de ligantes asfálticos.

3.2 Materiais

3.2.1 Ligantes Asfálticos

Nesta pesquisa foi utilizada uma amostra de ligante convencional classificado como CAP 50/70. A escolha deste tipo de ligante foi estabelecida pelo fato deste possuir corriqueira utilização no Brasil, especialmente Região Nordeste. O CAP 50/70 foi cedido pela Construtora Gurgel Soares LTDA localizada na cidade de Natal- RN, e foi utilizado na pavimentação asfáltica no acesso a Cachoeira dos Guedes, na cidade Guarabira –PB.

A Tabela 2 apresenta os resultados dos ensaios empíricos de caracterização física e reológica do ligante asfáltico CAP 50/70 antes e após o envelhecimento a curto prazo (RTFO) e as respectivas normas utilizadas. Os resultados obtidos se enquadram dentro dos limites especificados por norma.

A verificação de parâmetros reológicos dos ligantes asfáltico foi realizada em um reômetro de cisalhamento dinâmico (DSR) da série *Discovery Hybrid Rheometer* (DHR-1) no Laboratório de Engenharia de Pavimentos (LEP) da Universidade Federal de Campina Grande (UFCG), por meio dos ensaios de PG (Grau de Desempenho), MSCR (Fluência e recuperação sob tensões múltiplas), Curva Mestre e LAS (Varredura de amplitude linear).

Os ensaios de ponto de amolecimento, viscosidade rotacional e performance grade (PG) foram realizados com amostras do ligante asfáltico virgem e envelhecidas pelo procedimento de envelhecimento à curto prazo com a estufa de filme fino rotativa (*Rolling Thin Oven Test*). Os ensaios de viscosidade rotacional foram realizados utilizando um viscosímetro rotacional tipo Brookfield. É importante salientar que o ensaio de penetração foi realizado apenas no

ligante virgem e envelhecido a curto prazo (RTFO), devido a quantidade de amostra necessária para realização do ensaio. Nos protocolos a longo prazo foram envelhecidos filmes de ligante asfáltico com espessuras de aproximadamente 0,40 mm, tornando-se inviável efetuar o ensaio de penetração nas amostras envelhecidas, pois necessitaria de quantidades superiores.

Tabela 2 – Especificação física e reológica dos ligantes asfálticos antes e após RTFO

Ensaio Antes RTFO			
Resultados			
	CAP 50/70	Limites	Normas
Penetração 0.1 mm (100g, 5s a 25°C)	54	50 a 70	ASTM D5/D5M: 2020
Varição de massa do ligante (%)	0.0414	≤ 0.5	
Índice de suscetibilidade térmica (TSI)	-0.64	-1.5 a +0.7	
Ponto de Amolecimento (°C)	51.5	-	ASTM D36/D36M – 14: 2020
Viscosidade Rotacional (cP)	135 °C	405.68	≥274
	150°C	201.70	≥112
	177 °C	74.15	57 a 285
Temperatura máxima de PG (°C)	64		ASTM D6373: 2021
Ensaio Após RTFO			
			ASTM D2872: 2019
Penetração 0.1 mm (100g, 5s a 25°C)	35.8	-	ASTM D5/D5M: 2020
Ponto de Amolecimento (°C)	53.75	-	ASTM D36/D36M – 14: 2020
Aumento do Ponto de Amolecimento (°C)	2.25	≤8	
Penetração Retida (%)	66.05	≥55	
Viscosidade Rotacional (cP)	135 °C	600.42	-
	150°C	270.11	-
	177 °C	94.38	-
Temperatura máxima de PG (°C)	64	-	ASTM D6373: 2021
MSCR	Jnr a 0.1 kPa	3.8	-
	Jnr a 3.2 kPa	4.03	-
	Percentual de recuperação a 0.1 kPa	0.64	-
	Percentual de recuperação a 3.2 kPa	0.31	-

O ponto de amolecimento e a penetração do ligante possuem uma relação inversamente proporcionais, pois quando o ligante apresenta elevação do ponto de amolecimento consequentemente deve apresentar menor penetração da agulha padrão. Dessa maneira são classificados como ensaios que medem a consistência dos ligantes asfálticos. A partir dos resultados desses ensaios, foi calculado o índice de suscetibilidade térmica (ISC) (Equação 1). Esse parâmetro indica a sensibilidade da consistência dos ligantes asfálticos à variação de temperatura.

$$ISC = \frac{(500)(\log PEN) + (20)(T^{\circ}C) - 1951}{120 - (50)(\log PEN) + (T^{\circ}C)} \quad \text{Equação (1)}$$

Onde:

- $T^{\circ}C$ = Ponto de amolecimento;
- PEN = Penetração a $25^{\circ}C$, 100 g, 5 s.

Por meio da relação percentual entre os resultados de penetração das amostras envelhecidas e virgens, foi calculada a penetração retida (PEN_{retida}), de acordo com a Equação (2). Esse parâmetro reflete a sensibilidade do material ao envelhecimento.

$$PEN_{\text{retida}}(\%) = \frac{PEN_{\text{pós RTFO}}}{PEN_{\text{antes RTFO}}} \times 100 \quad \text{Equação (2)}$$

Onde:

- $PEN_{\text{pós RTFO}}$ = Valor de penetração após o procedimento RTFO;
- $PEN_{\text{antes RTFO}}$ = Valor de penetração antes do procedimento RTFO.

Outro parâmetro que indica a suscetibilidade do ligante asfáltico ao envelhecimento é a variação no ponto de amolecimento, que consiste na diferença entre o ponto de amolecimento da amostra envelhecida e o ponto de amolecimento da amostra virgem.

Por meio da Tabela 2 verificou-se que o ligante asfáltico (CAP 50/70) envelhecido à curto prazo (RTFO) apresentou uma redução nos valores de penetração e um aumento no ponto de amolecimento de $2,25^{\circ}C$ quando comparado ao ligante virgem, indicando que envelhecimento proporcionou uma maior rigidez ao ligante. A realização de testes t de Student mostrou que os resultados de penetração apresentaram diferenças estatisticamente significativas, pois o valor de p obtido ($1,5 \times 10^{-7}$) foi inferior a significância (5%). Observa-se também que o ligante submetido ao envelhecimento RTFO apresentou uma

penetração retida de 66,05 %, mostrando sua sensibilidade aos efeitos do envelhecimento. Os resultados apontam que a amostra apresentou uma suscetibilidade ao envelhecimento RTFO dentro dos limites especificados.

Como o envelhecimento pode provocar mudanças significativas no comportamento reológico dos ligantes, estes foram submetidos a diferentes protocolos de envelhecimento, onde foram previamente envelhecidos à curto prazo com a estufa de filme fino rotativa (Rolling Thin Oven Test) e em seguinte envelhecidos à longo prazo pelos diferentes protocolos de envelhecimento propostos na pesquisa para uma posterior análise reológica. O teste t de amostra pareada, procedimento estatístico utilizado para determinar se a diferença média entre dois conjuntos de observações é zero, também foi utilizado para avaliar os resultados obtidos para as amostras dos ligantes asfálticos envelhecidos. Aplicações comuns do teste t da amostra pareada incluem estudos de caso-controle ou desenhos de medidas repetidas.

3.2.2 Agregados Naturais

Os agregados graúdos utilizados para compor as misturas asfálticas foram as britas graníticas de diâmetros nominais máximos 19 mm e 9,5 mm. Os agregados miúdos utilizados nesse estudo foram o pó de pedra, também de natureza granítica, e a areia. A cal hidratada dolomítica foi usada como filer. Os agregados graúdos e o pó de pedra foram cedidos pela empresa Britatec Indústria e Comércio de Britas LTDA, localizada no Sítio Serrotão, BR-230, cidade de Campina Grande, enquanto a areia o filer foram adquiridos no comércio local do mesmo município. As amostras foram selecionadas de acordo com a faixa escolhida (Faixa C do DNIT).

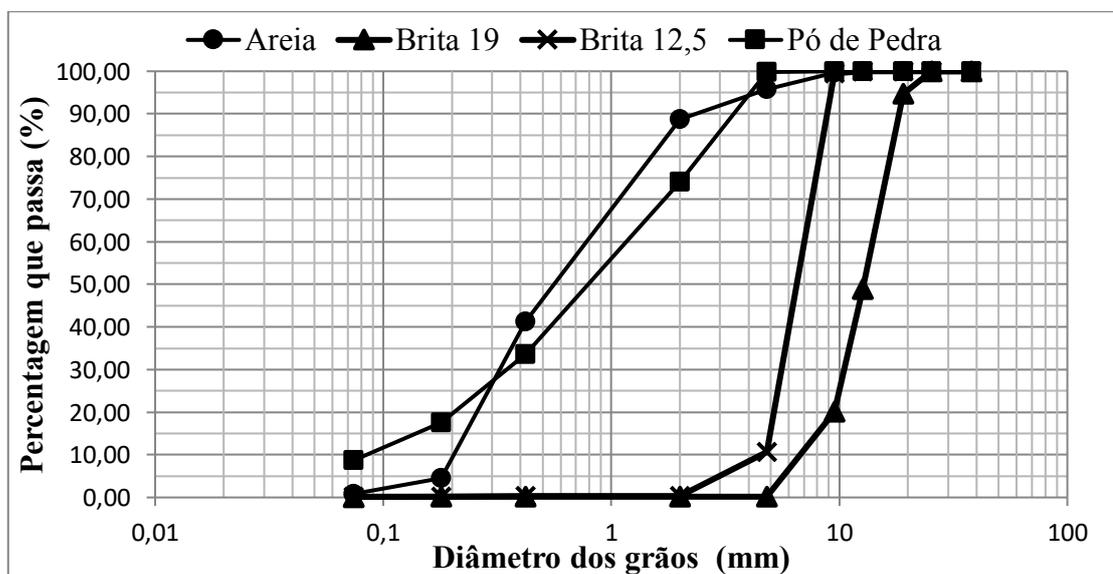
A caracterização dos agregados naturais foi realizada por meio dos procedimentos de massa específica, absorção, índice de forma, equivalente areia, abrasão Los Angeles, análise granulométrica, partículas alongadas e achatadas, partículas fraturadas e angularidade. Na Tabela 3 são apresentados os resultados desses procedimentos e suas respectivas normas.

Tabela 3- Resultados dos ensaios de caracterização dos agregados naturais

Ensaio	Norma	Especificação	Resultados			
			Brita 19 mm	Brita 9.5 mm	Pó de pedra	Areia
Massa específica real (g/cm ³)	ASTM C127:2015	-	2.669	2.675	2.518	2.624
Massa específica aparente (g/cm ³)	ASTM C127:2015	-	2.643	2.627	2.478	2.583
Absorção (%)	ASTM C127:2015	≤2	0.36	0.68	0.63	0.65
Índice de Forma	ASTM D4791:2019	≥0.5	0.881	0.656	-	-
Equivalente Areia (%)	ASTM D2419:2014	≥55	-	-	76.65	75.40
Abrasão “Los Angeles” (%)	ASTM C131:2020	≤55	27.70	33.40	-	-
Partículas alongadas e achatadas (%)	ASTM D4791:2019	≤10	8.44	8.74	-	-
Partículas fraturadas (%)	ASTM D5821-13:2017	≥90	99.82	99.87	-	-
Angularidade (%)	ASTM C1252:2017	≥45	-	-	45.68	54.42

Todos os parâmetros analisados se encontraram dentro dos limites apresentados na coluna especificação da Tabela 3. Quanto à distribuição granulométrica dos grãos apresentadas na Figura 21, os agregados graúdos e a areia apresentam graduação uniforme, enquanto o pó de pedra possui graduação densa.

Figura 21 - Curvas granulométricas dos agregados naturais



3.3 Métodos Experimentais

3.3.1 Protocolos de Envelhecimento dos Ligantes Asfálticos

Nesta pesquisa as amostras de ligantes foram submetidas a processos de envelhecimentos distintos, considerando diversas variáveis, como calor, oxigênio, radiação UV e umidade, com a finalidade de se obter uma melhor correlação entre os ensaios de envelhecimento em laboratório com o desempenho dos ligantes asfálticos em campo. As técnicas de envelhecimento em laboratório e de forma natural adotadas estão descritas a seguir e a Tabela 4 mostra a combinação dessas técnicas:

- ✓ envelhecimento a curto prazo – RTFO (Rolling Thin Film Oven);
- ✓ envelhecimento em estufa convencional sem exposição à radiação ultravioleta, sem umidade e com inserção da umidade adotando-se duas formas distintas, por umedecimento/secagem e utilizando um simulador de chuva (SC);
- ✓ envelhecimento por radiação ultravioleta, por meio de um simulador solar, associados e não associados à umidade;
- ✓ e por fim o envelhecimento natural, onde as amostras foram envelhecidas em campo por um período de 2 meses, 4 meses e 6 meses.

Tabela 4 - Combinação de técnicas de envelhecimento para ligantes

Combinação de técnicas de envelhecimento
RTFO
RTFO + RADIAÇÃO UV _{laboratório}
RTFO + RADIAÇÃO UV _{laboratório} + UMIDADE
RTFO + ESTUFA CONVENCIONAL
RTFO + ESTUFA CONVENCIONAL + UMIDADE _{CICLOS}
RTFO + ESTUFA CONVENCIONAL + UMIDADE _{SC}
RTFO+CAMPO _{2 MESES}
RTFO+CAMPO _{4 MESES}
RTFO+CAMPO _{6 MESES}

A seguir estão detalhadas informações e procedimentos adotados para as técnicas de envelhecimento supracitadas.

3.3.1.1 Protocolo 1 - Envelhecimento a Curto Prazo – RTFO

Na degradação das misturas asfálticas ocasionada pelo processo de usinagem, transporte e compactação há uma quebra de ligações e volatilização de alguns componentes do ligante asfáltico, dessa forma torna-se importante avaliar o ligante antes e após a simulação de envelhecimento por oxidação e evaporação a curto prazo que foi realizada com a utilização do RTFO (Figura 22).

Figura 22 - Equipamento RTFO do Laboratório de Engenharia de Pavimentos (LEP/UFPG)



Este procedimento é o mais utilizado para simular e quantificar o efeito do calor e ar sobre uma película em movimento de materiais asfálticos semissólidos durante o processo de usinagem, tendo especificações brasileiras, europeias e americanas. A execução dos ensaios seguiu as indicações preconizadas pela ASTM D 2872-04 e foi realizado para todos os ligantes.

A realização da simulação do envelhecimento dos ligantes dura 85 minutos, sob a temperatura de 165 °C, onde amostras de 35 gramas já aquecidas ficam em rotação e submetidas a aplicação de jatos de ar a cada 3 ou 4 segundos, conforme a norma preconiza. Os efeitos do envelhecimento são avaliados com base nas alterações das propriedades (viscosidade, ductilidade, penetração e ponto de amolecimento) medidas antes e após o procedimento e pela porcentagem de massa antes e após o processo.

3.3.1.2 Protocolo 2/ Protocolo 3 - Envelhecimento por Radiação UV/ Radiação UV associada a Umidade

A simulação de envelhecimento por radiação UV ainda não possui normativas técnicas, dessa forma, os procedimentos adotados nesta pesquisa foram baseados nos encontrados na literatura (ZENG *et al.*, 2015; CRAVO, 2016; MENAPACE & MASAD, 2016, 2017, 2018; NASCIMENTO e FAXINA, 2017; Ma *et al.*, 2021), pelos quais se expõe um filme asfáltico à radiação UV, na tentativa de simular a espessura do filme de ligante asfáltico que recobre o agregado mineral.

As amostras de ligante foram submetidas ao envelhecimento foto oxidativo por meio de um acelerador de intemperismo da Comexin (C-UV) no Laboratório de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Campina Grande (Figura 23).

Figura 23 – Câmara de intemperismo do Laboratório de Engenharia de Materiais (UFCG)



O C-UV é um equipamento de simulação da força de destruição da natureza, predizendo a durabilidade relativa dos materiais expostos às intempéries, rompendo com os métodos tradicionais de avaliação. Os efeitos destruidores da luz solar são simulados por um conjunto

de 8 fontes de radiação UVB, reproduzindo os efeitos fotoquímicos responsáveis pela degradação dos ligantes sujeitos as intempéries. O sistema é composto por 2 compartimentos com quatro fontes de radiação cada, de forma a manter uma radiação média constante, o que evita picos e baixas radiações. Um rígido controle das fontes de radiação evita a irradiação abaixo de 280 nm por trata-se de energia não natural.

A chuva e a neblina (orvalho) são simuladas por um processo de condensação com água, saturada de oxigênio autogerado pelo sistema, oferecendo maior realismo e autocontrole. O reservatório de água é aquecido produzindo vapor de forma a manter a câmara com uma umidade 100% e uma temperatura controlada, a água condensada sobre os corpos de prova saturada pelo oxigênio torna-se muito agressiva.

A degradação sob radiação UV é acelerada pelo aumento da temperatura e o mesmo comportamento ocorre no ciclo de condensação. Da mesma forma que ocorre na natureza os ciclos de radiação UV e condensação são independentes. A temperatura de exposição é automaticamente controlada de acordo com programas estabelecidos para ciclos UV/condensação. Em poucos dias ou semanas o C-UV pode produzir a degradação que ocorreria em meses ou anos, obtendo-se assim resultados realísticos com o equipamento.

As lâmpadas UV empregadas no acelerador de intemperismo foram do modelo UVB Broadband TL 40W/12 RS SLV/25 da marca Phillips. Segundo o fabricante as lâmpadas UVB Broadband TL emitem radiação na largura de banda do espectro UV (290 a 315 nm), ou seja, são capazes de reproduzir o espectro da luz solar nos comprimentos de onda entre 290 e 315 nm. O espectro eletromagnético varia em uma faixa bastante ampla e inclui, entre outros, a radiação conhecida como óptica, na qual se encontra a radiação ultravioleta, com comprimentos de onda entre, aproximadamente, 200 e 400 nm, a luz visível, com comprimentos de onda entre, aproximadamente, 400 e 700 nm, e o infravermelho, com comprimentos de onda acima de 700 nm.

O espectro de luz irradiado pelas lâmpadas cobre, portanto, as faixas correspondentes à parte do UVB empregado para promover o envelhecimento das amostras e corresponde ao nível máximo possível para o comprimento de onda de 315 nm (maior pico). Como a potência de cada lâmpada UV é de 4,1 W e a área da câmara, a intensidade de radiação UV foi estimada em cerca de 55 W/m². Tal nível empregado corresponde à irradiância total aplicada sobre as amostras e representa o somatório em cada comprimento de onda do espectro aplicado pelas lâmpadas durante o tempo do experimento. Esse nível de radiação bem como a temperatura

utilizada na câmara corrobora com os estudos de Xu *et al.* (2022), que utilizaram parâmetros semelhantes.

Sabe-se que diversos fatores influenciam a incidência da radiação UV e que tais fatores variam de região para região conforme a hora do dia, as estações do ano, a latitude geográfica, a altitude, entre outros (Okuno e Vilela, 2005), sendo de difícil mensuração. Dessa forma a faixa de comprimentos de onda foram utilizados a fim de reproduzir condições severas, capazes de acelerar o processo de envelhecimento das amostras, porém sem o intuito de reproduzir o nível de irradiação de um local específico. Entretanto a câmara possui sensores para o controle da temperatura, e estas foram utilizadas visando reproduzir as altas temperaturas em regiões de clima quente.

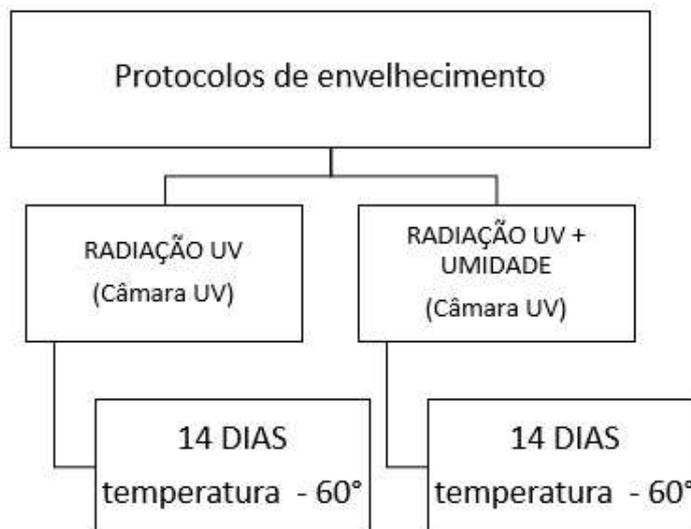
Nesta pesquisa as amostras de ligantes foram envelhecidas com uma temperatura na câmara 60°C e tempo de exposição de duas semanas, pois esta foi a temperatura máxima que câmara UV atingiu. Tais parâmetros corroboram com os propostos por Yin *et al.* (2017) na investigação do envelhecimento de misturas asfálticas, que verificaram por meio de um protocolo para simulação de envelhecimento em campo que o envelhecimento de misturas asfálticas em estufa por duas semanas à 60 °C (ou três dias à 85°C) e cinco dias à 85°C equivale respectivamente a aproximadamente 7 – 12 meses em serviço em climas quentes e 12 – 23 meses em serviço em climas frios. Torna-se importante salientar que com a radiação os níveis de envelhecimento podem ser intensificados, dessa forma optou-se nesta pesquisa por uma duração de duas semanas para uma melhor comparação com o protocolo estufa (14 dias à 60°C).

De acordo com o método do DNIT ME 193-96 para se obter a espessura do filme asfáltico, multiplica-se 30 gramas de ligante asfáltico pela sua densidade e divide-se o produto pela área da bandeja. Nessa pesquisa as amostras de ligante foram confeccionadas baseadas na metodologia de Nascimento e Faxina (2017), onde espessura do filme asfáltico utilizada foi de aproximadamente 0,40 mm. Fixada a espessura do ligante e em função da sua densidade e da área da bandeja em que o este foi espalhado determinou-se a quantidade de ligante necessária. A espessura utilizada corrobora com os estudos realizados por Santos *et al.* (2014) que usaram um filme asfáltico com espessura compreendida entre 0,35 e 0,40 mm.

A execução dos ensaios de envelhecimento por radiação UV foi realizada para os ligantes previamente envelhecidos no RTFO, compreendendo as seguintes combinações de técnicas de envelhecimento: RTFO + RADIAÇÃO UV e RTFO + RADIAÇÃO UV +

UMIDADE. O Fluxograma da Figura 24 mostra as etapas que serão adotadas para cada protocolo de envelhecimento.

Figura 24 – Protocolos de envelhecimento do ligante com radiação UV



Algumas condições estabelecidas também foram baseadas nos estudos de Menapace & Masad (2018):

- amostras submetidas a dois ciclos alternados para simular dia e noite, o ciclo UV e o ciclo escuro, com e sem a interferência da umidade.
- envelhecimento realizado em tempos pré determinados (diferentes durações), em que a exposição aos raios ultravioleta e a exposição à umidade compreenderá tempos distintos em relação ao tempo total.
- a temperatura das amostras é semelhante à da câmara. A água condensada nas amostras absorve parte do calor gerado devido à exposição do ligante para a radiação UV.
- para análise da incorporação da umidade, a água foi adicionada em um tanque ligado a um tubo, conectado a câmara de intemperismo ao C-UV.
- níveis de irradiação escolhidos de forma que possam reproduzir condições severas, capazes de acelerar o processo de envelhecimento das amostras, porém sem o intuito de reproduzir o nível de irradiação de um local específico.
- temperatura empregadas correspondentes a condições extremas, e não a média das condições anuais. Sabe-se que diversos fatores influenciam a incidência da radiação UV e que tais fatores variam de região para região conforme a hora do dia, as estações

do ano, a latitude geográfica, a altitude, entre outros. Tais temperaturas visam reproduzir as altas temperaturas, respectivamente, na superfície do pavimento e do ar em uma região de clima tropical.

Os parâmetros dos protocolos de envelhecimento estão indicados na Tabela 5 (Radiação UV) e Tabela 6 (Radiação UV e umidade).

Tabela 5 – Parâmetros dos protocolos de envelhecimento UV sem umidade

Ciclos	Duração (h)	Radiação UV	Adição da Umidade	Temperatura da câmara (°C)
1	8	sim	não	60
2	4	não	não	60

Tabela 6 – Parâmetros dos protocolos de envelhecimento UV com umidade

Ciclos	Duração (h)	Radiação UV	Adição da Umidade	Temperatura da câmara (°C)
1	8	sim	sim	60
2	4	não	sim	60

A Figura 25 mostra os ligantes envelhecidos previamente no RTFO e dispostos nas bandejas para serem submetidos ao na câmara UV. As Figuras 26 e 27 mostram os ligantes envelhecidos em intervalos de dias específicos durante o envelhecimento por foto oxidação e foto oxidação aliada a umidade. Comparado com o envelhecimento térmico-oxidativo, o envelhecimento por radiação UV ou UV associada a umidade resulta em uma morfologia de superfície totalmente diferente do ligante, promovendo a obtenção de uma superfície muito áspera e seca, além de um aspecto visual de cor pálida, observações também levantadas por Xu *et al.* (2022).

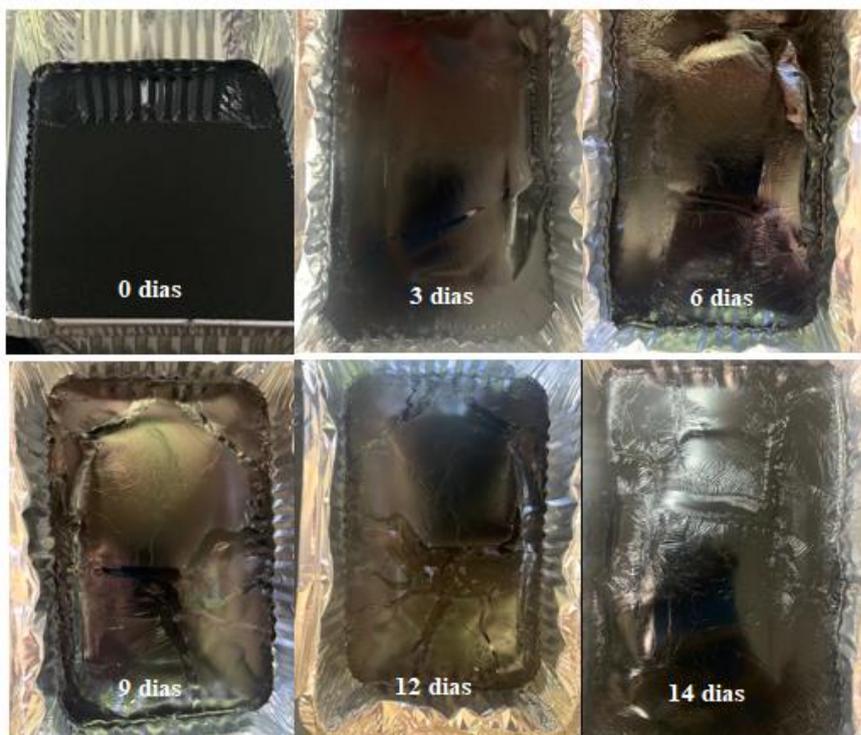
Figura 25 – Amostras de ligantes envelhecidos no RTFO e dispostos em bandejas para o envelhecimento foto oxidativo



Figura 26 – Amostras de ligantes envelhecidos por radiação UV



Figura 27- Amostras de ligantes envelhecidos por radiação UV e umidade



As temperaturas da câmara e das amostras, bem como a umidade da câmara foram monitoradas durante o período do envelhecimento e estão dispostos nas Figuras 28, 29 e 30 a seguir.

Figura 28 – Medições de temperatura durante o envelhecimento UV

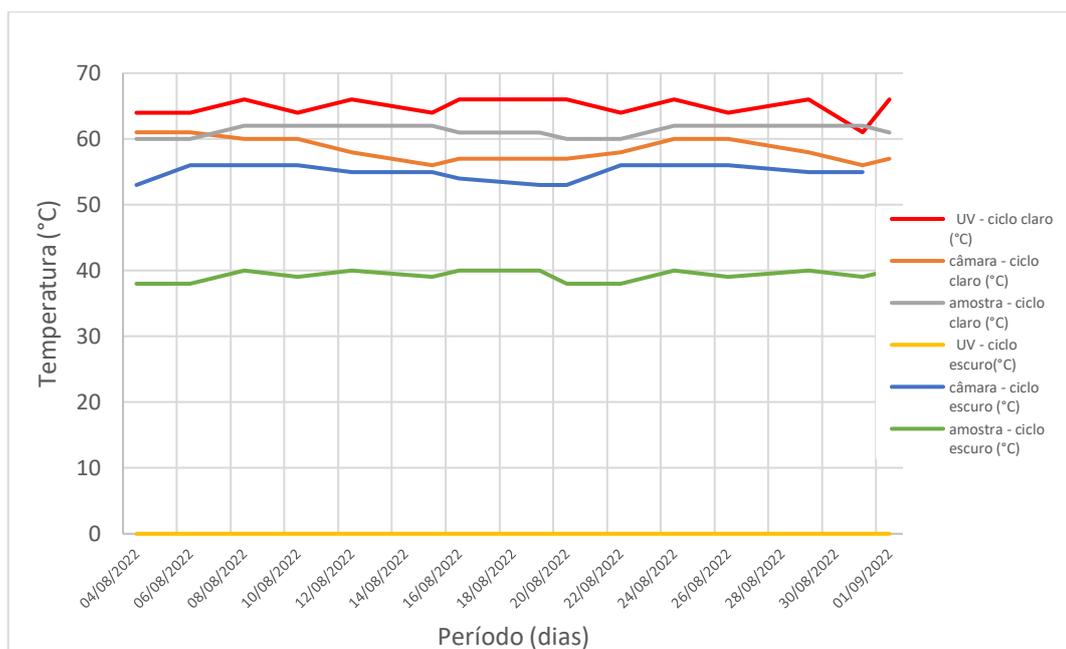


Figura 29- Medições de temperatura durante o envelhecimento UV associado à umidade

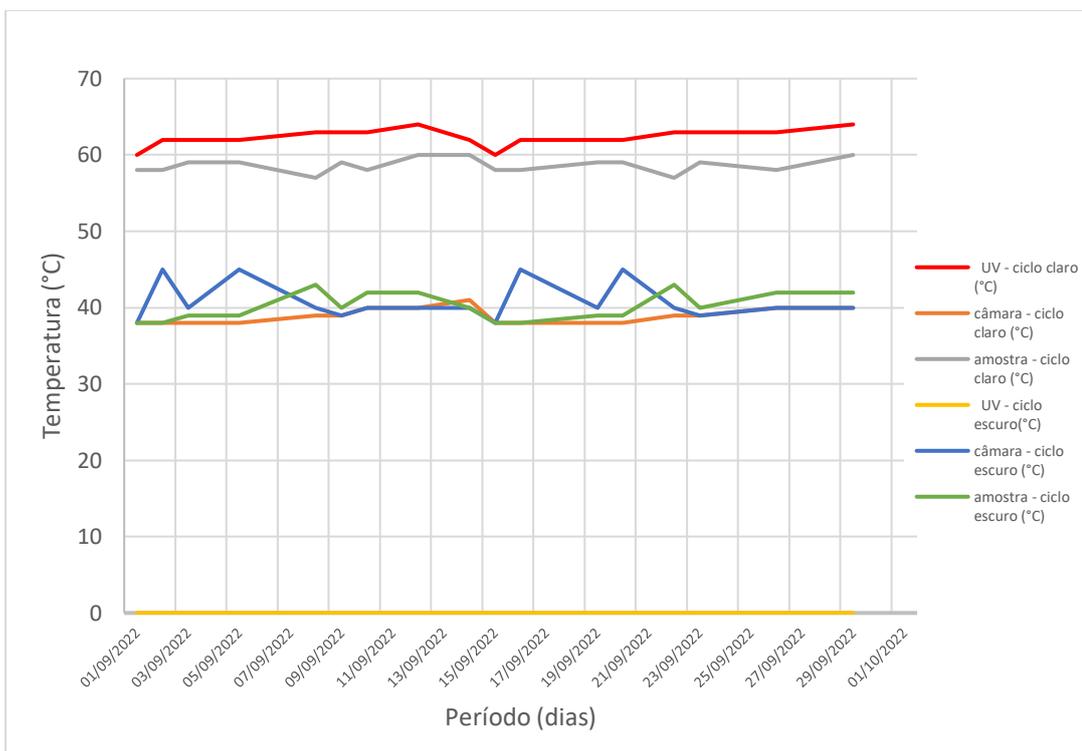
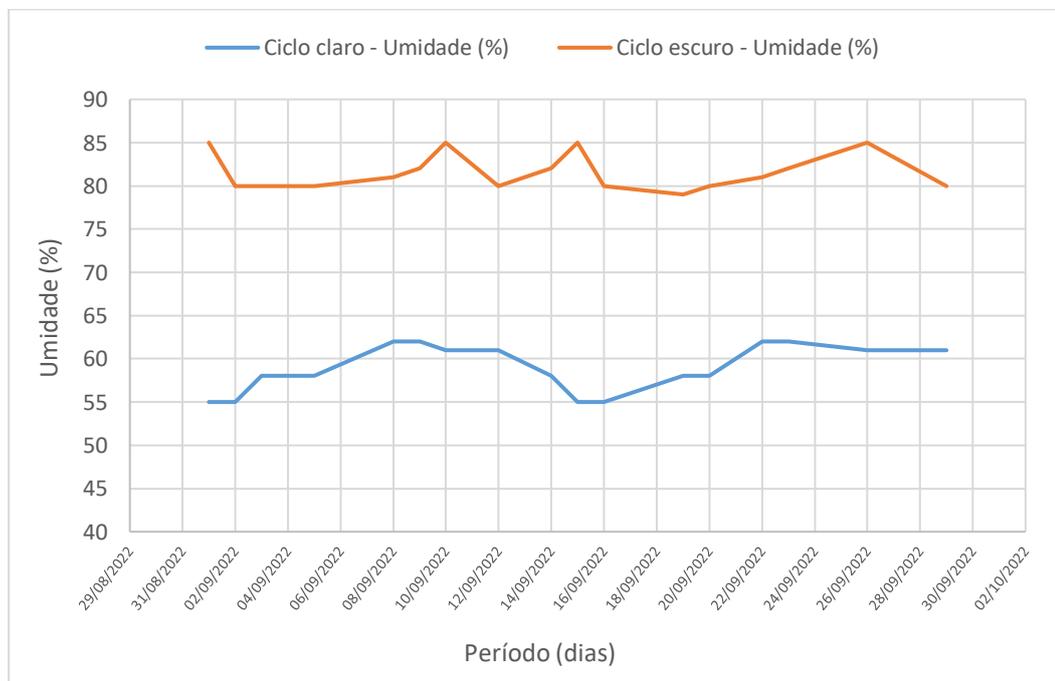


Figura 30 - Medições de umidade durante o envelhecimento UV associado a umidade



Por meio da Figuras 28 e 29 verifica-se que no protocolo UV - ciclo claro, as temperaturas da câmara e amostras são semelhantes, atingindo temperaturas próximas às programadas, em torno de 60°C. No ciclo escuro as amostras atingiram temperaturas inferiores, em função das lâmpadas estarem desligadas e conseqüentemente a câmara atingir temperaturas menores. No protocolo UV + umidade percebe-se o mesmo comportamento, onde as temperaturas atingidas foram maiores no ciclo claro. No que diz respeito umidade, observa-se por meio da Figura 30 que estas atingiram valores próximos a 100% no ciclo escuro e no ciclo claro a umidade atingida foi em média 55%, em função da temperatura da lâmpada UV.

3.3.1.3 Protocolo 4 - Envelhecimento em estufa convencional

Como ocorrem diferenças significativas no ligante perante os processos de envelhecimento por radiação UV e térmico, nesta pesquisa foi adotada a metodologia proposta por Cravo (2016) para que sejam verificadas tais diferenças em relação ao comportamento desses ligantes. Bocci e Cern (2000) citam que diferenças podem ser evidenciadas mediante os dois tipos de envelhecimentos supracitados.

Para se identificar os efeitos do envelhecimento térmico e fotoquímico separadamente, as amostras de ligantes foram previamente envelhecidas no RTFO e colocadas em uma estufa por um período de 5 dias a uma temperatura de 85°C, porém sem a exposição à radiação ultravioleta (RTFO + ESTUFA CONVENCIONAL). A estufa utilizada permite uma circulação de ar forçada que auxilia na degradação do ligante. A escolha da temperatura de 85°C e o tempo de duração do protocolo foi ainda fundamentada nos estudos de envelhecimento em misturas asfálticas propostos por Yin *et al.* (2017), para efeito comparativo.

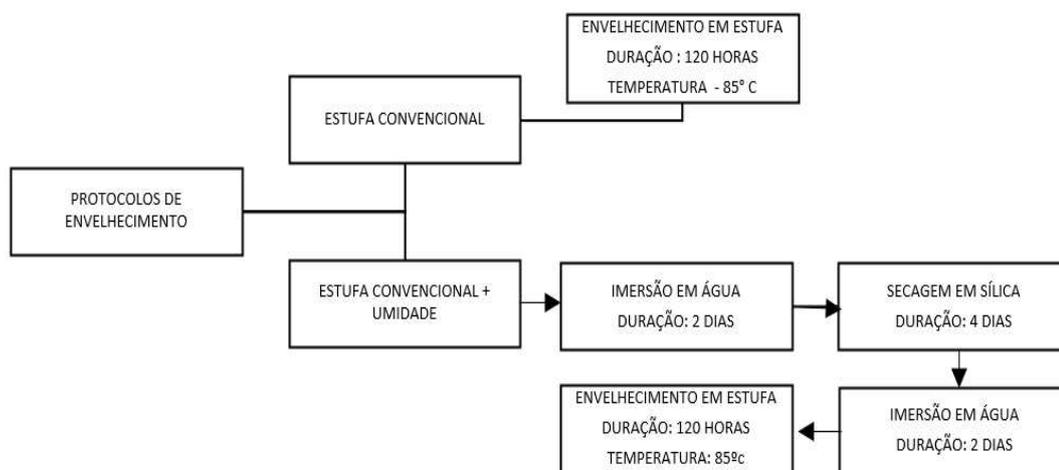
3.3.1.4 Protocolo 5 - Envelhecimento em estufa convencional associada a umidade – Ciclos de umedecimento e secagem

Na literatura metodologias que retratem protocolos de umedecimento e secagem para avaliação da umidade em ligantes asfálticos são limitadas ou mesmo inexistentes. Dessa forma nesta pesquisa foi proposta uma metodologia e os procedimentos adotados foram baseadas na

metodologia proposta por Santos *et al* (2014) e em estudos que utilizaram outros equipamentos para simulação da umidade (Menapace & Masad, 2018).

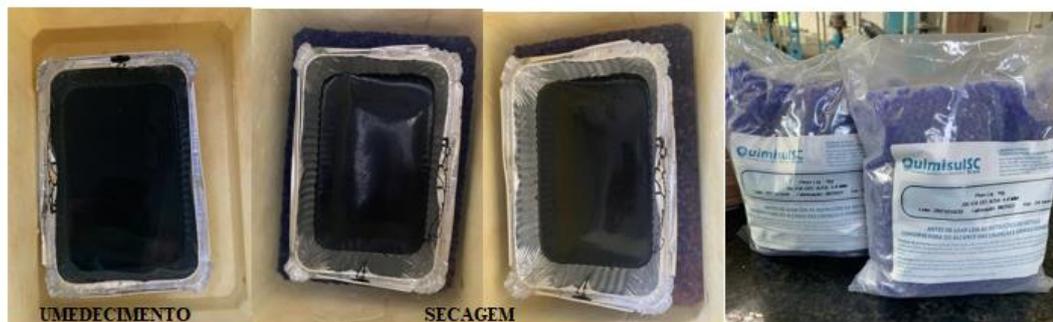
Os tempos de duração para o ciclo de umedecimento e secagem e as temperaturas adotadas para a análise da influência da umidade das amostras de ligantes para o Protocolo 4, estão dispostos no Fluxograma da Figura 31, assim como as etapas que foram adotadas para cada protocolo de envelhecimento em estufa estão apresentados na Figura 32.

Figura 31 - Protocolos de envelhecimento dos ligantes sem e com a interferência da umidade



A secagem por meio da sílica em gel foi baseada nos estudos de Sanchez *et al.* (2020) e foi utilizada a sílica em gel na cor azul, por ser mais fácil a identificação da secagem da amostra, pois quando a sílica absorve a umidade ela muda de coloração à medida que a amostra perde umidade, ficando na coloração rosa, permitindo uma melhor identificação da secagem do ligante. As amostras foram dispostas numa bandeja metálica com uma espessura de 0,4 mm e foram submetidas a períodos de imersão e posterior secagem. A temperatura adotada na estufa convencional foi a mesma utilizada no protocolo de envelhecimento em estufa sem umidade para efeito comparativo, já que variáveis como temperatura, tempo de exposição aos ciclos, tempo de imersão, tempo de secagem, tipo de secagem podem influenciar na resposta do ensaio.

Figura 32- Amostras de ligantes submetidas a umedecimento por meio de água destilada e secagem por meio de sílica em gel.



3.3.1.5 Protocolo 6 - Envelhecimento em estufa convencional associada a umidade – Simulador de chuva

Países tropicais como o Brasil, apresentam ocorrências de chuvas intensas e de curta duração muito frequentes. De acordo com a AESA – Agência executiva de gestão das águas, o registro de chuvas ocasionada na região de Campina Grande-PB nos últimos oito anos foi em média de 500 mm/ano. Para este protocolo as amostras foram submetidas a pluviosidade por meio de um simulador de chuva do Laboratório de Hidráulica da UFCG (Figura 33).

O simulador foi calibrado em uma vazão de 8 l/min, considerando a média de chuva dos últimos oito anos e para um tempo de retorno de 12 meses. Esse tempo de retorno foi adotado em função dos demais protocolos de envelhecimento, onde o período médio de 12 meses foi mais representativo para países de climas mais quentes.

Figura 33- Simulador de Chuva



Dessa forma as amostras foram submetidas a umidade (chuva) durante cinco horas, este tempo é correspondente a intensidade de chuva (mm/h) detectada no simulador em função da vazão e do tempo retorno adotados. Em seguida as amostras foram submetidas a uma temperatura de 85°C numa estufa convencional durante cinco dias. A Figura 34 mostra as amostras distribuídas no simulador de chuva.

Figura 34 - Amostras de ligantes submetidas a umidade por meio do simulador de chuva



3.3.1.6 Protocolo 7 - Envelhecimento em campo – 2 meses, 4 meses e 6 meses

As amostras de ligantes também foram submetidas ao envelhecimento de forma natural, ao ar livre, onde foram expostas às intempéries (radiação, temperatura, umidade, etc) durante dois, quatro e seis meses. Estudos relacionados (Tong *et al.*, 2014; Li *et al.*, 2023) mostraram que os primeiros quatro meses é o período em que os pavimentos asfálticos são mais suscetíveis à deterioração.

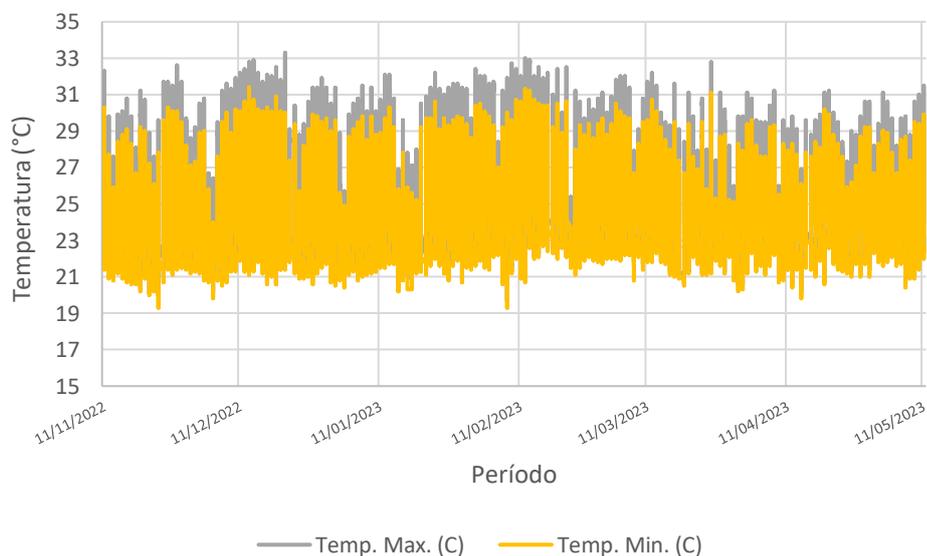
Essas análises foram realizadas com objetivo de estabelecer um comparativo da exposição ao intemperismo em laboratório com a exposição real em ambiente natural para verificar se terão respostas equivalentes aos protocolos laboratoriais ou mesmo se serão possíveis a obtenção dessas respostas. A Figura 35 mostra as amostras de ligantes submetidas às intempéries.

Figura 35- Amostras de ligantes submetidos as intempéries e a aparência destes após o envelhecimento.



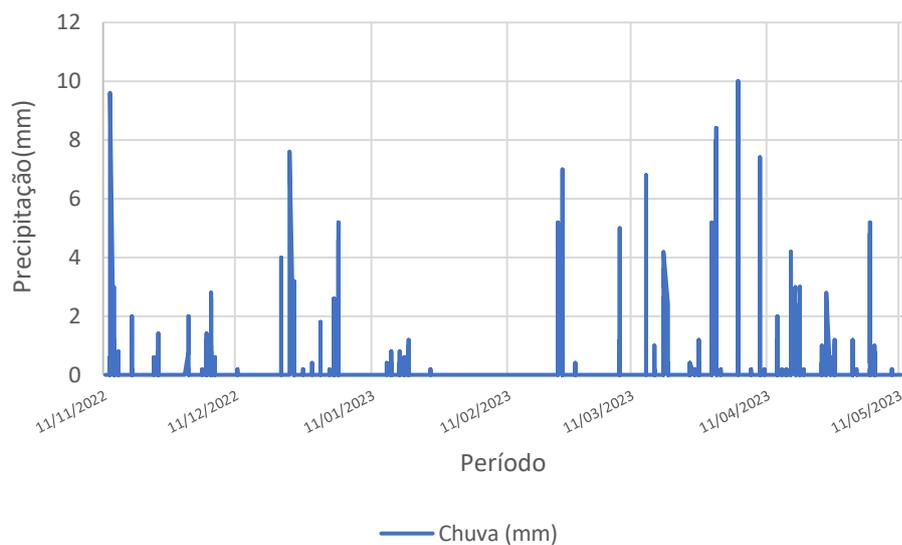
Os dados relacionados a variação de temperatura, pluviometria, umidade e radiação foram obtidos por meio do INMET (Instituto Nacional de Meteorologia) e estão dispostos nas Figuras 36, 37, 38 e 39.

Figura 36- Temperaturas de máxima e mínima que os ligantes foram submetidos no período de exposição ao envelhecimento em campo



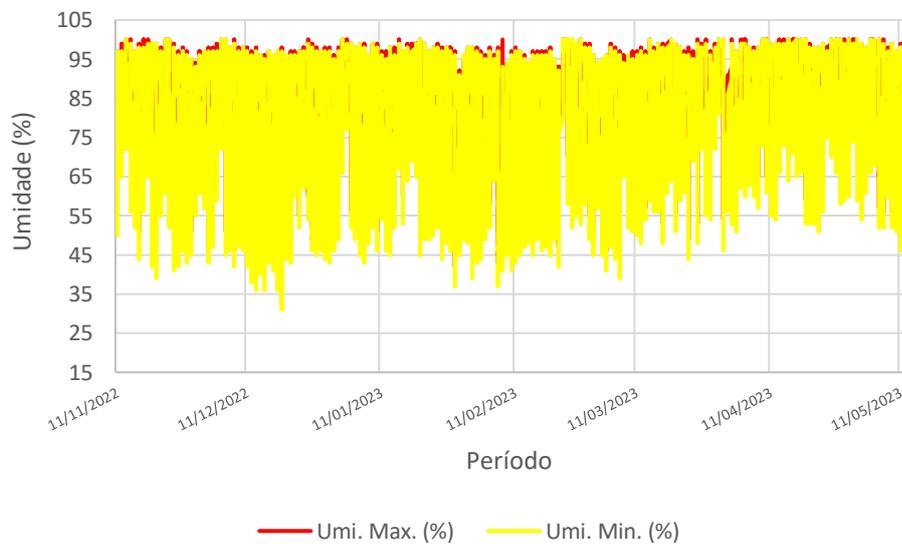
Fonte: INMET (2023).

Figura 37- Dados pluviométricos do período de exposição ao envelhecimento em campo



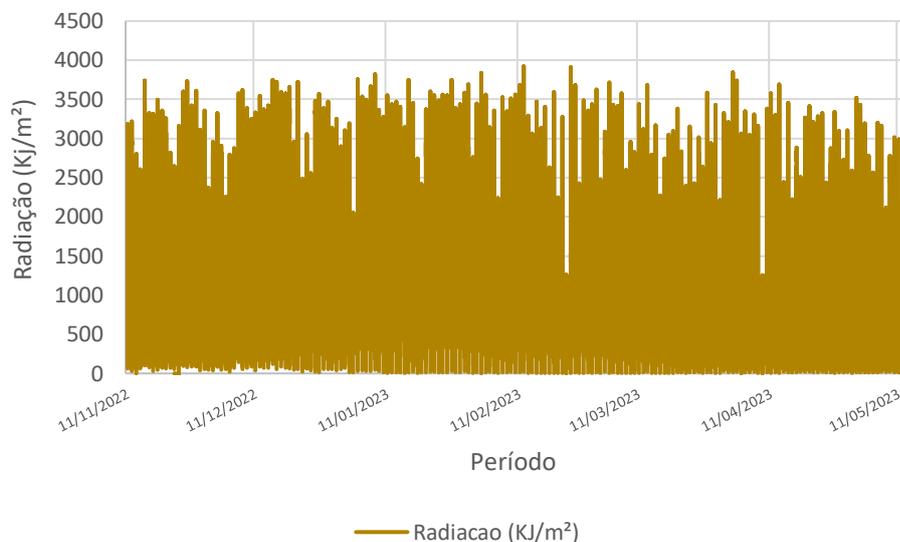
Fonte: INMET (2023).

Figura 38- Umidade máxima e mínima que os ligantes foram submetidos no período de exposição ao envelhecimento em campo



Fonte: INMET (2023).

Figura 39- Temperaturas de máxima e mínima que os ligantes foram submetidos no período de exposição ao envelhecimento em campo



Fonte: INMET (2023).

Nesta pesquisa foram adotados períodos de envelhecimento em campo de 2, 4 e 6 meses, e torna-se importante salientar que as primeiras amostras foram submetidas a campo num período diferente das demais, pois inicialmente esta pesquisa iria frisar apenas 6 meses de envelhecimento. Dessa forma as primeiras amostras submetidas ao envelhecimento de 6 meses foram expostas no período de 11/11/22 à 11/05/23, e as demais foram expostas de 03/12/22 à 03/02/23 e de 03/12/22 à 03/04/23 para os protocolos de 2 e 4 meses respectivamente.

Na análise dos parâmetros supracitados por meio das informações do INMET, pode-se observar que nos intervalos de exposição houve mudanças destes, em que as temperaturas máximas e mínimas atingidas foram maiores para alguns períodos. Na análise da média mensal as temperaturas máximas (25,7 °C) e mínimas (23,6 °C) foram observadas no período de fevereiro de 2023 e novembro de 2022, respectivamente. No tocante a pluviosidade percebe-se alguns períodos secos com poucas chuvas, onde o maior índice pluviométrico ocorreu no mês de março de 2023 (0,14 mm). Quanto a radiação, esta mostrou-se relativamente constante nos períodos de dezembro de 2022 à janeiro de 2023, atingindo valor máximo de 1700 Kj/m². As menores radiações foram observadas no mês de novembro de 2022 (1548 Kj/m²) e março de 2023 (1420 Kj/m²). Essas observações são válidas pois podem explicar o comportamento do envelhecimento perante a variabilidade desses parâmetros.

Após os ligantes passarem pelos processos de envelhecimento supracitados estes foram posteriormente avaliados reológicamente no DSR por meio dos ensaios de PG, MSCR e LAS.

As amostras também foram analisadas por meio do FTIR para verificação de possíveis alterações ou reações provenientes das técnicas de envelhecimento.

3.3.2 Análise Química

A principal ferramenta para análise da composição química de ligantes asfálticos é o SARA, no entanto, este apresenta-se como uma ferramenta complexa e custosa para separação das fases do ligante asfáltico. Devido a essas limitações diversos autores (MELÉNDEZ *et al.*, 2012; HAO, 2017) utilizaram a Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR) na identificação de frações SARA em diferentes tipos de ligantes asfálticos, pois esta técnica apresenta vantagens como rapidez, custo reduzido e pouco manuseio de amostras.

Assim, a análise química dos ligantes asfálticos virgem e envelhecidos nos diferentes protocolos propostas nesta pesquisa, foram analisados por meio do ensaio de FTIR (Infra Vermelho por Transformada de Fourier, do inglês Fourier Tranformed Infra Red). Este procedimento possibilitou verificar alterações na composição química desses ligantes após o envelhecimento adotado, pois independentemente do tipo de ligante, do processo de envelhecimento e do seu nível de degradação, a técnica de infravermelho é sempre oportuna para identificação do grau de oxidação da amostra.

Além disso, foi realizado o cálculo da concentração dos grupos funcionais, baseado na comparação das áreas de absorção características. Os índices de funções de carbonila ($I_{C=O}$), hidroxila (I_{OH}) e sulfóxidos ($I_{S=O}$) foram utilizados como métricas para o avaliação do envelhecimento químico, e estes foram determinados baseados nas pesquisas de Hu *et al.* (2018) e Jiang *et al.* (2020), que utilizaram as Equações (3) e (4) para determinação de alguns índices de oxidação. Mousavi *et al.* (2016) mensurou o envelhecimento químico dos ligantes por meio do índice de envelhecimento químico (CAI), determinado em função da soma de $I_{C=O}$ e $I_{S=O}$.

$$I_{C=O} = \frac{V(\sim 1700)}{V(v_{ref})} \quad \text{Equação (3)}$$

$$I_{S=O} = \frac{V(\sim 1030)}{V(v_{ref})} \quad \text{Equação (4)}$$

Onde:

- $I_{C=O}$ é o índice de carbonila;
- $I_{S=O}$ é o índice de sulfóxido;
- $V(v_{ref})$ é a área do pico de referência;
- $V(\sim 1700)$ e $V(\sim 1032)$ são as áreas do pico de 1700 cm^{-1} e 1032 cm^{-1} respectivamente.

Os ensaios foram realizados no LAMMEN – Laboratório de Materiais Multifuncionais e Experimentação Numérica – ECT da Universidade Federal do Rio Grande do Norte (UFRN), por meio do equipamento espectrômetro BRUKER, modelo FT-IR VERTEX 70 e também no CERTBIO - Laboratório de Avaliação e Desenvolvimento de Biomateriais do Nordeste, da Universidade Federal de Campina Grande (UFCG), por meio do equipamento Perkin Elmer Spectrum 65. Os ensaios foram realizados com sonda ATR, na faixa de 4000 a 400 cm^{-1} , com sinal de transmitância ou absorvância.

3.3.3 Análise Reológica

3.3.3.1 Grau de Desempenho - PG

O PG determina uma faixa de temperatura na qual o ligante atenda a critérios de desempenho, sua temperatura mínima é determinada com base nas instruções descritas na norma ASTM D6373: 2021. Segundo a norma o parâmetro utilizado para determinação do limite superior de PG é o seno do ângulo de fase $(G^*/\text{sen}\delta)$.

O ensaio de *Performance Grade* foi realizado verificando-se o comportamento do parâmetro $G^*/\text{sen}\delta$ conforme variação de temperatura, partindo de uma temperatura inicial de 46°C , com incrementos de degraus, onde cada degrau equivale à 6°C . O valor do PG é dado pela temperatura anterior a da falha verificada no ensaio. A partir do resultado desse ensaio com amostras do ligante asfáltico virgem e envelhecidas a curto prazo, pôde-se calcular o índice de envelhecimento (AI), o qual relaciona o parâmetro $G^*/\text{sen}\delta$ do ligante asfáltico antes e após o envelhecimento a uma temperatura conforme a Equação (5), possibilitando verificar a suscetibilidade do material ao envelhecimento.

$$AI = \frac{G^*/\text{sen}\delta_{\text{pósRTFO}}}{G^*/\text{sen}\delta_{\text{antesRTFO}}} \quad \text{Equação (5)}$$

As amostras de ligantes utilizadas foram de 25 mm de diâmetro com 1 mm de espessura, antes e após a combinação de processos de envelhecimento adotados.

3.3.3.2 Fluência e Recuperação sob Tensões Múltiplas - MSCR

O ensaio de MSCR contempla a determinação da presença de resposta elástica em ligantes asfálticos submetidos à fluência cisalhante e recuperação, em dois níveis de tensões, a determinadas temperaturas. Este ensaio é um indicador da resistência à deformação permanente de ligantes asfálticos, portanto, a norma do DNIT 423/2020 recomenda efetuá-lo a temperaturas máximas de pavimento, correspondente ao grau de desempenho (PG) máximo da especificação ASTM D6373 que no Brasil geralmente é da ordem de 64°C e 70°C, onde essa especificação é baseada no clima.

Dessa forma, o ensaio foi realizado na temperatura de 64°C para os ligantes envelhecidos, pois foi a temperatura de PG obtida para o ligante virgem, ou seja, a temperatura em que o ligante estaria dentro das condições de trabalho, segundo parâmetro $G^*/\sin\delta$ analisados, além de ser a temperatura mínima especificada pela norma do DNIT para países de clima tropical como o Brasil.

As amostras selecionadas no ensaio foram de ligante asfáltico envelhecidas pelo RTFO e demais protocolos de envelhecimento adotados com as mesmas dimensões das amostras do ensaio de grau de desempenho (PG). Durante o ensaio foram aplicados 20 ciclos de tensão ao ligante asfáltico, sendo os 10 primeiros ciclos sob a tensão baixa de 0.1 kPa e os demais sob a tensão alta de 3.2 kPa. Para cada ciclo foram determinados os valores ϵ_0 , ϵ_c , ϵ_r , ϵ_1 , ϵ_{10} , da curva de deformação versus tempo.

A partir dos resultados da deformação das amostras devido às tensões, foram calculados e monitorados os parâmetros de compliâncias não-recuperáveis (J_{nr}), este utilizado para avaliar o potencial do ligante asfáltico a sofrer deformação permanente; a diferença percentual entre as compliâncias não-recuperáveis de 0.1 kPa e 3.2 kPa ($J_{nr,diff}$), utilizado para avaliar a sensibilidade dos ligantes asfálticos a mudanças no nível de tensão; e o percentual de recuperação elástica (%R), utilizado para fornecer uma indicação da resposta elástica retardada do ligante asfáltico.

As amostras de ligantes foram envelhecidas pela combinação das diferentes técnicas de envelhecimento e submetidas ao ensaio na temperatura de PG do ligante asfáltico virgem e envelhecido para permitir a comparação das amostras perante as técnicas de envelhecimento.

3.3.3.3 Curva Mestra

O ensaio de curva mestra foi executado partindo de 5°C até a temperatura de 65°C, com frequências de 0,1 a 100 Hz. Como este ensaio não possui instruções normativas para serem seguidas, sua análise baseia-se na literatura e observações da resposta do material aos esforços aplicados frente a variações do: módulo complexo (kPa), frequência (Hz), ângulo de fase (δ) e temperatura (°C), onde em cada degrau de temperatura é verificada a frequência de aplicação de torque e medidos os parâmetros de módulo dinâmico de cisalhamento ($|G^*|$) e ângulo de fase (δ).

No ensaio de curva mestra foram confeccionadas amostras de ligante asfáltico com mesmas dimensões dos ensaios reológicos citados, sendo analisadas as amostras após as técnicas de combinação de envelhecimento utilizadas na pesquisa. A temperatura de sobreposição utilizada no ensaio é de 25°C.

3.3.3.4 Varredura de Amplitude Linear – LAS

A análise do ensaio de LAS consiste na aplicação de carregamento cíclico reversível que aumenta a amplitude de deformação sob frequência constante de maneira sistemática. O ensaio é dividido em duas etapas. Na primeira etapa as amostras passam por uma varredura de frequência de 0,2 a 30 Hz, com deformação controlada de 0,1%, para determinar as propriedades reológicas na região de viscoelasticidade linear. A segunda etapa corresponde a uma varredura de amplitude, para mensurar o dano sofrido pelo ligante, com incremento linear variando de 0,1 a 30% ao longo de 300 ciclos de carga, no intervalo de 300 segundos.

Nesta etapa pequenos torques foram aplicados na mesma amostra sob a frequência de 10 Hz. A cada 10 ciclos de carga foram gravados cada valor de tensão de cisalhamento aplicada, bem como os valores de ângulo de fase e módulo complexo. Os dados obtidos neste procedimento são empregados no cálculo do índice de tolerância ao dano por fadiga (af) e dos

coeficientes do modelo de fadiga ($Nf = A \times \gamma_{máx}^B$) onde Nf é o número de ciclos na ruptura, γ é a deformação, e os parâmetros A e B são constantes. O critério de falha utilizado no ensaio foi a abordagem energética a partir da energia de pseudo-deformação.

Neste ensaio foram confeccionadas amostras de ligante asfáltico envelhecidas, possuindo 8 mm de diâmetro e 2 mm de espessura. A norma AASHTO TP 101 (2012) determina que as amostras devem ser envelhecidas em RTFO e PAV, no entanto, na presente pesquisa o ensaio foi realizado para as amostras envelhecidas com as diferentes combinações de envelhecimento adotados.

3.3.4 Dosagem Superpave

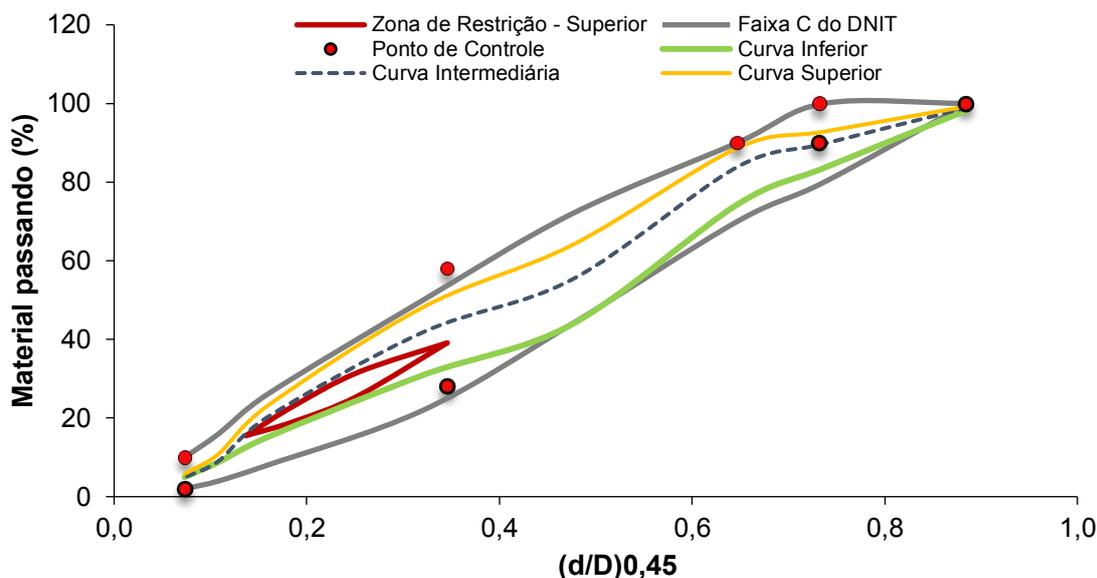
A dosagem de misturas asfálticas nesta pesquisa foi realizada pelo método Superpave normatizada pela ASTM D6925: 2015 para nível de tráfego médio a alto e tamanho nominal máximo (TMN) 19,0 mm, com o objetivo determinar o teor ótimo de ligante asfáltico, tendo em vista os agregados especificados no tópico 3.2.1.

Para a mistura asfáltica de referência utilizando o CAP 50/70 foram determinadas três composições granulométricas distintas correspondentes às curvas superior, intermediária e inferior, que foram estabelecidas pela ponderação da granulometria dos agregados em uma granulometria única. A escolha das proporções dos agregados foi feita de forma a adequar a granulometria das misturas aos requisitos da metodologia SUPERPAVE e enquadrá-las aos limites estabelecidos para faixa C do DNIT 031/2006 – ES. As proporções finais dos agregados escolhidos para cada uma das três composições estudadas são apresentadas na Tabela 7, assim como as três granulometrias da mistura dos agregados estão apresentadas graficamente na Figura 40, juntamente com a Faixa C do DNIT para misturas asfálticas.

Tabela 7 - Proporções de agregados para a mistura asfáltica de referência

	Brita 19.0 mm	Brita 9.5 mm	Pó de Pedra	Areia	Cal
Inferior (%)	32	27	39	0	2
Intermediária (%)	20	27	37	14	2
Superior (%)	14	24	48	12	2

Figura 40 - Curvas inferior, intermediária e superior, TMN = 19.0 mm



Após obtenção das três composições granulométricas adequadas aos requisitos da metodologia, prosseguiu-se para obtenção de corpos de prova (CPs), que foram compactados no Compactador Giratório SUPERPAVE (CGS) seguindo a norma ASTM D6925: 2015 com teor de ligante inicial estipulado em 5% em peso total da mistura asfáltica, com números de giros $N_{inicial}$ (8 giros), $N_{projeto}$ (100 giros) e $N_{máximo}$ (160 giros) para as três composições estudadas. O $N_{projeto}$ foi usado para selecionar o teor de ligante de projeto, enquanto o $N_{inicial}$ e $N_{máximo}$ foram usados para avaliar a compactação da mistura. A Tabela 8 apresenta os parâmetros calculados para as três composições granulométricas avaliadas utilizando o CAP 50/70 e apresenta as especificações de acordo com o critério SUPERPAVE.

Os parâmetros apresentados na Tabela 8 embasam a escolha da melhor curva e a por meio desses resultados foi possível concluir que a composição intermediária atendeu às exigências da dosagem e apresentou o volume de vazios (V_v) próximo de 4%. Dessa forma, escolheu-se trabalhar com essa composição para escolher o teor de ligante asfáltico de projeto.

Tabela 8 - Parâmetros volumétricos das misturas com teor de ligante inicial (CAP 50/70)

Composição granulométrica	Teor de ligante (%)	%Gmm @ $N_{inicial}$	%Gmm @ $N_{projeto}$	%Gmm @ $N_{máximo}$	VAM (%)	V_v (%)
Inferior	5.0	92.30	96.56	96.59	14,87	3.44
Intermediária	5.0	89.09	95.53	96.06	16,01	4.47
Superior	5.0	88.94	94.22	94.52	16,79	5.78
Critérios SUPERPAVE		<89%	96%	<98%	≥13	4%

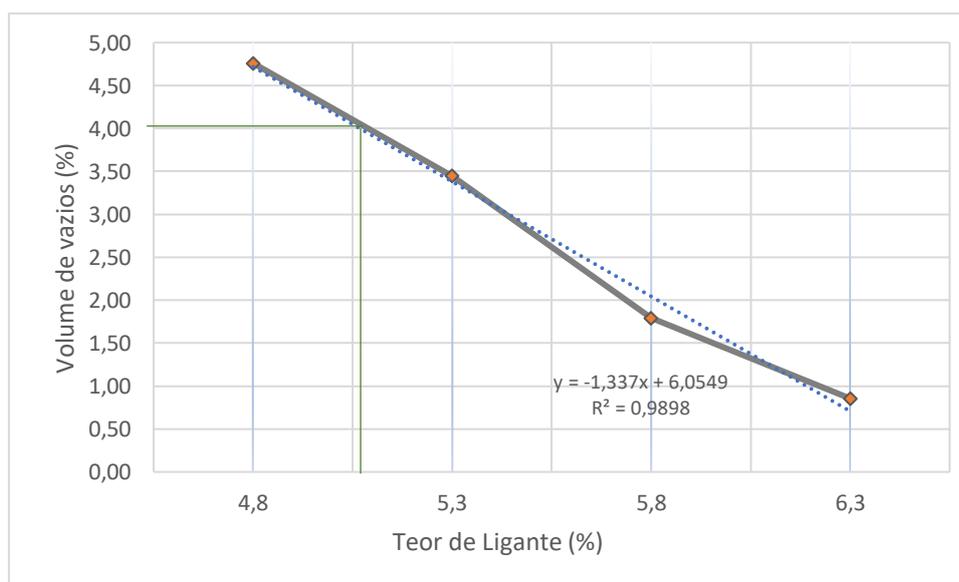
Após a determinação da curva granulométrica adequada, foi estimado um teor de ligante inicial de 5.3 % para definição do teor ótimo de acordo com os critérios SUPERPAVE, a fim de verificar qual teor apresenta parâmetros dentro dos critérios especificados. A Tabela 9 apresenta os parâmetros volumétricos para os teores de ligante testados, incluindo os resultados da relação ligante-vazios (RBV) e a relação pó/ligante asfáltico (P/A).

Tabela 9 - Resumo dos parâmetros volumétricos da mistura de projeto (CAP 50/70)

Teor de ligante (%)	%Gmm @Nprojeto	VAM (%)	Vv (%)	RBV (%)	P/A (%)
4.8	95.24	15.74	4.76	74.34	0.99
5.3	96.56	15.63	3.44	74.50	0.99
5.8	98.21	15.40	1.79	74.39	1.03
6.3	99.15	15.61	0.85	74.89	1.00
Critérios SUPERPAVE	96%	≥13.00	4.00	65-75	0.6-1.2

Conforme os dados apresentados, verificou-se que com os teores testados não foi possível a obtenção da mistura com volume de vazios de 4.0 %, diante disso o teor de projeto foi determinado por meio do gráfico da Figura 41, onde observou-se que para um volume de vazios de 4% o teor de ligante correspondente foi 5,1 %.

Figura 41 – Curva índice de vazios versus teor de ligante para determinação do teor de ligante de projeto



Devido a correspondência dos parâmetros da mistura com os parâmetros estabelecidos pela norma demonstrados na Tabela 10, o teor de ligante de projeto (CAP 50/70) escolhido foi de 5.1% para a mistura asfáltica de referência.

Tabela 10 - Resumo dos parâmetros volumétricos da mistura de projeto (CAP 50/70) para o teor de ligante de 5,10%.

Teor de ligante (%)	%Gmm @Nprojeto	VAM (%)	Vv (%)	RBV (%)	P/A (%)
5.1	95.95	15.64	4.05	74.41	0.98
Critérios SUPERPAVE	96%	≥13.00	4.00	65-75	0.6-1.2

3.3.5 Procedimentos de Envelhecimento das Misturas Asfálticas

Nesta pesquisa foram adotadas variações de técnicas de envelhecimento com a finalidade de verificar o comportamento mecânico das misturas asfálticas à curto e longo prazo. As amostras foram submetidas a processos de envelhecimento distintos, considerando as mesmas variáveis (temperatura, tempo de exposição aos ciclos, tempo de imersão, tempo de secagem e tipo de secagem) fixadas para os ligantes, para análise do envelhecimento oxidativo e foto-oxidativo. A Tabela 11 mostra a combinação de procedimentos de envelhecimento que serão adotados na pesquisa.

Tabela 11 - Combinação de técnicas de envelhecimento para a mistura

Combinação de técnicas de envelhecimento
RADIAÇÃO UV _{laboratório}
RADIAÇÃO UV _{laboratório} + UMIDADE
ESTUFA CONVENCIONAL
ESTUFA CONVENCIONAL + UMIDADE _{CICLOS}
ESTUFA CONVENCIONAL + UMIDADE _{SC}
CAMPO _{2 MESES}
CAMPO _{4 MESES}
CAMPO _{6 MESES}

Nesta pesquisa foi aplicado um protocolo adaptado correspondente à norma AASHTO R30, onde as misturas asfálticas inicialmente foram envelhecidas à curto prazo (Short Term Oven) seguido do envelhecimento à longo prazo. Este último depende do tipo de protocolo de envelhecimento aplicado.

Para a realização do STOA, as misturas asfálticas recém usinadas foram dispostas em bandejas em estufa por 4 horas a 135°C. A cada 1 hora, a mistura era revolvida e redistribuída na bandeja, para que o calor atingisse uniformemente toda a superfície específica do ligante envolto dos agregados. Após este período de 4 horas as misturas foram reaquecidas às temperaturas de compactação, por cerca de 1 hora e, em seguida, compactadas no CGS. Os corpos de prova resultantes foram submetidos aos protocolos de envelhecimento a longo prazo propostos na pesquisa. Os procedimentos adotados para cada protocolo estão descritos a seguir.

3.3.5.1 Protocolo 1/ Protocolo 2 - Envelhecimento por Radiação UV / Radiação UV associada a Umidade

A simulação de envelhecimento à longo prazo por radiação UV e radiação UV associada a umidade na mistura asfáltica foi baseada nas mesmas metodologias aplicadas para os ligantes. As amostras foram submetidas a radiação das lâmpadas UV na câmara de intemperismo acelerado (C-UV da Comexin) a uma temperatura de 60°C durante duas semanas, com ciclos alternados (ciclo claro e ciclo escuro), com e sem adição de umidade baseando-se nas metodologias e parâmetros propostos por (Cravo, 2016; Yin *et al.*, 2017; Menapace & Masad, 2018). A duração de envelhecimento de duas semanas à 60°C foi adotada para uma melhor comparação com o protocolo dos autores supracitados.

A Figura 42 mostra os corpos de prova sendo envelhecidos na câmara UV e a aparência destes após o processo de envelhecimento.

Figura 42- Corpos de prova envelhecidos na câmara UV



3.3.5.2 Protocolo 3 - Envelhecimento em Estufa Convencional

A simulação de envelhecimento à longo prazo da mistura asfáltica em estufa seguiu de maneira fidedigna o protocolo correspondente à norma AASHTO R30, denominado (LTOA), onde as amostras foram submetidas a temperaturas em estufa de 85°C durante 5 dias (120 horas) como pode ser observado na Figura 43.

Figura 43 - Corpos de prova em estufa a 85°C por 5 dias para simulação do envelhecimento



Estes parâmetros também foram fundamentados nos estudos de Yin *et al.* (2017), que correlacionaram esse tempo de envelhecimento em laboratório com o envelhecimento em campo (7 – 12 meses em serviço em climas quentes).

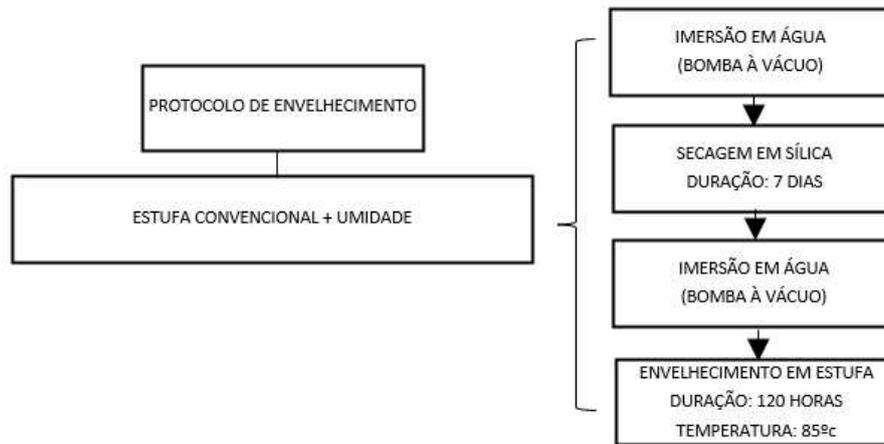
3.3.5.3 Protocolo 4 - Envelhecimento em Estufa Convencional Associada a Umidade (Ciclos de Umedecimento e Secagem)

Para análise da influência da umidade as amostras da mistura foram submetidas a ciclos de umedecimento e secagem e após os ciclos estas foram envelhecidas em estufa. Durante os ciclos de umedecimento as amostras foram submetidas a imersão em água e posterior secagem utilizando sílica em gel. Esta metodologia fundamentou-se nos estudos desenvolvidas por Cala *et al* (2019) e Sanchez *et al* (2020). Além de metodologias utilizadas em outros materiais como por exemplo ciclos de imersão e secagem do concreto (SILVA, 2010; MEIRA e FERREIRA, 2019).

O ensaio de ciclos de imersão e secagem em concretos caracteriza-se por submeter os corpos de prova a períodos de imersão, parcial ou total em solução agressiva e posterior secagem em ambiente de laboratório, câmara climática ou estufa. As principais variáveis que influenciam na resposta desse tipo de ensaio são tempo de exposição aos ciclos, concentração da solução, tempo de imersão, tipo de imersão (total ou parcial), tempo de secagem, tipo de secagem (em ambientes de laboratório, câmara climática ou estufas) e condições de secagem (temperatura, umidade e ventilação). Os períodos de imersão/secagem mais empregados são os de 3 dias para imersão e de 4 dias para secagem em estufa ou de 2 dias para imersão e 5 dias para secagem em estufa, com temperatura variando entre 40 °C e 50 °C (MEIRA e FERREIRA, 2019).

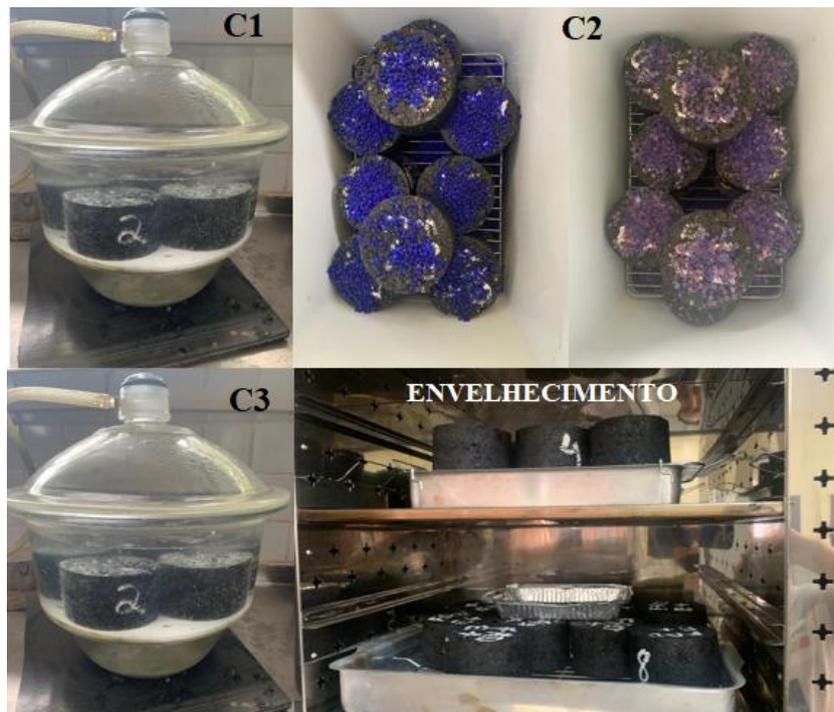
Assim, esta pesquisa adotou procedimentos baseados nos estudos supracitados, e estes estão descritos a seguir e evidenciados no Fluxograma da Figura 44.

Figura 44 - Protocolos de envelhecimento da mistura com a interferência da umidade



- Para análise com a influência da umidade as amostras foram submetidas aos ciclos de umedecimento e secagem e posterior envelhecimento em estufa;
- As amostras foram submetidas a condições de umidade, tendo como referência a saturação dos corpos de prova. O estado de $S=100\%$ foi utilizado bombeamento à vácuo com água destilada e $S= 0\%$ ou próximo de 0% foi obtido por meio da técnica de secagem com sílica em gel, com uma pré secagem em estufa a 60°C .
- As amostras foram submetidas a três ciclos (umedecimento/secagem/umedecimento) denominados de C1, C2 e C3 até se aproximarem do estágio estacionário, onde o nível da saturação nos corpos de prova foi controlado até se aproximarem dos níveis desejados. No ciclo de secagem foi verificado um período de 7 dias para atingir a saturação desejado e este foi verificado também por meio da coloração da sílica que se manteve estável (permanecendo na cor azul).
- Após serem submetidos aos ciclos C1, C2 e C3 as amostras foram submetidas ao envelhecimento em estufa por um período de 5 dias a 85°C (corroborando com os parâmetros utilizados nos demais protocolos. A Figura 45 mostra as etapas que configuraram o protocolo 4 de envelhecimento.

Figura 45 – Protocolo de envelhecimento em estufa com umedecimento e secagem



3.3.5.4 Protocolo 5 - Envelhecimento em estufa convencional associada a umidade – Simulador de chuva

A simulação de envelhecimento à longo prazo na mistura asfáltica por meio do simulador chuva foi baseada na mesma metodologia aplicada para o ligante, considerando os mesmos parâmetros, onde as amostras foram submetidas a umidade (chuva) durante cinco horas e em seguida submetidas a uma temperatura de 85°C numa estufa convencional durante cinco dias. A Figura 46 apresenta as amostras distribuídas no simulador de chuva e em seguida envelhecidas na estufa.

Figura 46- (a) Misturas asfálticas submetidas a umidade por meio do simulador de chuva; (b) e em seguida colocadas na estufa



(a)

(b)

3.3.5.5 Protocolo 6 - Envelhecimento em campo – 2 meses, 4 meses e 6 meses

Além da análise mecânica frente aos processos de envelhecimento no laboratório, foram compactadas misturas asfálticas e estas foram submetidas às intempéries por um período de dois meses, quatro e seis meses, para se fazer um comparativo com as reais condições de campo. Essa comparação das amostras envelhecidas no laboratório e em campo torna-se importante para verificação da compatibilidade ou não das condições de envelhecimento e das propriedades finais da mistura asfáltica. A Figura 47 apresenta as misturas asfálticas submetidas às intempéries de forma natural.

Figura 47- Misturas asfálticas submetidos ao envelhecimento em campo



Após as misturas serem submetidas aos processos de envelhecimento propostos na pesquisa, estas foram acondicionadas para resfriamento à temperatura ambiente pelo período de 24 horas (Figura 48) para avaliação de suas propriedades mecânicas, a fim de se verificar se houve diferenças significativas entre os procedimentos adotados.

Figura 48 - Corpos de prova acondicionados à temperatura ambiente após o envelhecimento



3.3.6 Propriedades Mecânicas

Esta pesquisa avaliou o comportamento mecânico das misturas asfálticas compactadas com o ligante puro mediante as técnicas de envelhecimento abordadas.

Com finalidade de analisar a influência das diferentes técnicas de envelhecimento no desempenho mecânico das misturas asfálticas, suas propriedades foram avaliadas por meio dos ensaios expostos no Fluxograma da Figura 49 e na Tabela 12, com suas respectivas normas de ensaio.

Figura 49 - Caracterização mecânica da mistura asfáltica

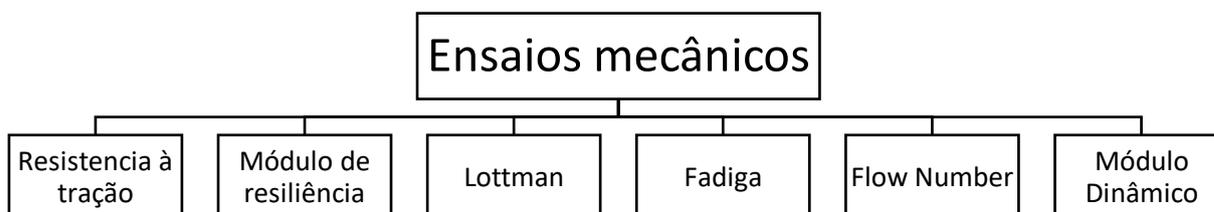


Tabela 12 - Ensaios mecânicos e respectivas normas

Ensaios	Normas
Ensaio de Resistência à Tração Indireta por Compressão Diametral	DNIT - ME 136/2018
Módulo de resiliência	DNIT - ME 135/2018
Dano por umidade induzida – Lottman Modificado	DNIT - ME 180/2018
Ensaio de Fadiga por compressão diametral à tensão controlada	DNIT - ME 183/2018
Flow Number	DNIT - ME 184/2018
Módulo Dinâmico	DNIT – ME 416/2019

3.3.6.1 Resistência à Tração por Compressão Diametral

O ensaio de resistência a tração por compressão diametral (RT), determina a tensão máxima suportada pela mistura asfáltica antes da sua ruptura. A norma DNIT 136:2018 foi utilizada para o teste RT das misturas asfálticas. Este ensaio foi realizado para estabelecer os níveis de tensão necessários para o ensaio de módulo de resiliência e para o ensaio de vida de fadiga. A leitura da carga de ruptura foi feita por meio de um anel dinamométrico acoplado à prensa, e utilizou-se uma amostragem em triplicata por composição de mistura asfáltica e utilizado o valor da média dos corpos de prova (CPs) como resultado do ensaio.

Os corpos de prova destinados ao ensaio apresentam alturas de aproximadamente 65 mm e diâmetros de 100 ± 2 mm, cerca de 4% de volume de vazios, sendo ensaiados em um dispositivo centralizador adaptado do suporte tipo Lobo Carneiro e ensaiados na prensa mecânica. Com o valor da carga de ruptura (P) obtido, a RT foi calculada por meio da Equação 6.

$$RT = \frac{2P}{100 \pi D H} \quad \text{Equação (6)}$$

Onde:

- RT = Resistência à tração, em MPa;
- P = Carga de ruptura, em N;
- D = Diâmetro do corpo de prova, em cm;
- H = Altura do corpo de prova, em cm.

3.3.6.2 Módulo de Resiliência

O parâmetro de rigidez das misturas asfálticas foi medido por meio do ensaio de módulo de resiliência, na configuração do ensaio de compressão diametral sob carga repetida, segundo a norma DNIT 135:2018. Corpos de prova cilíndricos foram moldados no CGS, com medidas de 100 mm de diâmetro e aproximadamente 65 mm de altura, cerca de 4% de volume de vazios.

Os ensaios foram realizados a temperatura ambiente de 25°C em uma prensa hidráulica do tipo UTM25 (Universal testing machine), da IPC Global®, onde a força máxima aplicada corresponde a 10% da força observada na ruptura pelo ensaio de tração por compressão diametral. A frequência de carregamento utilizada é 1Hz, onde um ciclo corresponde a 0.10 s de aplicação da carga seguido de 0.9 s de repouso. A carga aplicada gera uma tensão de tração transversal ao plano de aplicação, resultando em um deslocamento diametral recuperável na direção horizontal correspondente à tensão gerada medida por dois LVDTs (Linear Variable Differential Transducer). Utilizou-se no mínimo 3 corpos de prova por misturas asfálticas analisadas.

3.3.6.3 Dano por Umidade Induzida (LOTTMAN)

Este ensaio é um medidor de adesividade que considera o efeito deletério da água sobre propriedades de resistência mecânica da mistura asfáltica. O método de ensaio do DNIT 180:2018 avalia o potencial de deslocamento da película de ligante asfáltico em misturas asfálticas sob a ação da água em ciclos de gelo e degelo.

A norma DNIT 180:2018 preconiza que os corpos de prova utilizados no ensaio apresentem volume de vazios de $7 \pm 0,5$. Para alcançar esse volume de vazios, foi calculada a massa do corpo de prova para o volume de vazios especificado e fixada a altura de 65 mm dos corpos de prova no momento da compactação, ao invés dos 100 giros de projeto. Seis corpos de prova foram ensaiados, sendo três submetidos a um processo de condicionamento por ciclos gelo-degelo e os outros três sem condicionamento. Ambos foram submetidos ao ensaio de resistência à tração por compressão diametral. A resistência à tração indireta do grupo condicionado foi referida como “ R_{Tc} ” enquanto a do grupo não-condicionado foi referida como

“ R_{Tnc} ”. O resultado deste ensaio é dado pela Resistência Retida à Tração (RRT), calculada conforme a Equação (7).

$$RRT (\%) = \frac{RTc}{RTnc} \times 100 \quad \text{Equação (7)}$$

3.3.6.4 Módulo Dinâmico (MD)

O módulo dinâmico (MD) é o valor normal do módulo complexo, calculado dividindo-se a máxima tensão (pico a pico) pela deformação axial recuperável (pico a pico) para um material sujeito a uma carga senoidal. Tanto o ensaio de módulo dinâmico quanto o ensaio de módulo de resiliência oferecem estimativas da rigidez da mistura asfáltica. As principais diferenças entre os dois ensaios é que neste primeiro levam-se em conta as parcelas elásticas e não elásticas das deformações, e utilizam-se carregamentos axiais senoidais, enquanto no módulo de resiliência utilizam-se carregamentos de ondas quadradas em compressão diametral e só a parcela elástica é levada em conta no cálculo do módulo.

A determinação experimental do módulo dinâmico seguiu o método DNIT 416:2019 e foi realizado por meio da aplicação de uma tensão de compressão senoidal em um corpo de prova de $150 \pm 2,5$ mm de altura e de 100 ± 2 mm de diâmetro, cerca de 5,5% de volume de vazios, em temperaturas e frequências de carga especificadas pela norma. A tensão aplicada e a deformação axial recuperável resultante da amostra foram medidas e usadas para o cálculo do módulo dinâmico.

A série de ensaios para o desenvolvimento das curvas mestras para a análise do desempenho da mistura foi efetuada a 4, 20 e 40°C durante o carregamento, a frequências de 0,1; 0,5; 1; 5; 10 e 25Hz para cada temperatura. Cada corpo de prova, individualmente equipado com LVDTs, foi testado para cada uma das 18 combinações de temperatura e frequência de carregamento, começando com a temperatura mais baixa e procedendo para a mais alta. O ensaio a uma dada temperatura começou com a maior frequência de carregamento e prosseguiu para a mais baixa. Para cada temperatura foi aplicada uma carga de contato ($P_{mín}$) diferente, igual a 5% de um valor típico de carga dinâmica geralmente verificado em cada temperatura. Assim, foi possível estabelecer comparações entre as curvas mestras obtidas de todas as misturas avaliadas, de acordo com suas inclinações. Maiores inclinações ocorrem para materiais mais elásticos.

3.3.6.5 Resistência à Deformação Permanente (Flow Number)

A resistência de deformação permanente foi medida por meio do ensaio uniaxial de carga repetida normatizado pela DNIT ME 184/2018. Três corpos de prova de aproximadamente $150 \pm 2,5$ mm de altura e de 100 ± 2 mm de diâmetro foram produzidos no compactador giratório SUPERPAVE, com volume de vazios de $7 \pm 0,5\%$. Os CPs foram mantidos e estufa ventilada a 60°C durante um período de 3 horas, até que a temperatura estivesse estável e, em seguida, realizou-se o rompimento.

O procedimento foi realizado usando a Asphalt Mixture Performance Tester (AMPT) da marca IPC Global®. No ensaio aplicou-se um carregamento uniaxial cíclico compressivo de 204 kPa no formato haversine, com 0.1 s de aplicação e 0.9 s de repouso. O critério de parada do ensaio foi o alcance de 7.200 ciclos de carregamento (2 horas de ensaio) ou uma deformação de 50.000 microstrains, na qual as amostras invariavelmente já atingiram a ruptura.

3.3.6.6 Vida de Fadiga

A vida de fadiga foi analisada por meio do método de ensaio DNIT 183:2018 (Ensaio de fadiga por compressão diametral à tensão controlada). Igualmente ao ensaio de módulo de resiliência, corpos de prova cilíndricos compactados no CGS (100 mm de diâmetro e aproximadamente 65 mm de altura) e cerca de 4% de volume de vazios foram submetidos à compressão diametral, que gerou um estado biaxial de tensão de tração perpendicular à direção da carga aplicada. A aplicação de tensão foi feita utilizando a prensa UTM 25 da IPC Global®, em pulsos haversine de 1 Hz e o ensaio foi conduzido até a ruptura dos CPs.

Para avaliar a vida de fadiga da mistura, registrou-se o número ciclos de carregamento (N) que provocou a ruptura do CP, a cada nível de tensão. De acordo com a norma DNIT 183:2018, deve-se realizar o ensaio com quatro cargas diferentes, de forma a gerar quatro níveis de tensão cujos valores estejam entre 5% e 40% da resistência à tração indireta da mistura asfáltica. Os níveis de tensão adotados foram 40%, 37,5%, 35% e 32,5% da resistência à tração de cada mistura e três corpos de prova foram ensaiados para cada nível.

Determinados os números de ciclos até a ruptura (N) de todas as amostras, plotou-se curvas de *Wöhler* relacionando N e a diferença de tensões no centro da amostra ($\Delta\sigma$), e

relacionando N à deformação de tração inicial (ϵ_i), em gráfico log log para todos os níveis de tensão avaliados. Por meio de regressão linear, ajustou-se uma linha de tendência aos dados de cada mistura, a qual segue o modelo de previsão de fadiga de *Wöhler* (Equação 8 e Equação 9). De acordo com a norma do DNIT, essas regressões lineares devem apresentar R^2 mínimo de 0,8.

$$N = k_2 \left(\frac{1}{\epsilon_i} \right)^{n_2} \quad \text{Equação (8)}$$

$$N = k_3 \left(\frac{1}{\Delta\sigma} \right)^{n_3} \quad \text{Equação (9)}$$

Onde:

- N = número de ciclos de carregamento que leva a amostra à ruptura;
- ϵ_i = deformação resiliente inicial;
- $\Delta\sigma$ = diferença das tensões no centro do CP (MPa);
- k_i e n_i = constantes obtidas na regressão linear dos pares N ;
- ϵ_i ou N e $\Delta\sigma$, características da mistura asfáltica estudada.

3.4 Análise Estatística

Neste estudo foram utilizados a análises de variância (ANOVA) e teste t de Student para análise estatística e uma melhor interpretação dos dados coletados.

- Teste t de Student

Este teste de hipótese usa conceitos estatísticos para rejeitar ou aceitar uma hipótese nula quando a estatística de teste (t) segue uma distribuição t de Student. Essa suposição geralmente é usada quando a estatística de teste segue uma distribuição normal, mas a variância da população é desconhecida. A variância da amostra é usada neste caso, e a estatística de teste segue uma distribuição t de Student. O teste t consiste em formular uma hipótese nula e, conseqüentemente, uma hipótese alternativa, calculando o valor de t e aplicando-o à função densidade de probabilidade da distribuição t de Student, medindo o tamanho da área abaixo dessa função para valores maiores que ou igual a t . Se a probabilidade de que o resultado tenha ocorrido é mínima, pode-se concluir que o resultado observado é estatisticamente relevante. Essa probabilidade também é chamada de valor p. O teste t para uma média amostral mede a

probabilidade de que a média amostral tenha o valor observado, dada a média populacional. Assim, foram estabelecidas as seguintes hipóteses:

(i) H₀: (hipótese nula = não há diferença estatisticamente significativa entre as médias das amostras);

(ii) H₁: (hipótese alternativa = existe diferença estatisticamente significativa entre as médias das amostras).

A Equação (10) é usada para calcular a estatística t:

$$t = \frac{\bar{x} - \mu_0}{\frac{s}{\sqrt{n}}} \quad \text{Equação (10)}$$

Onde:

- \bar{x} = média amostral;
- μ_0 = valor fixo utilizado para comparação com a média amostral;
- s = desvio padrão amostral;
- n = tamanho da amostra.

Quanto maior t, mais confiança se tem ao rejeitar a hipótese nula, ou seja, mais certeza se tem ao afirmar que ela não é verdadeira. Se o t calculado for maior que o t tabelado para um dado nível de significância do valor de p (5% utilizado neste estudo), então a hipótese nula é rejeitada. Na situação oposta, o valor está na região de aceitação e a hipótese nula é aceita. A probabilidade de cometer um erro pode ser controlada selecionando o nível de significância do teste de hipótese (p-valor), porque o nível de significância do teste é, na verdade, a probabilidade de rejeitar ou aceitar a hipótese quando ela é verdadeira, e assim é a probabilidade de cometer um erro.

- Análises de variância (ANOVA)

A Análise da Variância (ANOVA) é um teste estatístico que visa verificar se existe uma diferença significativa entre várias médias provenientes de amostras distintas e se os fatores exercem influência no modelo. O método permite identificar fatores e interações mais significativos em termos do teste estatístico F de Snedecor. Na ANOVA o objetivo do teste é obter o valor de F calculado (F_{calc}), dado pela Equação (11) e compará-lo ao F tabelado (F_{tab}).

$$F_{cal} = \frac{QM}{QM_{erro}} \quad \text{Equação (11)}$$

Onde:

- QM é quadrado médio, obtido através da Equação (12);
- QM erro é o erro dos quadrados médios.

$$QM = \frac{SQ}{GL} \quad \text{Equação (12)}$$

Onde:

- SQ é a soma dos quadrados, obtido pela Equação (13);
- GL é o grau de liberdade.

$$SQ = \sum x^2 - \frac{(\sum x)^2}{n} \quad \text{Equação (13)}$$

Onde:

- x é o parâmetro observado;
- n é o número de observações.

Se o F_{cal} for maior que o F_{tab} , para um dado nível de significância p (5% utilizado neste trabalho), então a hipótese é rejeitada, na hipótese inversa os dados apresentam significância para o modelo e, conseqüentemente o modelo é aceito. A probabilidade de se cometer um erro pode ser controlada pela seleção do nível de significância do teste de hipóteses (p), pois o nível de significância do teste é, na realidade, a probabilidade de se rejeitar ou aceitar a hipótese, quando ela é verdadeira, sendo então a probabilidade de se cometer um erro.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Este capítulo apresenta os resultados e discussões dos ensaios realizados na fase experimental dos ligantes asfálticos puro (CAP 50/70), assim como a análise mecânica das respectivas misturas asfálticas.

A partir dos resultados dos ensaios de envelhecimento UV, pretendeu-se entender os efeitos da temperatura e da radiação UV de forma independente e associadas à umidade, e o quanto esta umidade pode influenciar nas propriedades reológicas dos ligantes asfálticos e misturas, avaliando se o envelhecimento proporciona mudanças significativas na interação com a matriz asfáltica, propiciando melhores propriedades reológicas e mecânicas. Dessa forma tornou-se fundamental o entendimento de como as propriedades reológicas dos ligantes asfálticos refletem no comportamento da mistura asfáltica final.

4.1 Análise Química dos Ligantes Asfálticos

A espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) é uma técnica analítica que se baseia na absorção de radiação eletromagnética na região do infravermelho médio (4500 cm^{-1} a 500 cm^{-1}). Esta técnica permite analisar os diferentes tipos de ligações e funções químicas nas moléculas contidas nas amostras, em especial moléculas orgânicas, apresentando picos relacionados a vibrações (estiramentos e deformações). É utilizada na análise do ligante asfáltico para determinar níveis de oxidação, bem como determinar de maneira qualitativa e/ou semiquantitativa a presença de aditivos orgânicos.

O ligante virgem e envelhecidos foram submetidos ao ensaio de FTIR para que fosse possível analisar os grupamentos funcionais da estrutura destes. As Figura 50 e 51 apresentam os espectros de FTIR por transmitância e transmitância normalizada, respectivamente, dos ligantes envelhecidos nos protocolos adotados nesta pesquisa.

Figura 50 – Espectros de FTIR por transmitância para as amostras de ligante asfáltico virgem e submetidas aos protocolos de envelhecimento

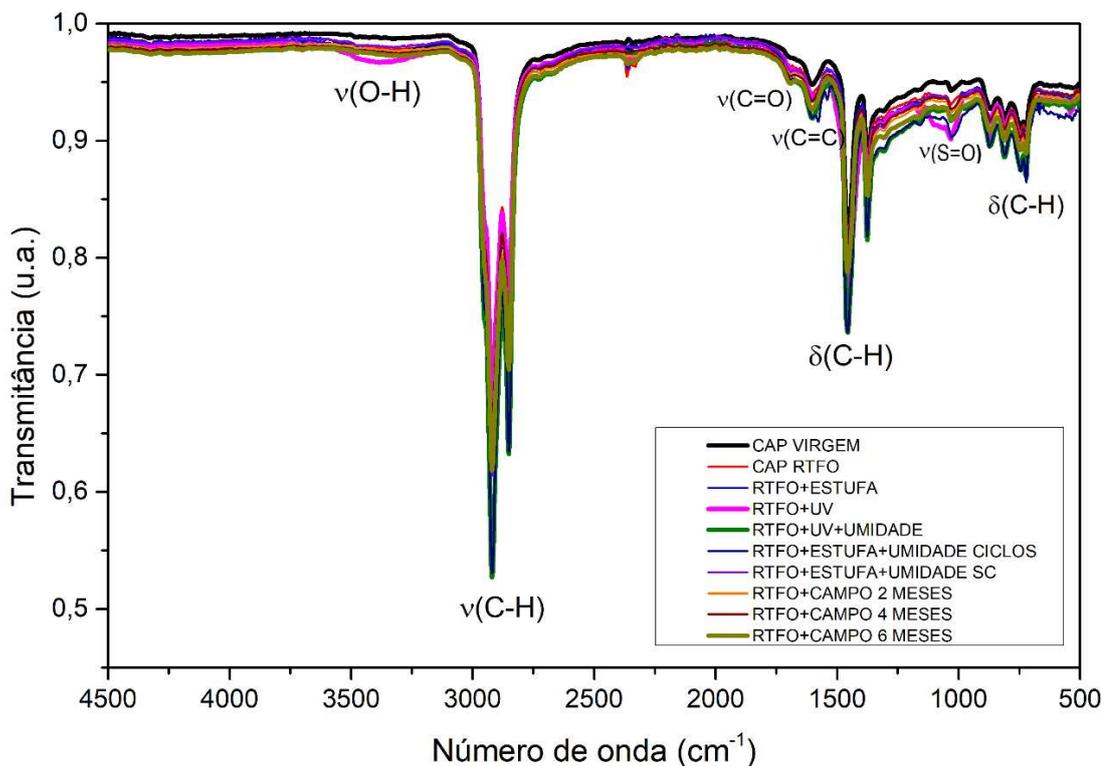
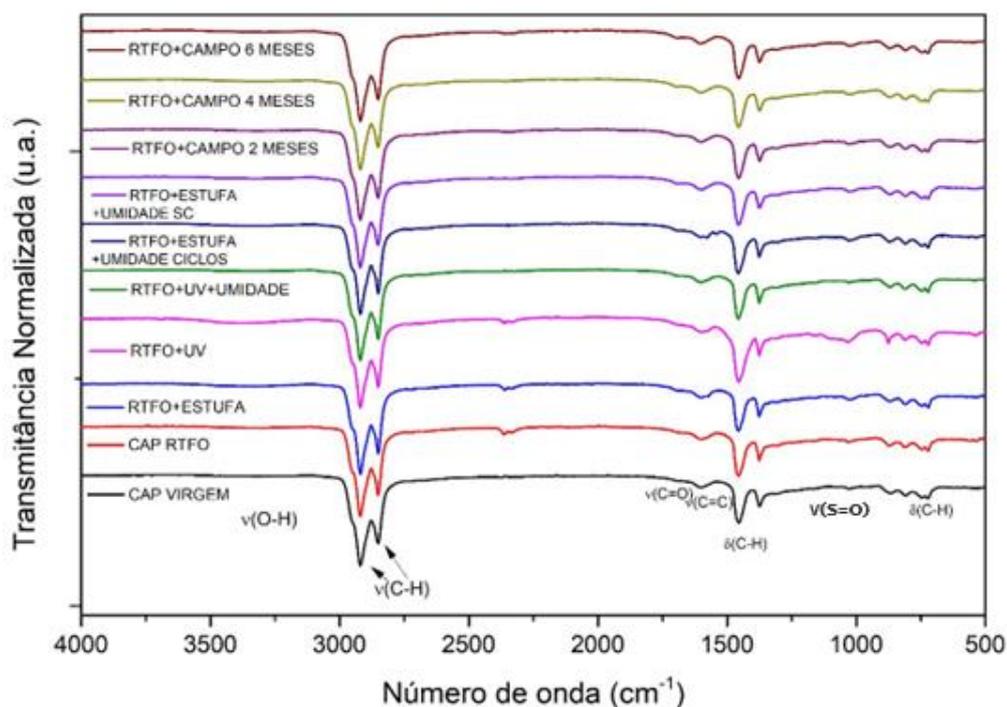


Figura 51 – Espectros de FTIR por transmitância normalizada para as amostras de ligante asfáltico virgem e submetidas aos protocolos de envelhecimento



Quanto a caracterização do ligante, os principais sinais indicativos da sua composição estão presentes em regiões comuns a compostos hidrocarbonetos, sendo estas caracterizadas por picos de alta intensidade, referentes a estiramentos (ou deformações axiais) para grupos alifáticos saturados entre 3000 e 2800 cm^{-1} . Nesta faixa foram encontrados picos em 2951 cm^{-1} e 2867 cm^{-1} , para estiramentos assimétrico e simétrico em grupos metila ($-\text{CH}_3$) e picos em 2919 cm^{-1} e 2850 cm^{-1} , para estiramentos assimétrico e simétrico em grupos metileno ($-\text{CH}_2-$), além de um pico em 2890 cm^{-1} para estiramento de grupos metina ($-\text{CH}-$), parcialmente obscurecido pelo 2919 cm^{-1} .

Picos com baixa intensidade foram encontrados entre 2000 e 1700 cm^{-1} , indicando bandas harmônicas para aromáticos substituídos, bem como pequenos picos para grupos carbonilas ($\text{C}=\text{O}$) em pequena quantidade entre 1760 e 1700 cm^{-1} . A presença de um pico em torno de 1600 cm^{-1} é indicativo de insaturações ($\text{C}=\text{C}$) em anéis, juntamente com picos em torno de 1478 cm^{-1} , sendo este último geralmente obscurecido pelo pico de deformação angular de grupos metileno ($-\text{CH}_2-$) em 1455 cm^{-1} .

O aparecimento deste último pico (média intensidade em 1455 cm^{-1}) referente a deformação angular de grupos metileno ($-\text{CH}_2-$), está em conformidade com os picos deste grupo para deformação axial (2921 cm^{-1} e 2850 cm^{-1}), enquanto que o pico em 1373 cm^{-1} , referente a deformação angular em grupos metila ($-\text{CH}_3$), está em conformidade com picos de deformação axial em 2952 e 2869 cm^{-1} . Por fim, o pico em torno de 720 cm^{-1} é referente a vibração do tipo “*rocking*” para cadeias saturadas acima de 4 carbonos, $-(\text{CH}_2)_n-$, com $n \geq 4$, confirmando a característica orgânica do ligante com presença de grupos saturados, insaturados e aromáticos.

A Tabela 13 apresenta o resumo dos picos mais importantes e recorrentes para os ligantes asfálticos, bem como compostos orgânicos identificados no ensaio de FTIR de acordo com o número de onda.

Tabela 13 – Grupo de compostos orgânicos identificados no FTIR

	Correspondente	Modo de vibração
3000 - 2800	deformações axiais para grupos alifáticos saturados	Deformação
2951 - 2867	estiramentos assimétricos e simétrico em grupos metila (-CH ₃)	estiramentos
2850 - 2919	estiramentos assimétricos e simétrico em grupos metileno (-CH ₂ -)	estiramentos
2890	estiramento de grupos metina (-CH-)	estiramentos
2000 - 1700	bandas harmônicas para aromáticos substituídos	
1760 - 1700	para estiramentos de carbonilas (C=O)	Estiramentos
1600	insaturações (C=C) em anéis	
1455	deformação angular de grupos metileno (-CH ₂ -)	Deformação
1373	deformação angular em grupos metila (-CH ₃)	Deformação
720	vibração do tipo “rocking” para cadeias saturadas acima de 4 carbonos, $-(CH_2)_n-$	

Por meio das Figuras 50 e 51 foram encontrados alguns picos com intensidade relevante para indicar um grau de oxidação para o tratamento (protocolo), como em regiões entre 1760 cm^{-1} e 1700 cm^{-1} , para estiramentos de carbonilas (C=O) ou entre 1250 cm^{-1} e 1000 cm^{-1} , para estiramentos de grupos de sulfóxidos (S=O). Outra região em que foi encontrado sinal indicativo de funções oxigenadas foi entre 3200 cm^{-1} e 3600 cm^{-1} , relativo à vibração em grupos O-H (hidroxilas). Para estes picos, nota-se que com o aumento de processos nos quais o ligante foi exposto, houve um aumento das intensidades, indicando que há maior nível de oxidação, principalmente quando o ligante é exposto a radiação eletromagnética na região do ultravioleta, sendo esta, responsável por processos envolvendo reações radicalares envolvendo oxigênio do ar e os compostos, em geral insaturados, do ligante asfáltico.

Esses resultados corroboram com encontrados por Xu *et al.* (2022) onde verificaram que tanto os ligantes básicos quanto os modificados são sensíveis ao efeito da radiação UV, resultando em índices de grupos funcionais contendo oxigênio mais elevados, bem como um envelhecimento mais profundo.

Elseifi *et al.* (2012) comentam em seu estudo que os eventos identificados nos intervalos de 1600-400 cm^{-1} e 2920-2850 cm^{-1} podem estar relacionados a asfaltenos. Entretanto, estas

bandas podem não ser exclusivas dos asfaltenos, uma vez que o componente polar dos maltenos também pode exibir picos nas mesmas faixas. Em estudo anterior (Elseifi *et al.*, 2010), foi constatado que o teor de asfaltenos nos ligantes asfálticos é um importante parâmetro pois está ligado ao nível de fragilidade do ligante na mistura asfáltica. Teores maiores deste componente tornam a mistura mais rígida e menos elástica, enquanto que maiores teores de maltenos tornam o ligante flexível e elástico.

De maneira geral, por meio das Figuras 50 e 51 verificou-se que as amostras envelhecidas foram as que apresentaram maiores picos de transmitância, principalmente para o ligante submetido aos protocolos com radiação UV e envelhecido em campo por maiores períodos. Este comportamento supracitado pode indicar que a predominância dos grupos asfaltenos e resinas, que são componentes polares, aumentou para a amostra do protocolo UV pois a exposição destas aos raios ultravioleta e variações térmicas causaram maior envelhecimento do ligante, caracterizado pelos picos de transmitância. Entretanto para as demais amostras envelhecidas, além dos grupos de asfaltenos e resinas, pode ter predominado componentes de baixa polaridade, os maltenos (saturados e aromáticos), que estão ligados a um melhor poder de elasticidade dos ligantes asfálticos. Desta forma, o indicativo da predominância de componentes que fornecem características elásticas sinaliza que foram preservadas propriedades do ligante, diminuindo o processo oxidativo.

Li *et al.* (2023) mostraram que a geração de micro trincas e o aumento do peso molecular após o envelhecimento UV diminuíram o desempenho de adesão do ligante, e a degradação é mais significativa sob as condições de associação luz-oxigênio. Isso indicou que mais componentes leves foram transformados em aromáticos e asfaltenos polares, comprometendo o desempenho do ligante. Além disso, a correlação da associação luz-oxigênio foi mais evidente do que sob condição de oxigênio isolada, pois os coeficientes de correlação entre o peso molecular e a adesão sob duas condições de envelhecimento UV foram superiores a 0,90, mostrando que o peso molecular pode caracterizar a degradação da adesão do ligante após o envelhecimento UV.

O comportamento dos eventos apresentados nas Figuras 50 e 51 é semelhante ao encontrado no estudo de Cravo (2016). A autora verificou que os envelhecimentos térmico e fotoquímico seguiram mecanismos de reação diferentes, pois a interação dos compostos poliaromáticos presentes no ligante com a radiação UV promoveu reações químicas que não estão presentes no envelhecimento térmico, onde em todas as técnicas utilizadas para

acompanhar as mudanças químicas, as amostras foto degradadas foram sempre as que apresentam maiores mudanças.

Zeng *et al.* (2015) e Wei *et al.* (2019) por meio dos resultados do FTIR demonstraram que o ligante virgem foi oxidado sob radiação ultravioleta, e ainda segundo Zeng *et al.* (2015), o grau de oxidação do ligante aumentaram dramaticamente na condição de temperatura do envelhecimento UV à 70°C. De acordo com Wei *et al.* (2019) embora o ligante seja considerado um tipo de material impermeável, a umidade também penetra no interior do ligante com a geração de microfissuras na superfície deste. Sob radiação UV, os componentes saturados e aromáticos do ligante são ligeiramente dissolvidos em água, de modo que os componentes leves diminuem, o que acelera o envelhecimento do ligante.

Alguns pesquisadores mostram mudança detectável de componentes químicos em ligante condicionado por umidade (HUNG *et al.*, 2017; LIU *et al.*, 2018). De acordo com Ahmad *et al.* (2018) as propriedades químicas são alteradas após o condicionamento de umidade, incluindo grupos funcionais relacionados ao envelhecimento e outros componentes, como aromáticos e metileno. Na maioria dos casos, foi levantada a hipótese de que o oxigênio que pode existir na umidade reage com os componentes ativos do ligante. Segundo Ma *et al.* (2021) o efeito da umidade na deterioração da adesão e resistência coesiva é mais significativa do que uma possível reação química e que um ambiente de umidade de longo prazo pode levar à falha estrutural do ligante devido à infiltração de moléculas de umidade na matriz betuminosa e as associações intermoleculares entre moléculas de água e componentes betuminosos.

Na Tabela 14 estão disponíveis valores para índices de oxidação de regiões dos espectros relacionadas a funções orgânicas oxigenadas. Estes índices foram obtidos por integração de área. A soma da área total das regiões de oxidação são um parâmetro para avaliar o grau de oxidação dos ligantes perante os protocolos de envelhecimento. Como já exposto, processos envolvendo radiação UV indicaram maiores valores de oxidação em comparação aos envolvendo estufa. Outros processos de longa duração, como no campo, também indicaram altos níveis de oxidação devido à longa exposição da amostra à luz entre outras intempéries, principalmente os protocolos RTFO+CAMPO_{4MESES} e RTFO+CAMPO_{6MESES}.

Tabela 14 – Índices de oxidação para as amostras de ligante asfáltico submetidas aos protocolos de envelhecimento

AMOSTRA	I _{C=O} (%)	I _{OH} (%)	I _{S=O} (%)	I _{TOTAL} (%)
CAP VIRGEM	1,25	5,42	2,20	8,86
CAP RTFO	1,28	5,85	2,44	9,56
RTFO+ESTUFA	1,34	6,50	2,51	10,34
RTFO+UV	1,25	7,69	2,95	11,89
RTFO+UV+UMIDADE	1,27	6,99	2,29	10,55
RTFO+ESTUFA+UMIDADE _{CICLOS}	1,30	5,90	2,63	9,83
RTFO+ESTUFA+UMIDADE _{SC}	1,28	6,46	2,37	10,11
RTFO+CAMPO 2 MESES	1,30	6,30	2,42	10,01
RTFO+CAMPO 4 MESES	1,34	6,98	2,52	10,84
RTFO+CAMPO 6 MESES	1,38	8,05	2,41	11,84

Na análise do índice de envelhecimento (CAI) proposto por Mousavi *et al.* (2016), determinado em função do somatório de I_{C=O}, I_{OH} e I_{S=O} verificou-se que os protocolos RTFO+UV, RTFO+UV+UMIDADE, RTFO+CAMPO_{4MESES} e RTFO+CAMPO_{6MESES} propiciaram maiores aumentos do parâmetro em relação ao ligante virgem, da ordem de 34,2%, 19,0%, 22,3% e 33,6%, respectivamente. É importante frisar que normalmente a tendência de envelhecimento de ligantes asfálticos é decorrente da formação de compostos como carbonilas (C=O) com bandas de referência de 1700 cm⁻¹ e sulfóxidos (S=O) com bandas de referência 1032 cm⁻¹, entretanto nesta pesquisa foi constatado a presença de grupos de hidroxilas (OH) para os ligantes virgem e envelhecidos.

Os resultados obtidos corroboram com os estudos de Jiang *et al.* (2023) que analisaram o índice de envelhecimento (CAI) em função dos compostos de carbonila e de sulfóxidos de três ligantes asfálticos e verificaram que o CAI aumentou após o envelhecimento. Isso indicou que houve acúmulo de reação de oxidação nos três tipos de ligante durante o envelhecimento. Os autores ainda verificaram que o envelhecimento a longo prazo propiciou maior rigidez ao ligante e melhorou a resistência à deformação do ligante, principalmente devido à transformação das frações leves em frações pesadas, fazendo este enrijecer.

4.2 Análise Empírica Física e Reológica dos Ligantes Asfálticos

4.2.1 Ponto de Amolecimento e Viscosidade Rotacional

A Tabela 15 apresenta os resultados empíricos físicos e reológicos das amostras de ligantes virgem e envelhecidos.

Tabela 15 - Resultados empíricos físicos e reológicos do ligantes asfáltico virgem e submetidos a diferentes protocolos de envelhecimento

CAP 50/70					
Resultados					
	Ponto de Amolecimento (°C)	Aumento do Ponto de Amolecimento (°C)	Viscosidade Rotacional (cP)		
			135°C	150°C	170°C
VIRGEM	51,5	-	405,68	201,70	74,15
RTFO	53,8	2,3	600,42	270,11	94,38
RTFO+UV	58,3	6,8	629,20	290,60	97,85
RTFO + UV+ UMIDADE	59,0	7,5	637,28	294,84	99,26
RTFO + ESTUFA	58,0	6,5	752,00	346,40	113,46
RTFO + ESTUFA + UMIDADE CICLOS	57,0	5,5	743,80	340,88	111,23
RTFO + ESTUFA + UMIDADE SC	56,5	5,0	667,59	308,57	102,55
RTFO+CAMPO 2 MESES	53,5	2,0	672,13	309,81	101,90
RTFO+CAMPO 4 MESES	56,8	5,3	691,50	319,53	105,53
RTFO+CAMPO 6 MESES	57,3	5,8	762,33	337,36	109,49

Por meio da Tabela 15 pode-se verificar que houve aumentos nas temperaturas de ponto de amolecimento na medida em que os ligantes eram submetidos aos protocolos mais severos de envelhecimento a longo prazo quando comparadas ao envelhecimento a curto prazo. A análise estatística mostrou que não houve diferença significativa ao se comparar amostras envelhecidas à curto prazo (RTFO) com amostras virgens, pois foi observado que o valor de p foi 0,13 (superior ao nível de significância), portanto aceita-se a hipótese nula.

Na comparação dos resultados dos pontos de amolecimento dos ligantes envelhecidos à longo prazo em diferentes protocolos, considerando a interferência da temperatura, radiação UV e umidade observa-se que o envelhecimento proporcionou aumento no ponto de amolecimento e este foi crescente à medida que as interferências foram somadas. Estes resultados corroboraram com os encontrados por Cravo (2016) que verificou que o envelhecimento oxidativo e foto oxidativo causam alterações reológicas e físico-químicas relevantes nas amostras irradiadas, o que já era um resultado a ser esperado, considerando que de fato o envelhecimento interfere na rigidez do ligante.

Portanto os valores obtidos indicam uma tendência de aumento do ponto de amolecimento para o ligante quando este é submetido a diferentes variáveis, onde as amostras envelhecidas nos protocolos RTFO+UV+UMIDADE, RTFO+UV e RTFO+ESTUFA apresentaram maiores incrementos da ordem de 9,67%, 8,36% e 7,81%, respectivamente, quando comparadas com o envelhecimento a curto prazo.

Essa tendência de aumento em função dos protocolos corrobora com os estudos de Wu *et al.* (2008 a; 2008 b) onde mostraram que no envelhecimento à longo prazo o ponto de amolecimento do ligante asfáltico convencional aumentou consideravelmente e gradualmente com o tempo de envelhecimento exposto. Esse comportamento pode ser explicado em função do aumento de asfaltenos, com alto peso molecular, que foram formados devido ao processo de envelhecimento foto oxidativo, detectado nas análises de FTIR, permitindo o aumento da propriedade. Embora nessa pesquisa nos protocolos utilizando a câmara UV o tempo de envelhecimento tenha sido superior, o comportamento mencionado pelos autores não foi tão perceptível, pois os aumentos não ocorreram de forma gradual.

As amostras de ligantes mostraram-se susceptíveis ao envelhecimento a longo prazo quando comparadas ao ligante virgem, diferentemente dos resultados obtidos no envelhecimento a curto prazo (RTFO). Essa significância pôde ser comprovada a partir da realização de testes t, onde nas amostras envelhecidas a curto e longo prazo pelos protocolos RTFO+ESTUFA, RTFO+UV, RTFO+ESTUFA+UMIDADE_{CICLOS}, RTFO+UV+UMIDADE, RTFO+ESTUFA+UMIDADE_{SC}, RTFO+CAMPO_{4MESES} e RTFO+CAMPO_{6MESES} foram obtidos p-valores de 0,012, 0,017, 0,0016, 0,009, 0,019, 0,03 e 0,02 respectivamente. Dessa forma, observa-se que a maioria dos protocolos a longo prazo apresentaram diferenças estatisticamente significativas com exceção dos protocolos RTFO e RTFO+CAMPO_{2MESES} pois

foram obtidos p valores superiores ao nível de significância (0,05) de 0,12 e 0,1, respectivamente.

Quando comparadas com amostras envelhecidas a curto prazo foram obtidos p valor de 0,042, 0,049, 0,069, 0,028, 0,09, 0,8, 0,08 e 0,08 para os protocolos supracitados, dessa forma diferenças significativas não foram verificadas apenas para o protocolo RTFO+CAMPO_{2MESES} pois o respectivo p valor foi superior ao nível de significância (0,05). Os resultados mostraram que os aumentos no ponto de amolecimento foram praticamente iguais para esses protocolos (RTFO e RTFO+CAMPO_{2MESES}), evidenciando que o tempo de dois meses não foi suficiente para envelhecer o ligante.

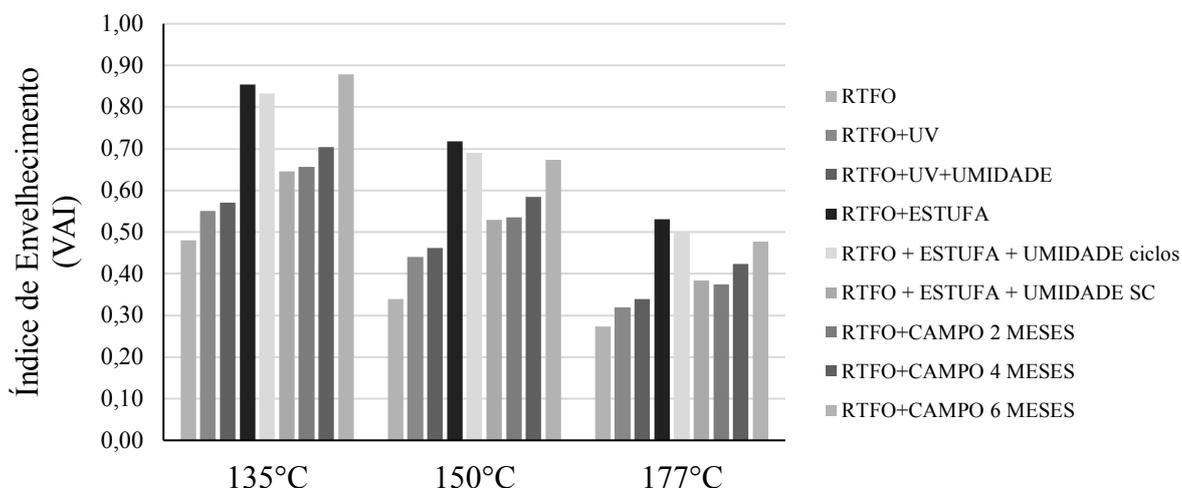
Na análise dos efeitos do envelhecimento oxidativo e foto oxidativo no ponto de amolecimento das amostras de ligantes, verificou-se que não houve diferenças significativas entre os resultados encontrados (p valor = 0,81). Este fato pode ser justificado em função da temperatura da câmara UV, que atingiu o máximo de 60°C. Nos estudos realizados por Zeng *et al.* (2015) os resultados de ensaios de ponto de amolecimento e penetração indicaram que a temperatura de 50 °C pode apenas influenciar ligeiramente o envelhecimento UV, onde o grau de oxidação aumentou dramaticamente na condição de temperatura do envelhecimento UV à 70°.

O ensaio de viscosidade rotacional foi realizado em todas as amostras submetidas ao envelhecimento à longo prazo. De acordo com os resultados da Tabela 15, observa-se que houve um aumento da viscosidade do ligante com o envelhecimento, principalmente nos protocolos utilizando a estufa convencional. Observa-se também que para todos os protocolos essa elevação da viscosidade foi ocasionada principalmente nas temperaturas mais baixas, onde considerando o protocolo RTFO+ESTUFA que foi o que teve maior interferência na viscosidade, apresentou uma variação em relação ao ligante virgem de 46%, 41,8% e 34,6% para as respectivas temperaturas 135°C, 150°C e 177°C.

Mousavi *et al.* (2016) avaliaram os efeitos do envelhecimento do ligante asfáltico por meio de um índice baseado na viscosidade rotacional descrito como VAI - Viscosity Aging Index (Equação 14). A Figura 52 apresenta os valores do índice de envelhecimento (VAI) que evidencia a relação dos ligantes antes e após serem submetidos aos diferentes protocolos de envelhecimento.

$$VAI = \frac{\text{viscosidade (envelhecida)} - \text{viscosidade (não envelhecida)}}{\text{viscosidade (não envelhecida)}} \quad \text{Equação (14)}$$

Figura 52 - Índice de envelhecimento (VAI) das amostras de ligante asfáltico



Na análise dos dados apresentados na Figura 52 é possível que os verificar que os protocolos adotados foram determinantes para aumento do VAI, pois estes mostraram-se influentes na análise do parâmetro. Os ligantes asfálticos envelhecidos a curto prazo apresentaram melhor desempenho em ambas as temperaturas, seguido do protocolo RTFO+UV, pois estes apresentaram uma menor suscetibilidade ao envelhecimento oxidativo e foto oxidativo.

Esses resultados seguiram a mesma tendência dos estudos realizados por Liu *et al.* (2022) onde verificaram que após o envelhecimento por UV, o ponto de amolecimento e a viscosidade rotacional dos quatro ligantes analisados aumentaram gradualmente, enquanto a ductilidade e a penetração diminuíram, indicando que o envelhecimento por UV causa a melhoria das propriedades de alta temperatura do ligante e a deterioração de suas propriedades de baixa temperatura.

Os autores ainda verificaram que com o aumento do tempo de envelhecimento UV, que a amplitude de mudança dos indicadores acima parece diminuir gradativamente, demonstrando que os efeitos da irradiação ultravioleta nas propriedades do ligante podem ocorrer principalmente no estágio inicial. Isso porque durante o processo de envelhecimento do ligante por UV, uma camada dura carbonizada será formada na superfície do filme asfáltico e a formação dessa camada dura protegerá parte da luz ultravioleta, fazendo com que a taxa de envelhecimento UV do ligante diminua gradualmente (Das *et al.*, 2014).

Os autores também frisaram que as discriminações de alguns índices na avaliação das propriedades do ligante não são óbvias, o que pode ser devido a essa sensibilidade dos índices

das propriedades físicas convencionais aos comportamentos de envelhecimento UV ser relativamente menor. Portanto, pode não ser apropriado adotar o teste convencional de propriedades físicas para caracterizar os comportamentos de envelhecimento UV do ligante.

Além disso, ao realizar o teste de envelhecimento UV de ligantes asfálticos, a espessura do filme da amostra é relativamente pequena, por isso é difícil obter maior quantidade de amostras por meio de um único teste de envelhecimento. Por outro lado, os testes de propriedades físicas acima exigem quantidades relativamente maiores, sendo necessário, portanto, submeter mais de uma amostra e isso pode de alguma maneira comprometer os resultados.

Os resultados obtidos também corroboram com os estudos de Jiang *et al.* (2023), que ao investigaram os efeitos do envelhecimento a curto e longo prazo nas propriedades reológicas do ligante de alta viscosidade HVMA, ligante modificado com borracha (CRMA) e ligante puro (SK-90) verificaram que os VAIs dos três tipos de ligantes após o envelhecimento de curto prazo são menores do que após o envelhecimento de longo prazo, evidenciando que os efeitos do envelhecimento de curto prazo na viscosidade dinâmica não foram tão significativos quanto os do envelhecimento de longo prazo.

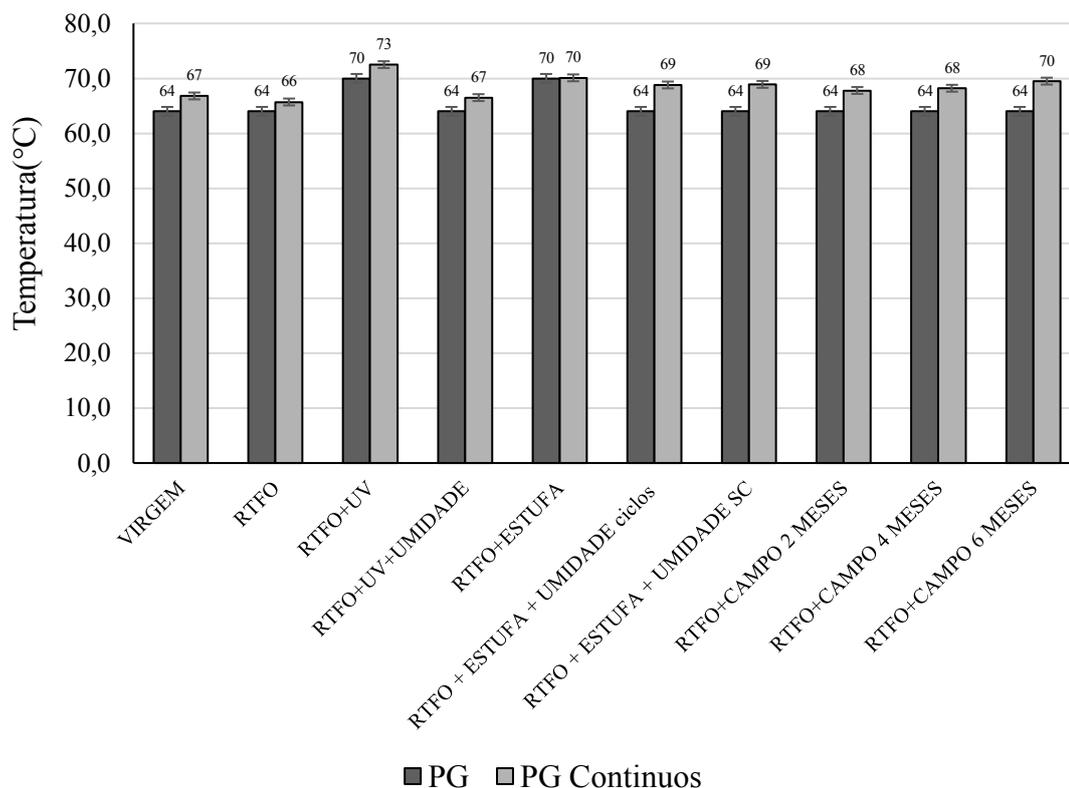
Na comparação dos resultados obtidos nos protocolos em campo, observou-se que os protocolos RTFO+CAMPO_{6MESES} apresentou uma maior compatibilidade com o protocolo RTFO + ESTUFA, pois os resultados foram os que mais se aproximaram.

4.2.2 Grau de desempenho – PG

Os parâmetros reológicos para os ligantes puro e modificados antes e após RTFO, tais como o Módulo de Cisalhamento Dinâmico (G^*), que está relacionado à rigidez do ligante e, como resultado principal, o grau de desempenho (PG), que delimita a faixa de temperatura de uso mínima e máxima de utilização do ligante, foram determinados por meio dos ensaios realizados no reômetro.

Devido ao fato de que em países de clima tropical como o Brasil não é comum a ocorrência de temperaturas negativas, nesse estudo foi dispensado a realização do ensaio para se determinar a temperatura mínima de PG, detendo-se apenas à temperatura máxima de PG. A Figura 53 apresenta os resultados das temperaturas de PG e PG contínuo de utilização do ligante asfáltico antes e após o processo de envelhecimento a curto prazo (RTFO).

Figura 53 - Grau de desempenho dos ligantes asfálticos virgens e envelhecidos: PG e PG contínuo



Observa-se que o ligante asfáltico envelhecido à longo prazo apresentou um aumento de 9,37% na temperatura de PG apenas após o envelhecimento RTFO+ESTUFA e RTFO+UV, crescendo de 64°C para 70°C para ambos os protocolos, subindo, portanto, um degrau na temperatura de PG. Dessa forma o envelhecimento pode ser apontado como fator preponderante para o aumento da viscosidade do ligante, onde o efeito da oxidação propiciou uma maior rigidez e aumento na deformabilidade frente a altas temperaturas.

Na análise dos ligantes envelhecidos em campo observou-se que estes seguiram a mesma tendência dos demais protocolos onde as temperaturas de PG atingiram 64°C. Os ligantes envelhecidos nos protocolos com a adição da umidade apresentaram redução na temperatura de PG quando comparados aos mesmos protocolos sem umidade (Estufa e UV), onde a redução foi de um degrau na temperatura de PG (64°C), apontando a umidade como possível fator de redutor de viscosidade.

O grau de desempenho é subdividido em classe, e cada classe possui uma amplitude de 6°C, em que ligantes de diferentes origens podem estar numa mesma classe, porém com diferenças de PG variando em até 6°C. Por isso, destaca-se a importância de se analisar os ligantes de acordo com a sua variação unitária. Esta variante do ensaio de PG possibilita uma

análise mais próxima do comportamento dos ligantes asfálticos envelhecidos. Como especificado na norma ASTM D6373:2021, utilizou-se os valores da temperatura de falha do ligante antes e após o processo de envelhecimento RTFO, conforme apresentado na Figura 53. O fato de o PG variar em amplitude de 6°C também implica na determinação de graus de desempenho mais altos ou mais baixos do que o real.

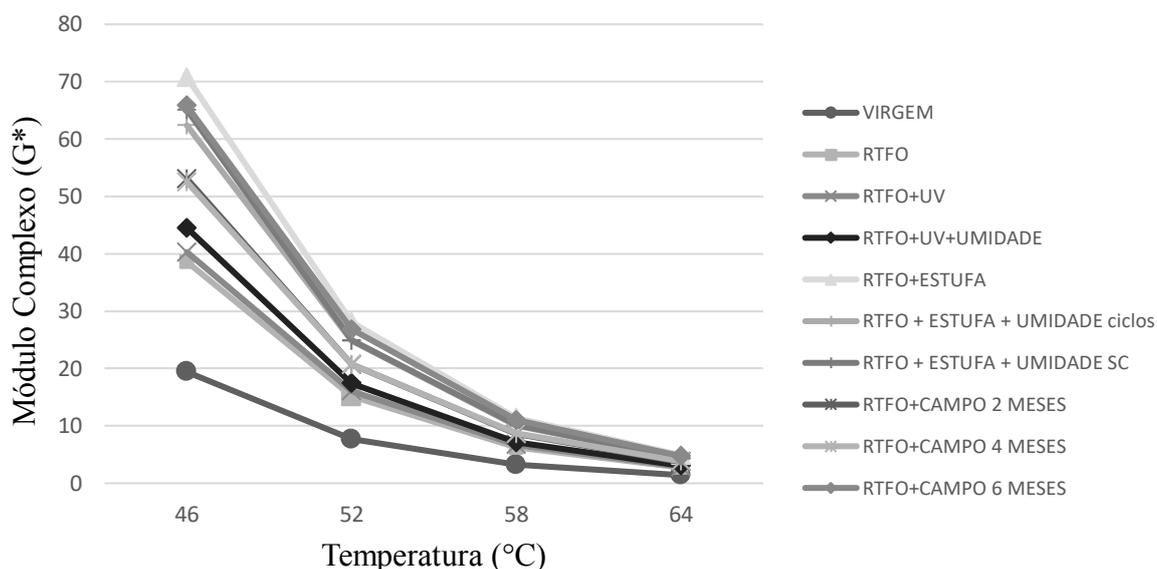
A Tabela 16 apresenta as variações de temperatura antes e após RTFO entre o PG e o PG contínuo das amostras, e pode-se notar que a variação do PG tradicional para o PG contínuo ocorre entre 0°C à 6°C. Observa-se que a amostra envelhecida no protocolo RTFO+ESTUFA não apresentou variação nas temperaturas, apontando a amostra como a mais representativa dentre as demais amostras por possuir valor de PG próximo do seu verdadeiro ponto de falha.

Tabela 16 - Variação das temperaturas de PG e PG contínuo nas amostras dos ligantes asfálticos

PROTOCOLOS	VARIÇÃO DO PG E PG CONTÍNUO	
	(°C)	(%)
VIRGEM	3,0	4,7
RTFO	2,0	3,1
RTFO+UV	3,0	4,3
RTFO+UV+UMIDADE	3,0	4,7
RTFO+ESTUFA	0,0	0,0
RTFO + ESTUFA + UMIDADE_{CICLOS}	5,0	7,8
RTFO + ESTUFA + UMIDADE_{SC}	5,0	7,8
RTFO+CAMPO 2 MESES	4,0	5,3
RTFO+CAMPO 4 MESES	4,0	6,3
RTFO+CAMPO 6 MESES	6,0	9,4

A Figura 54 apresenta a variação do parâmetro Módulo de Cisalhamento Dinâmico (G^*) das amostras em função da temperatura.

Figura 54 - Parâmetro Módulo de Cisalhamento Dinâmico (G^*) em função da temperatura antes e após o envelhecimento



Após o envelhecimento a curto prazo (RTFO), observa-se, em geral, um aumento no valor de G^* das amostras analisadas, em que todas as amostras de ligantes envelhecidos a curto e longo prazo apresentaram valores superiores aos da amostra de ligante virgem. Estes resultados apontam um ganho de rigidez do ligante mediante o envelhecimento, dessa forma o desempenho dos ligantes envelhecidos considerando o comportamento reológico, foram superiores, destacando-se na ordem crescente o protocolo RTFO+ESTUFA, RTFO+ESTUFA+UMIDADE_{SC} e RTFO+ESTUFA+UMIDADE_{CICLOS}.

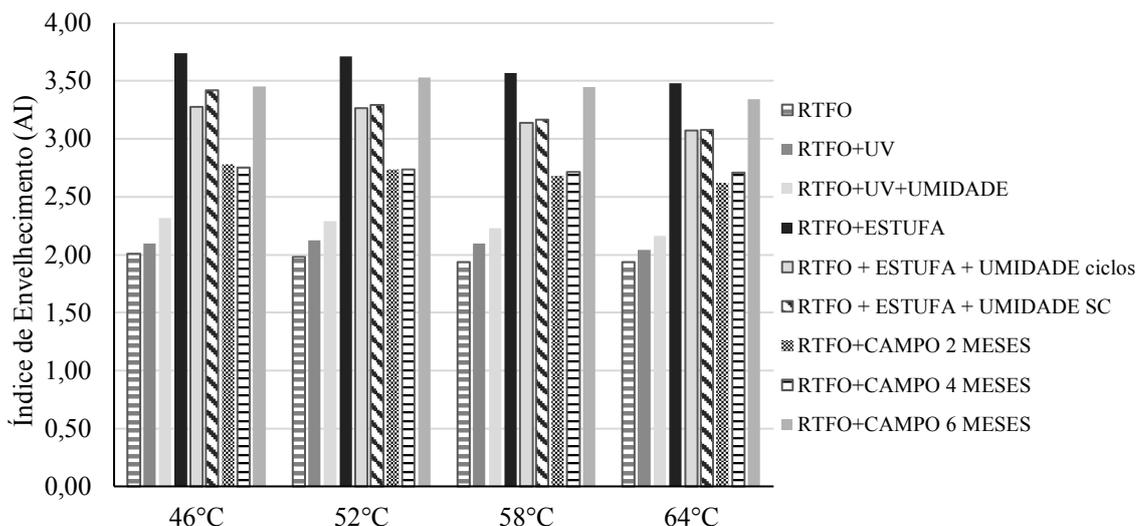
Com base nas as amostras envelhecidas em campo verificou-se que estas apresentaram ganho de rigidez similares aos protocolos de laboratório a longo prazo, com valores superiores ao protocolo RTFO, onde no envelhecimento de 2 e 4 meses os valores foram constantes, e a partir do 6º mês houve aumento para todas a temperaturas. Estes resultados corroboram com os estudos realizados por Dantas (2015) que ao submeter amostras de ligantes as intempéries verificou que a intemperização ao ar induz a mecanismos de oxidação por vezes diferentes daqueles da estufa RTFO, levando a quebra de cadeias ou geração de hidrogênios lábeis, constatando ao final do experimento (RTFO + 12 meses de intemperismo) um melhor comportamento principalmente dos ligantes modificados, frente às deformações permanentes, em que os modificadores imprimiram um ganho para o ligante, com alterações nos valores do Módulo de Cisalhamento Dinâmico (G^*).

O comportamento do Módulo de Cisalhamento Dinâmico (G^*) evidenciado nessa pesquisa também corrobora parcialmente com os resultados encontrados por Marinho Filho (2017) que expôs filmes de ligante em campo previamente envelhecidos na estufa RTFO. O autor verificou que para as condições pós RTFO - 1º mês e 2º mês não houve grandes variações no grau de desempenho, mas a partir do 3º mês houve um aumento significativo do PG. Nesta pesquisa verificou-se que as variações foram mais evidentes apenas a partir do 6º mês. Ma *et al.*, (2021) também constataram que o Módulo de Cisalhamento Dinâmico do ligante modificado com SBS aumentou significativamente após o envelhecimento ao ar livre e na câmara UV.

Por meio da Figura 54 observa-se também que para ambos os protocolos de envelhecimento à medida que a temperatura aumenta há uma diminuição de G^* , ou seja, os ligantes são mais susceptíveis para temperaturas mais altas, tornando-se menos rígidos. Qian *et al.* (2020) destacaram que no aspecto do desempenho em baixa temperatura, o módulo de rigidez e o índice de envelhecimento do módulo de rigidez do ligante foram aumentados corroborando com os resultados obtidos. Para essa simulação de envelhecimento os autores avaliaram o impacto da associação de diferentes ambientes aquáticos (sal, ácido) e radiação UV nas propriedades reológicas e microestrutura do ligante.

A Figura 55 apresenta os valores do índice de envelhecimento (AI) obtidos por meio da relação entre os parâmetros $G^*/(\sin\delta)$ dos ligantes antes e após serem submetidos aos diferentes protocolos de envelhecimento. O SHRP (Strategic Highway Research Program) recomenda este índice para avaliar a capacidade do ligante de resistir à deformação permanente de alta temperatura. Quanto maior o fator $G^*/\sin\delta$, melhor o desempenho de resistência a deformação permanente a alta temperatura.

Figura 55 - Índice de envelhecimento das amostras de ligante asfáltico



Na análise dos dados apresentados na Figura 55 é possível verificar que os protocolos adotados foram determinantes para aumento do AI, pois estes mostraram-se influentes na análise do parâmetro, principalmente o envelhecimento a longo prazo. Esses resultados corroboram com o estudo de Jiang *et al.* (2023) onde verificaram que o envelhecimento a longo prazo propiciou efeitos mais significativos do que o envelhecimento de curto prazo. Marinho Filho (2017) também verificou esse comportamento do ligante 50/70, onde houve aumentos no valor de AI, ao serem expostos às intempéries (radiação UV, temperatura, umidade) em diferentes intervalos. Ma *et al.* (2021) mostraram que o fator $G^*/\sin\delta$ do ligante aumentaram após o envelhecimento para baixas e altas temperaturas. Entretanto houve uma tendência de diminuição com o aumento da temperatura, corroborando com o comportamento obtido nesta pesquisa.

Os ligantes asfálticos envelhecidos a curto prazo apresentaram menor valor de AI em ambas as temperaturas, seguido do protocolo RTFO+UV, pois estes apresentaram uma menor suscetibilidade ao envelhecimento oxidativo e foto oxidativo. Importante salientar que estes resultados divergem do esperado, pois a influência da radiação ultravioleta não agravou o envelhecimento quando comparado com o protocolo utilizando a estufa. Esse comportamento pode ser explicado em função da temperatura utilizada no protocolo UV, que foi inferior a utilizada na estufa devido a limitação de temperatura da câmara. Esses resultados corroboram com a pesquisa realizada por Zeng *et al.* (2015), que verificaram que o envelhecimento com temperaturas abaixo de 60°C podem apenas influenciar ligeiramente o envelhecimento UV, onde o grau de oxidação aumenta dramaticamente na condição de temperatura do

envelhecimento UV à 70°. É importante salientar que Cravo (2016) submeteu ligantes ao envelhecimento oxidativo e foto oxidativo, ambos com temperatura de 90°C e verificou que o envelhecimento foto oxidativo causou alterações reológicas relevantes nas amostras irradiadas, evidenciando que o parâmetro temperatura é preponderante no processo de envelhecimento.

Esta tendência de comportamento de aumento de AI com o envelhecimento foi constatada por Wei *et al.* (2019) que avaliaram o módulo complexo (G^*), ângulo de fase (δ) e o fator ($G^*/\sin\delta$) dos ligantes. Os resultados indicaram que o envelhecimento UV resulta no aumento do índice AI ($G^*/\sin\delta$) e na melhoria da resistência a deformação permanente. Além disso, os autores verificaram que a umidade agravou o envelhecimento UV do ligante, comportamento também evidenciado nesta pesquisa. Diferentemente do observado no protocolo ESTUFA+UMIDADE, onde não foi observada influência da água no protocolo. Este fato pode ser justificado em função da forma da inserção da umidade, já que no protocolo com a câmara UV a água foi inserida por condensação e na estufa por umedecimento e gotículas de chuva no ligante.

Os resultados reológicos encontrados neste ensaio corroboram com os resultados de estudos recentes realizados por Xu *et al.* (2022). Os autores verificaram que a temperatura de envelhecimento elevada, o tempo de envelhecimento prolongado e os estímulos de envelhecimento acoplados aceleraram o processo de envelhecimento, e a suscetibilidade ao envelhecimento dos ligantes é maior em temperaturas acima de 65 °C ou tempo de envelhecimento em 10 dias. A taxa de envelhecimento foi drasticamente acelerada quando a temperatura de envelhecimento excedeu 65 °C, enquanto foi desacelerada quando o tempo de envelhecimento excedeu 10 dias.

Segundo Xu *et al.* (2022) quanto mais associação de parâmetros intempéricos, envelhecimentos mais sérios são ocasionados, onde a soma das variáveis calor-oxigênio-UV-umidade causa o maior grau de envelhecimento, indicando um efeito de acoplamento óbvio no agravamento da deterioração dos ligantes. Na comparação com o envelhecimento térmico-oxidativo, o envelhecimento por radiação UV ou UV associada a umidade resulta em uma morfologia de superfície totalmente diferente do ligante, deixando uma superfície muito áspera, seca e pálida. Portanto, a radiação UV e a umidade não devem ser negligenciadas em simulações de envelhecimento em laboratório.

Na análise dos ligantes envelhecidos em campo percebe-se que quanto maior o tempo de exposição às intempéries maior o índice de envelhecimento do ligante, onde o protocolo de

6 meses de envelhecimento proporcionou um acréscimo de 28% no valor de AI em relação ao tempo de dois meses na temperatura de 64°C.

4.2.3 Fluência e recuperação sob tensões múltiplas - MSCR

A Tabela 17 apresenta os dados do ensaio MSCR realizados na temperatura de 64°C para os ligantes envelhecidos, pois foi a temperatura de PG obtida para o ligante virgem.

Tabela 17- Parâmetros obtidos no teste de fluência e recuperação sob tensão múltipla (MSCR).

Amostra	Ensaio (°C)	Complância não recuperável		Jnr, diff (%)
		Jnr (kPa ⁻¹)		
		0,1 kPa	3,2 kPa	
RTFO	64	3,8	4,03	6,23
RTFO+UV	64	3,24	3,34	2,97
RTFO+UV+UMIDADE	64	2,80	3,09	10,15
RTFO+ESTUFA	64	1,99	2,20	10,28
RTFO + ESTUFA + UMIDADE CICLOS	64	2,05	2,23	9,13
RTFO + ESTUFA + UMIDADE _{SC}	64	2,36	2,52	6,87
RTFO+CAMPO 2 MESES	64	2,44	2,68	9,57
RTFO+CAMPO 4 MESES	64	2,33	2,53	8,91
RTFO+CAMPO 6 MESES	64	1,68	1,86	10,89

O objetivo da análise dos ligantes asfálticos envelhecidos foi verificar a potencialidade dos agentes oxidantes e foto oxidantes desses materiais e como podem interferir no comportamento das misturas asfálticas. Portanto, os altos valores de Jnr obtidos indicam menor resistência do ligante à deformação permanente e conseqüentemente da mistura. Com os resultados de Jnr obtidos, é possível notar que não houve uma mudança brusca entre as tensões de 0,1 kPa e de 3,2 kPa, considerando cada protocolo individualmente. De acordo com a classificação da AASHTO M320, os ligantes podem ser classificados para tráfego padrão, pois se encaixam na classificação em função dos valores de Jnr encontrados, com exceção do ligante envelhecido em campo por 6 meses, pois este se enquadra no tráfego pesado.

Um teste t indicou que as diferenças obtidas foram estatisticamente significativas para a complância não recuperável (Jnr) quando comparadas o envelhecimento RTFO com os demais protocolos, considerando as médias dos valores de Jnr das duas tensões (0,1 kPa e de 3,2 kPa) com amostras ensaiadas na temperatura de PG de 64°C. Os valores de p encontrados

foram respectivamente, 0,037; 0,034; 0,007; 0,0067, 0,009, 0,015, 0,010 e 0,005 para os protocolos de envelhecimento RTFO+UV, RTFO+UV+UMIDADE, RTFO+ESTUFA, RTFO+ESTUFA+UMIDADE_{CICLOS}, RTFO+ESTUFA+UMIDADE_{SC}, RTFO+CAMPO_{2MESES}, RTFO+CAMPO_{4MESES} e RTFO+CAMPO_{6MESES}. Logo todos os valores de p obtidos foram inferiores a significância de 5%, rejeitando-se a hipótese nula de que não existe diferença estatística entre os resultados obtidos.

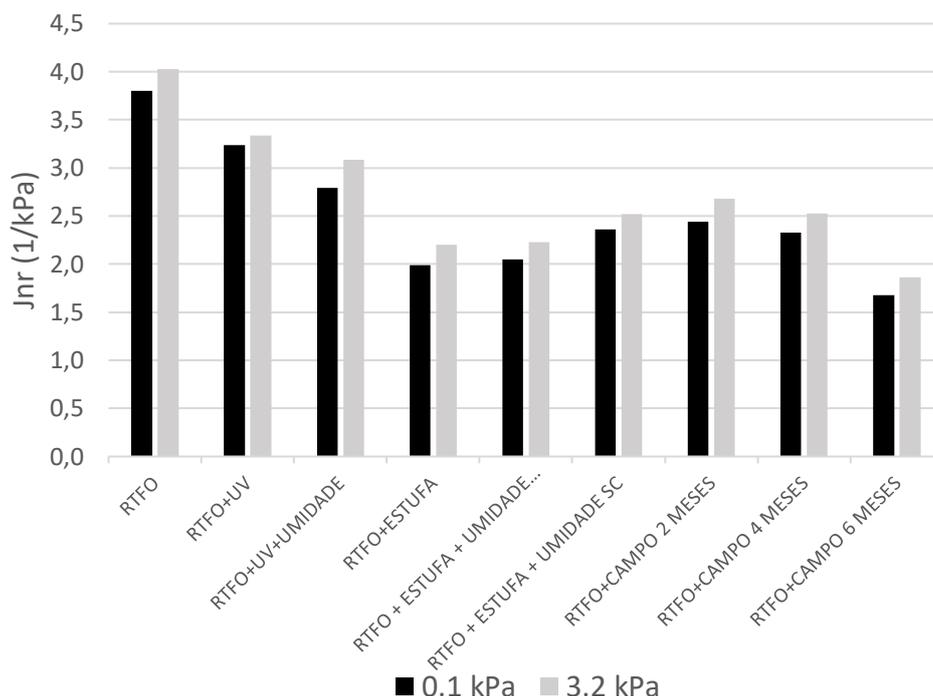
De acordo com os resultados obtidos das médias dos valores de Jnr dos protocolos a longo prazo verificou-se que na comparação dos protocolos RTFO+ESTUFA/RTFO+UV as diferenças mostraram-se significativas (p valor de 0,009). Assim como nos protocolos RTFO+UV/RTFO+UV+UMIDADE (p valor de 0,04) e RTFO+CAMPO_{2MESES}/RTFO+CAMPO_{6MESES} (0,03). As diferenças não se mostraram significativas para o parâmetro Jnr comparando o envelhecimento RTFO+ESTUFA/RTFO+ESTUFA+UMIDADE e RTFO+CAMPO_{2MESES}/RTFO+CAMPO_{4MESES}.

Estes resultados indicam que a temperatura utilizada no protocolo estufa (85° C) foi o que mais influenciou na diminuição do parâmetro. Além disso, no protocolo UV a umidade acarretou um maior processo oxidativo no ligante o que pode ter ocasionado um maior ganho de rigidez refletindo em menores valores de Jnr, diminuindo a suscetibilidade a deformação permanente. A adição da umidade no protocolo estufa não interferiu nos resultados, estes foram semelhantes, justificando o valor de p encontrado no Teste t (p valor = 0,77).

Os resultados reológicos encontrados nos estudos de Qian *et al.* (2020) corroboram com esta pesquisa, pois os autores verificaram que o ângulo de fase diminuiu após várias condições de envelhecimento, assim como o desempenho da resistência a deformação permanente foi melhorado. Além disso, os autores verificaram que em baixa temperatura, a taxa de fluência e o índice de envelhecimento da taxa de fluência foram diminuídos, e que condições do ambiente aquático aceleraram o envelhecimento do ligante sob radiação UV.

A Figura 56 apresenta os resultados de compliâncias não recuperáveis para o CAP 50/70 envelhecidos nos protocolos adotados na pesquisa, para as tensões de 100 Pa e 3200 Pa. Na análise do comportamento do ligante, verifica-se que com o envelhecimento, os valores de Jnr foram diminuídos para as tensões menores e maiores (100 Pa e 3200 Pa). Deve-se ressaltar que a atenção deve ser maior para os dados da compliância para os maiores valores de tensão, já que representam condições de aplicações de carga mais severas ao pavimento.

Figura 56- Compliâncias não recuperáveis para o CAP 50/70



Quanto menores os valores de J_{nr} melhor a capacidade do ligante de resistir à deformação em alta temperatura. Dessa forma o envelhecimento do ligante propiciou melhoras nos valores obtidos para as compliâncias não recuperáveis, ou seja, os valores foram diminuídos significando redução da suscetibilidade do material à deformação permanente. Essa diminuição foi mais evidenciada para os protocolos utilizando a estufa convencional, com e sem umidade, pois foram os que propiciaram maiores reduções do J_{nr} com relação ao ligante envelhecido na estufa RTFO, onde a adição da umidade não acarretou mudanças significativas.

Assim verifica-se que as reduções das compliâncias tem relação com o aumento de rigidez do ligante pelo processo de exposição destes às intempéries, também constatado por Nascimento (2015). Quanto maior o AI, melhor o desempenho de resistência a deformação permanente a alta temperatura. Logo os resultados de J_{nr} também corroboram com os obtidos em função do AI, pois foram observados aumentos de AI com o envelhecimento, principalmente no protocolo RTFO+ESTUFA. Esses resultados corroboram com o estudo de Ma *et al.* (2021) que mostraram que o parâmetro AI aumentou e as deformações permanentes do ligante obviamente diminuíram após o envelhecimento para baixas e altas temperaturas. Além disso, o envelhecimento ao ar livre propiciou o impacto mais significativo.

No entanto, em comparação com o envelhecimento em estufa, os efeitos do envelhecimento UV nos valores de J_{nr} do ligante são relativamente menores. Cravo (2016) utilizou temperatura de 90°C no envelhecimento foto oxidativo e constatou resultados relevantes nas amostras irradiadas. Dessa forma a temperatura foi o parâmetro que mais influenciou para o aumento do J_{nr} . Esse comportamento pode ter sido ocasionado pelo fato do efeito do envelhecimento UV nas propriedades de alta temperatura do ligante ocorrer principalmente no estágio inicial, como na presente pesquisa o ligante foi exposto durante 14 dias a radiação, tempo bem maior que passou na estufa (5 dias), isso pode ter influenciado, além do fato da temperatura adotada. Essa observação corrobora com os resultados obtidos por Liu *et al.* (2022) onde verificaram que com o crescimento dos tempos de envelhecimento UV, a taxa decrescente dos valores de J_{nr} diminuem gradualmente, o que também mostra que o efeito do envelhecimento UV nas propriedades de alta temperatura do ligante ocorreu principalmente no estágio inicial.

No geral, os valores de J_{nr} ligantes envelhecidos nos protocolos de laboratório a longo prazo mostram uma tendência de mudança, portanto, o valor de J_{nr} pode ser selecionado como um índice de avaliação inicial para analisar as propriedades de envelhecimento por UV do ligante nesta pesquisa. Este comportamento era esperado já que a exposição dos ligantes ao envelhecimento UV faz com que os ligantes tenham sua rigidez aumentada ao longo do tempo.

No tocante ao comportamento dos ligantes submetidos aos protocolos de envelhecimento em campo os resultados de J_{nr} obtidos mostraram uma diminuição do parâmetro em relação ao ligante envelhecido na estufa RTFO, onde o envelhecimento em campo (2 meses e 4 meses) propiciou valores de J_{nr} bem próximos, com um leve decréscimo para o tempo de 4 meses. Para a exposição de seis meses estes valores diminuiram, o que já era esperado, em função do maior tempo de envelhecimento imposto.

Na comparação com os protocolos desenvolvidos em laboratório o envelhecimento em campo (2 meses e 4 meses) tiveram uma maior similaridade de comportamento com o protocolo RTFO+ESTUFA+UMIDADE_{SC}. Este fato pode ser justificado em função de uma representação em laboratório mais próxima da realidade em campo, já que neste protocolo foi feita uma calibração no simulador de chuva considerando o parâmetro da pluviosidade média dos últimos anos na região de Campina Grande. Entretanto, o envelhecimento de seis meses mostrou-se mais compatível com o protocolo RTFO+ESTUFA, mostrando que as considerações observadas por Yin *et al.* (2017) para a misturas, também podem ser válidas para o ligante na interpretação desse parâmetro, já que segundo os autores o envelhecimento de misturas em

estufa a 85° por cinco dias equivale ao envelhecimento em campo de 6 a 11 meses a depender do clima.

Nas Tabelas 18 e 19 são apresentadas as análises de variância (ANOVA) para os parâmetros do percentual de recuperação e compliância não recuperável (J_{nr}), para os níveis de tensão de 0,1 kPa e 3,2 kPa. Essa análise foi realizada utilizando os resultados obtidos no ensaio de MSCR com nível do coeficiente de determinação de 5%.

Tabela 18 - ANOVA Jnr para 0,1 kPa - Ligantes envelhecidas

<i>Grupo</i>	<i>Contagem</i>	<i>Soma</i>	<i>Média</i>	<i>Variância</i>		
RTFO	2	7,6	3,8	0,02		
RTFO+UV	2	6,48	3,24	0,0002		
RTFO+UV+UMIDADE	2	5,59	2,795	0,00045		
RTFO+ESTUFA	2	3,98	1,99	0,0002		
RTFO + ESTUFA + UMIDADE _{CICLOS}	2	4,1	2,05	0,0032		
RTFO + ESTUFA + UMIDADE _{SC}	2	4,72	2,36	0,0512		
RTFO+CAMPO 2 MESES	2	4,88	2,44	0,0072		
RTFO+CAMPO 4 MESES	2	4,65	2,325	0,0685		
RTFO+CAMPO 6 MESES	2	3,36	1,68	0,1152		
Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	7,0197	8	0,8774625			
Dentro dos grupos	0,2661	9	0,029566667	29,67742	1,39E-05	3,229582613
Total	7,2858	17				

Tabela 19 - ANOVA Jnr para 3,2 kPa - Ligantes envelhecidas

<i>Grupo</i>	<i>Contagem</i>	<i>Soma</i>	<i>Média</i>	<i>Variância</i>		
RTFO	2	8,06	4,03	0,0002		
RTFO+UV	2	6,68	3,34	0,0002		
RTFO+UV+UMIDADE	2	6,17	3,085	0,00845		
RTFO+ESTUFA	2	4,4	2,2	0,02		
RTFO + ESTUFA + UMIDADE _{CICLOS}	2	4,46	2,23	0,0002		
RTFO + ESTUFA + UMIDADE _{SC}	2	5,04	2,52	0,0512		
RTFO+CAMPO 2 MESES	2	5,35	2,675	0,00605		
RTFO+CAMPO 4 MESES	2	5,06	2,53	0,0242		
RTFO+CAMPO 6 MESES	2	3,72	1,86	0,1152		
Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	7,123878	8	0,890484722			
Dentro dos grupos	0,2257	9	0,025077778	35,50892	6,45E-06	3,229582613
Total	7,349578	17				

Com base nos resultados estatísticos verifica-se que houve diferenças significativas entre os protocolos de envelhecimento adotados para ambos os parâmetros evidenciados para a maior e menor tensão, pois foi encontrado valores de F_{calc} maiores que o F_{tab} ou $F_{crítico}$ (3,23), e o p valor foi inferior ao nível de significância p (5% utilizado neste trabalho). Assim a hipótese inicial é rejeitada, neste caso os dados apresentam significância para o modelo, ou seja, o envelhecimento propiciou diferenças significativas nos valores dos parâmetros.

Outro parâmetro importante do ensaio MSCR é o Jnr diferencial (Jnr, diff), que é a medida da diferença entre o Jnr a 0,1 kPa e a 3,2 kPa, expresso em porcentagem. Os valores de Jnr, diff para os ligantes asfálticos envelhecidos têm a função de mostrar a sensibilidade dos materiais ao aumento dos níveis de tensão e deve permanecer abaixo de 75%, conforme AASTHO M320 (2017). Portanto, na faixa de temperatura estudada, observa-se que os ligantes asfálticos envelhecidos apresentaram valores inferiores ao limite de 75%, evidenciando que são adequados para utilização nessas faixas de temperatura.

Na Tabela 20 são apresentadas as análises de variância (ANOVA) do Jnr diferencial (Jnr, diff), para os níveis de tensão de 0,1 kPa e 3,2 kPa. Por meio da Tabela 20 verifica-se que não houve diferenças significativas entre os valores observados (F_{calc} menor que o F_{tab}).

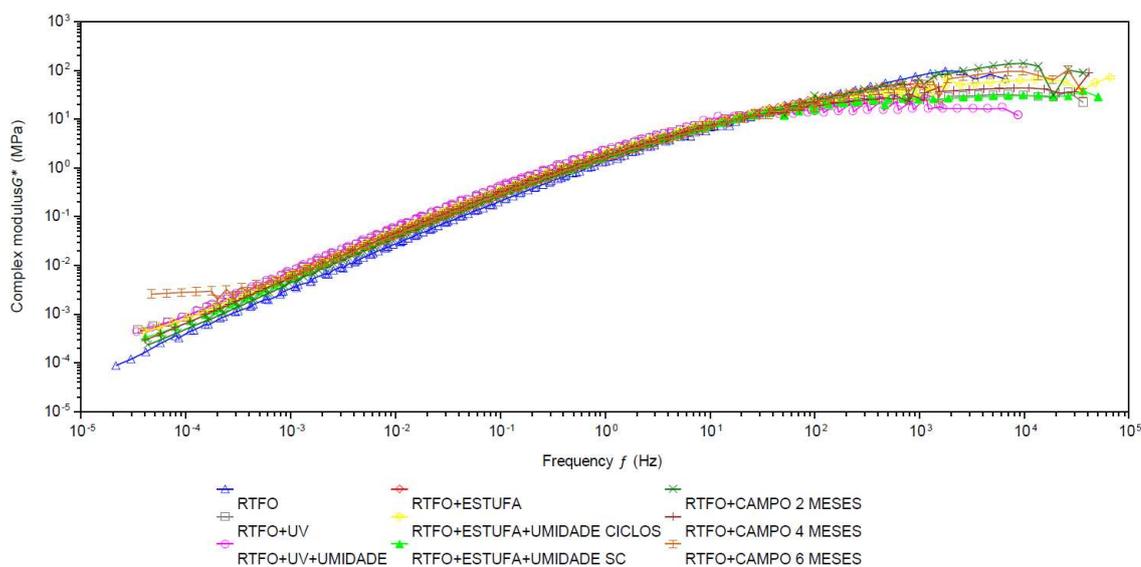
Tabela 20 - ANOVA Jnr, diff (%) - Ligantes envelhecidas

<i>Grupo</i>	<i>Contagem</i>	<i>Soma</i>	<i>Média</i>	<i>Variância</i>		
RTFO	2	12,46	6,23	0,0002		
RTFO+UV	2	5,94	2,97	0,0002		
RTFO+UV+UMIDADE	2	20,3	10,15	6,125		
RTFO+ESTUFA	2	20,56	10,28	0,0008		
RTFO + ESTUFA + UMIDADE _{CICLOS}	2	18,27	9,135	8,69445		
RTFO + ESTUFA + UMIDADE _{SC}	2	13,73	6,865	0,22445		
RTFO+CAMPO 2 MESES	2	19,14	9,57	0,605		
RTFO+CAMPO 4 MESES	2	17,81	8,905	29,41445		
RTFO+CAMPO 6 MESES	2	21,77	10,885	6,51605		
Fonte da variação	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	102,8899	8	12,86123889			
Dentro dos grupos	51,5806	9	5,731177778	2,244083	0,125087	3,229582613
Total	154,4705	17				

4.2.4 Curvas mestras

A Figura 57 apresenta a curva mestra de módulo dinâmico de cisalhamento no domínio da frequência reduzida para o CAP 50/70 antes e após os protocolos de envelhecimentos adotados na pesquisa.

Figura 57 - Curvas mestras dos ligantes envelhecidos



Verifica-se por meio da Figura 57 que na região de altas frequências (10^3 Hz a 10^5 Hz) as curvas não apresentam um comportamento definido, onde ondulações são evidenciadas. Essas ondulações podem ser causadas por interferências na leitura dos dados nessas faixas de frequência (frequências altas e temperaturas baixas) ou serem indicativos de dano na amostra.

Na análise das amostras envelhecidas, observa-se que a curva mestra referente ao envelhecimento a curto prazo encontra-se abaixo das demais para baixas frequências ($<10^2$ Hz), com menores valores do parâmetro $|G^*|$, indicando uma menor rigidez do ligante. Os demais protocolos desenvolvidos apresentaram curvas mestras com tendências similares, com aumentos de G^* , portanto com rigidez aumentada.

Para frequências de até 10^2 Hz estas curvas se confundem, e a partir desta frequência percebe-se tendências de leves aumento de rigidez para os protocolos a longo prazo RTFO+ESTUFA e de 2 e 6 meses em campo. A partir da frequência de 10^2 Hz percebe-se também tendências de diminuição do parâmetro principalmente para o protocolo RTFO+UV+UMIDADE e RTFO+UV. Estes resultados corroboram com comportamento do

Módulo de Cisalhamento Dinâmico (G^*) evidenciados no tópico anterior, pois para os protocolos supracitados verificou-se as mesmas tendências de aumento e diminuição de rigidez.

Como equivalente tempo-temperatura, um estágio de baixa frequência representa uma condição de alta temperatura. Dessa forma, como as propriedades reológicas de alta temperatura do ligante aumentaram após o envelhecimento a longo prazo e este propiciou efeitos mais significativos no ligante.

Esse comportamento quanto ao módulo de rigidez também foi comprovado por Jiang *et al.* (2023) onde verificaram por meio das curvas mestras que o envelhecimento a longo prazo propiciou maior rigidez ao ligante, seguindo a seguinte classificação $G^*_{PAV} > G^*_{RTFO} > G^*_{VIRGEM}$ em toda a faixa de frequência. Esse comportamento indicou que o efeito do envelhecimento melhorou a resistência à deformação do ligante, principalmente devido à transformação das frações leves em frações pesadas, fazendo este enrijecer. Além disso os autores verificaram que G^* após envelhecimento de curto e longo prazo foram próximos no estágio de alta frequência e no estágio de baixa frequência, G^* foi maior para o envelhecimento a longo prazo.

De acordo com Marinho Filho (2017) para a região de baixas frequências, que corresponde a altas temperaturas, aumentos de rigidez são desejáveis, uma vez que o material apresenta maior fluidez podendo sofrer deformações plásticas. Para a região de altas frequências/baixas temperaturas, a rigidez é desejada até certo ponto, de maneira que não torne o material tão rígido a ponto de se tornar frágil e quebradiço, mas que suporte as tensões a que o material é submetido.

Dessa forma, apesar das curvas se confundirem visualmente estas evidenciaram um aumento de rigidez mais acentuado para altas frequências, principalmente para os protocolos CAMPO_{2MESES}, CAMPO_{6MESES} e RTFO+ESTUFA, o que ajuda a entender o quanto os parâmetros intempéricos interferiu na rigidez do material durante a varredura de frequência.

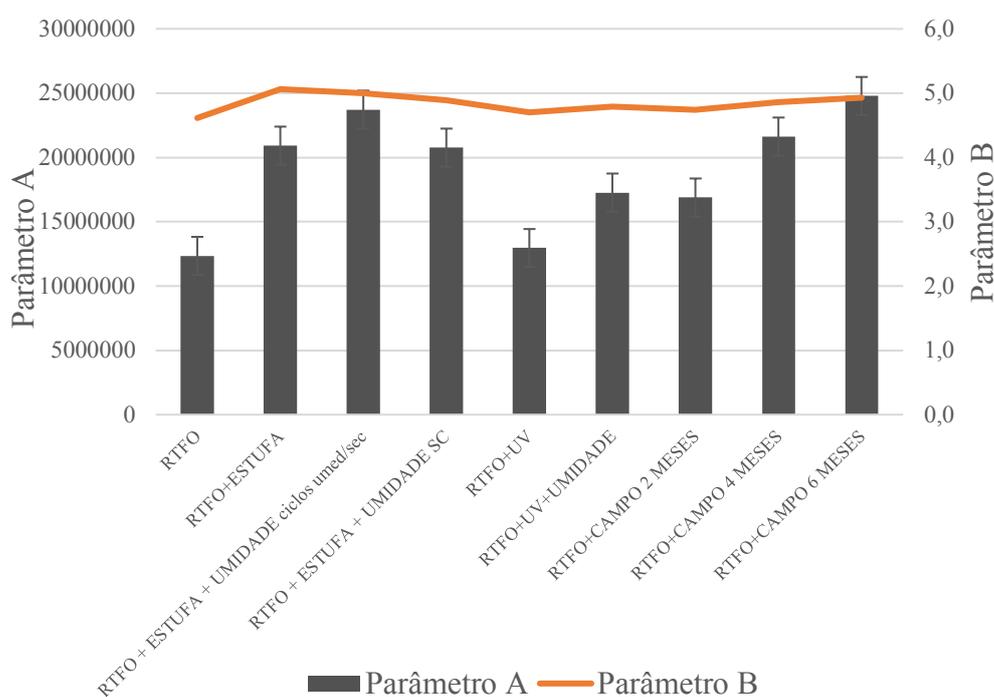
Essas constatações quanto ao envelhecimento em campo se assemelham aos estudos de Dantas (2015), pois observou-se que após 6 meses, para toda faixa de frequência, as curvas Módulo Complexo G^* são praticamente coincidentes e após 12 meses as curvas são ainda próximas, mas já tendendo a um afastamento, porém com valores de Módulo Complexo G^* maiores que os observados para 6 meses. Logo se o tempo de 12 meses de envelhecimento fosse adotado nesta pesquisa provavelmente acarretaria maior ganho de rigidez.

4.2.5 Varredura linear de amplitude (LAS)

A avaliação da tolerância ao dano por fadiga dos ligantes asfálticos foi realizada a partir do ensaio Linear Amplitude Sweep (LAS) a 19°C. A fim de posteriormente comparar com as misturas asfálticas envelhecidas, os ligantes foram avaliados nas mesmas condições de envelhecimento. O critério de falha para o alcance do início do dano utilizado no ensaio foi a abordagem energética a partir da energia de pseudo-deformação ou pseudo energia máxima (PSE).

A Figura 58 apresenta a variabilidade dos parâmetros A e B na resistência ao dano obtidos por meio do ensaio de varredura linear de amplitude para as amostras dos ligante submetidos aos protocolos de envelhecimento adotados.

Figura 58 - Parâmetros A e B para os ligantes envelhecidos



Na análise dos parâmetros, considerando que o parâmetro A está relacionado à variação da integridade do material devido ao dano acumulado, valores maiores de A significam dizer que a amostra manteve sua integridade inicial. A partir da Figura 58, observa-se um aumento nos valores do parâmetro A dos ligantes envelhecidos a longo prazo em laboratório em relação ao envelhecimento a curto prazo. Desta maneira, pode-se destacar que os protocolos de envelhecimento em laboratório que propiciaram maior integridade da amostra foram os

protocolos utilizando a estufa convencional com e sem a inserção da umidade, com valores próximos entre si, que comparando-se ao protocolo RTFO, os protocolos RTFO+ESTUFA+UMIDADE_{CICLOS}, RTFO+ESTUFA e RTFO+ESTUFA+UMIDADE_{SC} obtiveram um aumento de aproximadamente de 92%, 69% e 68% respectivamente.

Em relação ao comportamento dos ligantes envelhecidos em campo, verificou-se que o tempo de exposição foi crucial para o aumento do parâmetro, em que maiores tempos proporcionaram maiores aumentos. O envelhecimento em campo de 6 meses propiciou um aumento substancial do parâmetro A em torno de 100% quando comparado ao envelhecimento a curto prazo, apresentando integridade da amostra superior, se sobressaindo dos demais protocolos de campo. Nascimento (2015) também verificou este comportamento do ligante quando exposto as intempéries, obtendo maior resistência ao dano e maiores parâmetros de integridade quando o material era submetido a tais condições.

Os resultados ainda demonstram que os protocolos RTFO+CAMPO_{4MESES} e RTFO+CAMPO_{6MESES} obtiveram compatibilização com os desenvolvidos no laboratório RTFO+ESTUFA e RTFO+ESTUFA+UMIDADE_{CICLOS}, respectivamente, pois os aumentos foram próximos quando comparados ao protocolo RTFO.

Kodrat *et al.* (2007) destaca que maiores valores absolutos do parâmetro “B” indicam que a vida de fadiga do material decresce a uma taxa maior quando a amplitude de deformação aumenta, do mesmo modo, menores valores absolutos de “B” indicam que a vida de fadiga do ligante decresce a uma taxa menor quando a amplitude de deformação aumenta.

A análise do parâmetro B, que está relacionado à inclinação da reta da frequência versus módulo de armazenamento (G'), demonstra que a amostra envelhecida nos protocolos utilizando a estufa convencional apesar de ter garantido maior resistência ao dano, também se mostrou um pouco mais sensível à variação de níveis de deformação, pois obteve-se aumentos nos valores de “B”, principalmente no protocolo RTFO+ESTUFA. Esses aumentos de “B” não são desejáveis para os ligantes asfálticos pois indicam maior suscetibilidade a deformações sob variações de temperaturas. Entretanto, o protocolo RTFO+ESTUFA+UMIDADE_{SC} apresentou uma leve tendência de diminuição, logo este propiciou melhores resultados para este parâmetro, pois aumentou a integridade do material e manteve seu nível de sensibilidade a deformações.

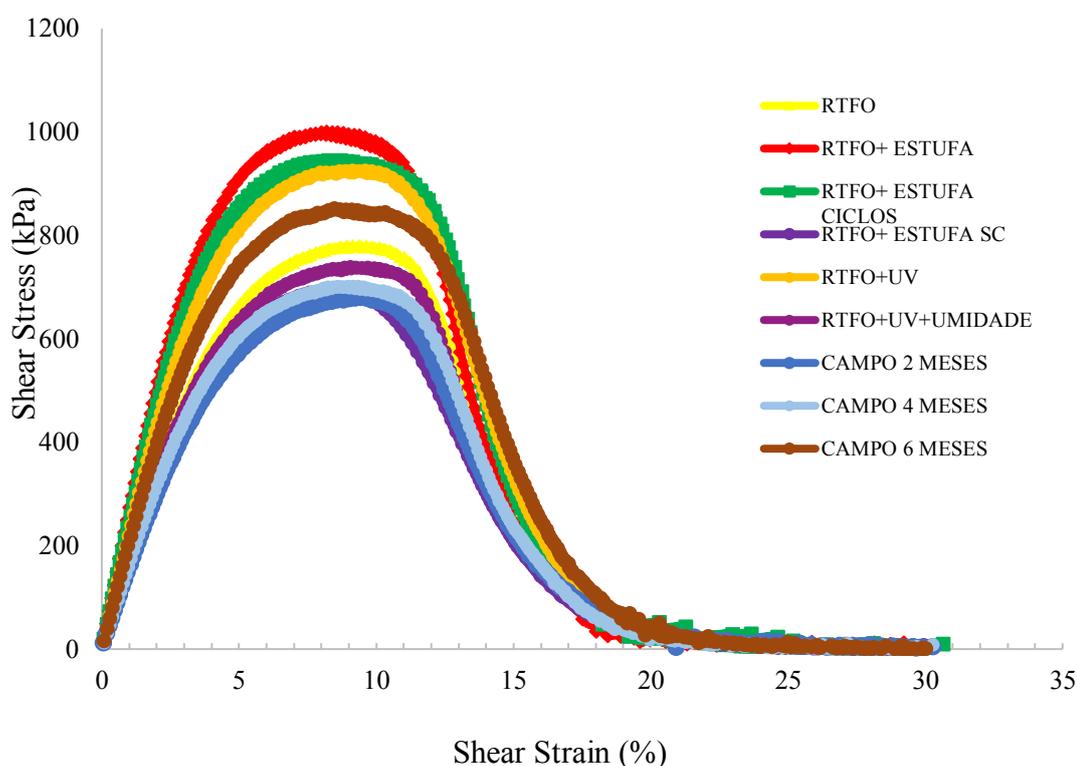
Nas amostras envelhecidas em campo observou-se uma certa constância do parâmetro “B”, com um leve aumento para o protocolo RTFO+CAMPO_{6MESES}, corroborando como os

resultados obtidos nos protocolos de laboratório, pois o envelhecimento de 6 meses propiciou maior integridade a amostra, assim como os protocolos RTFO+ESTUFA e RTFO+ESTUFA+UMIDADE_{CICLOS}, e estes mostraram-se mais sensíveis às deformações.

A correlação entre a variabilidade dos dois parâmetros foi evidenciada nos estudos de Luz (2019), onde concluiu que o aumento desses componentes induz positivamente na melhora da integridade do ligante diante do acúmulo de danos, no entanto, influenciam negativamente na melhoria da sensibilidade do ligante ao aumento da amplitude de deformações.

A Figura 59 apresenta o gráfico de tensão versus deformação obtida no ensaio LAS sob deformação controlada para os ligantes em estudo.

Figura 59 - Curvas de tensão versus deformação dos ligantes em estudo



As curvas da Figura 59 demonstraram que, de uma maneira geral, o envelhecimento em laboratório a longo prazo provocou um aumento na tensão cisalhante suportada pelas amostras, com exceção das amostras envelhecidas por meio dos protocolos RTFO+UV+UMIDADE e RTFO+ESTUFA+UMIDADE_{SC}. O ligante envelhecido na estufa RTFO e RTFO+UV+UMIDADE apresentaram curvas bem próximas, onde as maiores tensões de cisalhamento são alcançadas para um nível de deformação de aproximadamente 10%, estando

a curva do ligante envelhecido na UV ligeiramente abaixo. As demais amostras de ligantes envelhecidas em laboratório alcançaram maiores tensões cisalhantes para uma deformação de 9%.

Para todos os níveis de deformação, a curva do ligante envelhecido no RTFO é inferior às curvas RTFO+UV, RTFO+ESTUFA+UMIDADE_{CICLOS} e RTFO+ESTUFA, evidenciando um ganho considerável de amplitude dessas amostras envelhecidas a longo prazo principalmente no protocolo ESTUFA que suportou maior tensão.

Na análise dos protocolos de campo, as amostras envelhecidas por 2 meses e 4 meses convergiram para um padrão semelhante de tensão/deformação, nas quais, as maiores tensões cisalhantes foram encontradas próximo ao nível de deformação de 9% e estas são inferiores as tensões cisalhantes obtidas para o envelhecimento a curto prazo. Dessa forma os tempos supracitados propiciaram comportamento semelhantes aos protocolos RTFO+UV+UMIDADE e RTFO+ESTUFA+UMIDADE_{SC}. A amostra envelhecida em campo por 6 meses suportou uma maior tensão de cisalhante em relação ao envelhecimento a curto prazo, sobressaindo-se dos demais protocolos de campo.

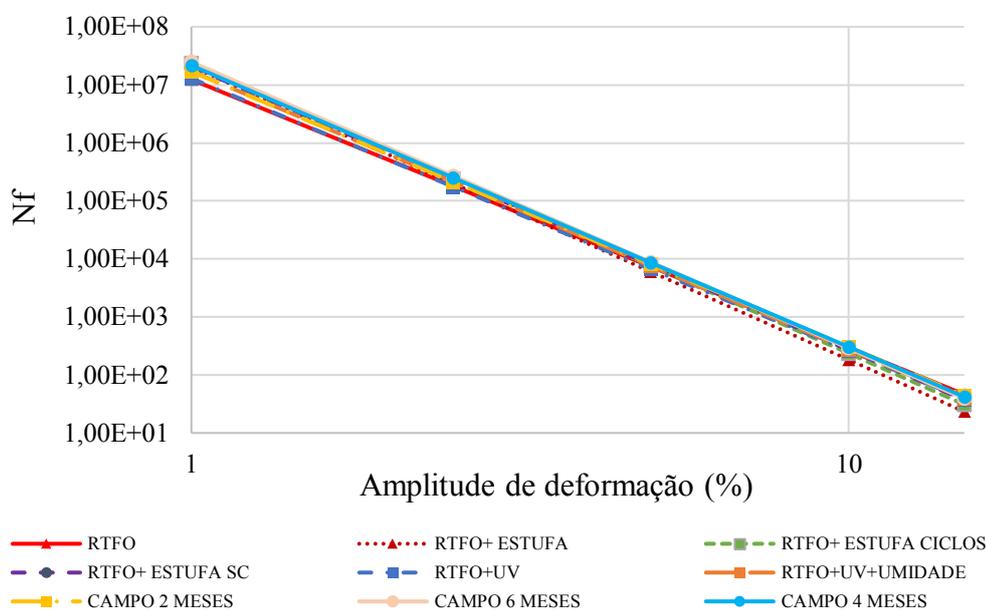
Os resultados obtidos não foram os esperados, pois as amostras envelhecidas suportaram maiores tensões. Entretanto estes resultados corroboraram com os estudos de Marinho Filho (2023), pois ao submeter amostras de ligantes virgens e modificados ao envelhecimento a longo prazo, o autor verificou que as amostras suportaram uma maior tensão cisalhante e maior número de ciclos até a falha, e conseqüentemente uma maior resistência a fadiga.

Além disso a geometria da amostra pode ter interferido nos resultados, pois as amostras utilizadas no ensaio de LAS têm uma espessura maior em relação as amostras dos demais ensaios reológicos. Logo o envelhecimento pode ter um efeito diferente sobre estas, onde amostras delgadas envelhecem mais rápido que as mais espessas, tornando-as mais rígidas, contribuindo assim para que as amostras no ensaio de LAS suportassem maiores tensões.

Teymourpour e Bahia (2014) sugeriram calcular o número de ciclos até a falha (N_f) em diferentes níveis de deformação, como forma de estabelecer uma relação da vida de fadiga do ligante com parâmetros de campo. Por meio do princípio de dano viscoelástico (VECD) foi possível determinar um modelo de fadiga para cada ligante asfáltico, que é derivado da relação entre a carga aplicada e a vida de fadiga do material, obtidos das análises do LAS a temperatura de 19°C. O gráfico da Figura 60 apresenta a estimativa da vida de fadiga dos ligantes

submetidos aos protocolos de envelhecimento obtidas nas análises do dano contínuo viscoelástico (VECD).

Figura 60 - Estimativa da vida de fadiga dos ligantes envelhecidos



De acordo com Nascimento (2015) níveis baixos de deformação, em torno de 3%, representam pavimentos com baixos níveis deflectométricos cujo comportamento se assemelha ao de um pavimento rígido, enquanto que altos níveis de deformação, representam pavimentos com altos níveis deflectométricos, cujo comportamento se assemelha ao de um pavimento flexível. Segundo Nuñez *et al.* (2014) o número de ciclos até a falha (Nf) representa as condições que o material pode ser submetido, e está relacionado ao volume de tráfego suportado em função das deformações aplicadas, que são um indicador da estrutura do pavimento, ou das deformações admissíveis no pavimento.

A Tabela 21 apresenta a estimativa da vida de fadiga (Nf) dos ligantes envelhecidos para diferentes níveis de deformação: 2,5%, 5% e 10%. A partir desta Tabela é possível analisar melhor os resultados da estimativa da vida de fadiga para os ligantes envelhecidos. Os resultados mostram o envelhecimento a longo prazo propiciou maiores valores de Nf aos ligantes para pequenas deformações. Para os níveis de deformação de 1%, 2,5% e 5,0%, o envelhecimento em campo de 6 meses propiciou maiores valores para Nf. Este comportamento já era esperado, uma vez que este mesmo protocolo de envelhecimento foi o que forneceu maior

integridade ao material. Entretanto para altas deformações o envelhecimento a curto prazo propiciou maiores valores de N_f .

Tabela 21 - Valores estimados para vida de fadiga dos ligantes envelhecidos

Amplitude de deformação (%)	1,0	2,5	5	10	15
RTFO	12346103	180134	7359	301	46
RTFO+UV	12956261	174657	6720	259	38
RTFO+UV+UMIDADE	17267927	213385	7687	277	40
RTFO+ESTUFA	20918379	202418	6060	181	23
RTFO + ESTUFA + UMIDADE _{CICLOS}	23715501	242163	7551	235	31
RTFO + ESTUFA + UMIDADE _{SC}	20762524	235670	7961	269	37
RTFO+CAMPO _{2 MESES}	16884883	218567	8155	304	44
RTFO+CAMPO _{4 MESES}	21622954	252585	8720	301	42
RTFO+CAMPO _{6 MESES}	24778436	270335	8863	291	39

Na análise dos resultados dos ligantes submetidos aos protocolos de envelhecimento em laboratório, percebe-se que para baixo nível de deformação (1,0%) o envelhecimento a longo prazo RTFO + ESTUFA + UMIDADE_{CICLOS} apresentou maior valor, seguido do protocolo RTFO + ESTUFA e RTFO + ESTUFA+UMIDADE_{SC}.

Esses resultados corroboram com a pesquisa de Oliveira (2022) que ao analisarem ligantes envelhecidos a curto prazo por meio do a estufa RTFO e a longo prazo no equipamento Pressure Aging Vessel (PAV) verificaram que o N_f foi mais elevado em função do aumento do nível de envelhecimento, ou seja, o ligante envelhecido a longo apresentou maiores valores de N_f , principalmente para menores níveis de deformação.

Pamplona (2013) ressaltou que a resistência à fadiga dos ligantes asfálticos é dependente do nível de tensão, para níveis de tensão mais baixos, quanto mais rígido o ligante for, maior será sua vida de fadiga, corroborando com os resultados obtidos, pois foi verificado um maior ganho de rigidez dos ligantes mediante esses protocolos, por meio do Módulo de Cisalhamento Dinâmico (G^*).

No entanto, esse comportamento não foi verificado para altos níveis de deformação, influenciando de maneira negativa o comportamento do ligante, pois para os protocolos de envelhecimento a longo prazo desenvolvidos em laboratório apresentaram valores inferiores ao envelhecimento a curto prazo (RTFO). Logo, para altas deformações o envelhecimento a curto

prazo propicia uma melhor resposta quanto ao N_f . Os resultados obtidos estão alinhados com os estudos de Nuñez (2013), que constatou que amostras envelhecidas à curto prazo (RTFO) e à longo prazo (PAV) apresentaram maior resistência à fadiga em baixos níveis de deformação, porém para altos níveis de deformação estas são mais propensas ao dano por fadiga, ou seja, o dano por fadiga aumenta com o aumento da deformação.

Chen & Bahia (2021) também verificaram que a vida de fadiga do ligante a 2,5% de deformação geralmente aumenta com o tempo de envelhecimento e quando a deformação foi aumentada para 5% a vida à fadiga tendeu a diminuir com o aumento do tempo de envelhecimento em várias taxas, dependendo do tipo de ligante. No entanto, quando o nível de deformação aumentou para 10% ou 15%, os valores de vida à fadiga de os ligantes estudados mostraram uma redução lógica com o aumento do tempo de envelhecimento, o que é esperado pelo efeito do endurecimento por idade.

Logo, é possível afirmar que os protocolos de laboratório a longo prazo, principalmente RTFO+ESTUFA e RTFO + ESTUFA + UMIDADE_{CICLOS} são positivos quando o pavimento flexível for sujeito apenas a pequenas deformações (cujo comportamento se assemelha a de um pavimento rígido), e os demais protocolos para pavimentos flexíveis sujeitos a grandes deformações.

Recentemente foi desenvolvido um critério com base na relação entre o LAS para ligantes e fadiga uniaxial para misturas asfálticas (a partir do modelo viscoelástico de dano contínuo simplificado S-VECD). Underwood (2011) e Hintz & Bahia (2013) propuseram o fator de fadiga do ligante (FFL), a partir da área abaixo das curvas de fadiga para os níveis de tensão de 1,25% e 2,50%. Esse índice é calculado conforme a Equação (15):

$$FFL = \frac{(\log(N_{f1,25\%}) + \log(N_{f2,5\%}))}{2} \times (\log(0,025) - \log(0,0125)) \quad \text{Equação (15)}$$

Onde:

- $N_{f1,25\%}$ é a vida de fadiga do ligante a 1,25% de deformação;
- $N_{f2,5\%}$ é a vida de fadiga do ligante a 2,5% de deformação.

Nascimento (2021) definiu alguns limites para o FFL dos ligantes asfálticos com base no banco de dados que vem sendo acumulado pela Petrobrás no Brasil. Os limites são apresentados na Tabela 22.

Tabela 22 - Classificação do FFL (19°C) de acordo com Nascimento (2021)

Classificação	Nível	FFL (19°)
BAIXO	1	$\leq 1,22$
INFERIOR	2	$1,22 \leq \text{FFL} \leq 1,31$
INTERMEDIÁRIO	3	$1,31 \leq \text{FFL} \leq 1,48$
SUPERIOR	4	$1,48 \leq \text{FFL} \leq 1,57$
EXCELENTE	5	$\text{FFL} \geq 1,57$

A Tabela 23 apresenta os valores de FFL dos ligantes submetidos aos protocolos de envelhecimento adotados.

Tabela 23 - FFL dos ligantes envelhecidos à 19°C

PROTOCOLOS	FFL (19°)	Classificação
RTFO	1,785	EXCELENTE
RTFO+UV	1,791	EXCELENTE
RTFO+UV+UMIDADE	1,821	EXCELENTE
RTFO+ESTUFA	1,827	EXCELENTE
RTFO + ESTUFA + UMIDADE CICLOS	1,847	EXCELENTE
RTFO + ESTUFA + UMIDADE _{SC}	1,839	EXCELENTE
RTFO+CAMPO 2 MESES	1,822	EXCELENTE
RTFO+CAMPO 4 MESES	1,846	EXCELENTE
RTFO+CAMPO 6 MESES	1,859	EXCELENTE

Com base na classificação de Nascimento (2021), para todos os protocolos de envelhecimento adotados os ligantes foram considerados como excelentes nesse ranking. Dessa forma o envelhecimento propiciou um melhor desempenho aos ligantes perante à fadiga.

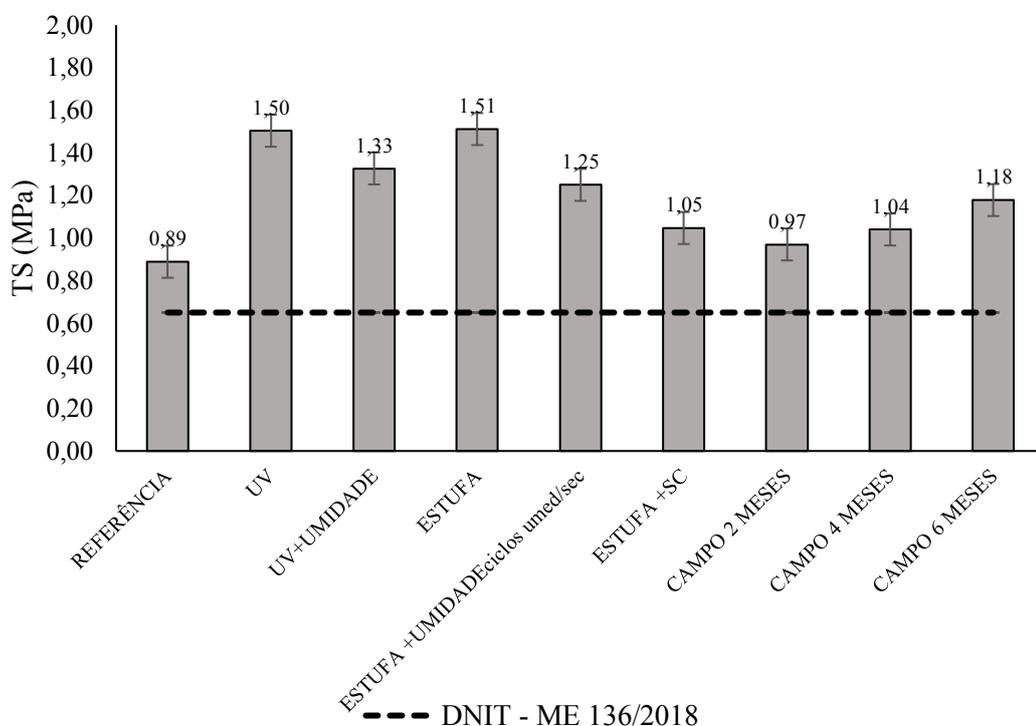
É importante ressaltar que esse comportamento evidenciado quanto a fadiga foi obtido para pequenas deformações, já que o FFL é calculado em função de 1,25% e 2,5% de deformação. Dessa forma os resultados corroboram com os estudos Chen & Bahia (2021) onde verificaram que o endurecimento devido ao envelhecimento pode melhorar a vida à fadiga apenas se os ligantes forem submetidos a deformações muito pequenas, onde o limite dessa pequena tensão é altamente dependente da composição do ligante.

4.3 Análise Mecânica das Misturas Asfálticas

4.3.1 Resistência à Tração por Compressão Diametral

A Figura 61 apresenta os valores médios da resistência à tração por compressão diametral (RT) das misturas asfálticas envelhecidas, juntos com os respectivos desvios-padrão. Os valores observados são referentes a média obtida por meio de 3 (três) corpos de prova ensaiados.

Figura 61 - Resultados do ensaio de tração por compressão diametral



Ao analisar os resultados presentes na Figura 61 é possível observar a existência de tendências de aumento da resistência a tração com a realização do condicionamento de envelhecimento em laboratório e redução da RT com a incorporação da umidade.

Verifica-se que todas as amostras apresentaram valores de RT que atendem à tensão mínima de 0,65 MPa exigida pela especificação de serviço para misturas asfálticas DNIT 031/2006. Pela análise do gráfico da Figura 61 pode-se perceber que o envelhecimento alterou o resultado e desempenho da mistura asfáltica quanto à resistência à tração. Este comportamento ocorreu devido à ação do ligante oxidado proveniente do processo de envelhecimento.

As misturas envelhecidas em laboratório por meio dos protocolos ESTUFA, UV, UV+UMIDADE, ESTUFA+UMIDADE_{CICLOS} e ESTUFA+UMIDADE_{SC} apresentaram um aumento de 69,7%, 68,5%, 49,4%, 40,4% e 18% respectivamente, em relação à mistura de referência, indicando que algumas misturas não estejam totalmente oxidadas. Os aumentos mais expressivos evidenciados podem indicar uma considerável fragilidade das misturas envelhecidas em estufa e com radiação UV, ambas sem a incorporação da umidade, podendo estas misturas estarem próximas do limite oxidativo após um período de vida útil de até 23 meses, segundo Yin *et al.* (2017). Este fato evidencia um ganho de rigidez excessiva nas misturas, fato muitas vezes indesejado por tornar as misturas quebradiças, ou frágeis.

Na Tabela 24 são apresentadas as análises de variância (ANOVA) para o ensaio RT. Essa análise foi realizada utilizando os resultados obtidos de resistência à tração por compressão diametral com nível do coeficiente de determinação de 5%.

Tabela 24 - ANOVA RT – Misturas de referência e envelhecidas

<i>Grupo</i>	<i>Contagem</i>	<i>Soma</i>	<i>Média</i>	<i>Variância</i>		
REFERÊNCIA	3	2,665769	0,88859	0,008092		
UV	3	4,535070	1,51169	0,004039		
UV+UMIDADE	3	4,511657	1,503886	0,001346		
ESTUFA	3	3,748044	1,249348	0,006515		
ESTUFA + UMIDADE _{CICLOS}	3	3,980209	1,326736	0,015843		
ESTUFA + UMIDADE _{SC}	3	3,141003	1,047001	0,000678		
CAMPO _{2 MESES}	3	2,920015	0,973338	0,014148		
CAMPO _{4 MESES}	3	3,107608	1,035869	0,014297		
CAMPO _{6 MESES}	3	3,535160	1,178379	0,001372		
<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	1,219066	8	0,152383			
Dentro dos grupos	0,132661	18	0,00737	20,67608	1,41E-07	2,510158
Total	1,351727	26				

Observa-se por meio da Tabela 24 que foi obtido um valor de F_{calc} (20,67) maior que o F_{tab} (2,51), para um dado nível de significância p (5% utilizado neste trabalho), então a hipótese inicial é rejeitada, neste caso os dados apresentam significância para o modelo, ou seja, o envelhecimento propiciou diferenças significativas nos valores de RT.

Portanto, pode-se afirmar que as misturas asfálticas envelhecidas apresentaram aumento de resistência à tração em relação à mistura asfáltica de referência, tal comportamento era esperado em virtude do envelhecimento propiciar uma maior rigidez a mistura. Observou-se

que o protocolo ESTUFA conferiu maior valor de resistência a tração, estes resultados não eram os esperados, pois apesar do protocolo UV apresentar valor praticamente igual, acreditava-se que a radiação UV atuaria de forma mais intensa fazendo com que o protocolo UV se sobressaísse.

Estes resultados podem ser justificados em função da temperatura da câmara UV (60°) ser inferior ao da estufa (85°) ocasionando um envelhecimento menos agressivo, pois a apesar da radiação estar atuando, esta pode ter irradiado superficialmente os corpos de prova, não penetrando no seu interior, ou seja, não atingindo o ligante do núcleo do corpo de prova. Além disso a radiação pode não ter impactado tanto o esqueleto pétreo da mistura. Dessa forma a variável temperatura se sobressaiu e foi mais influente que a radiação.

Islam *et al.* (2015) verificou que como esperado a resistência a tração de amostras envelhecidas em laboratório (em estufa a 85°) e em campo aumentam com o período de envelhecimento, mas a maior parte do processo de envelhecimento ocorre nos primeiros dias de condicionamento, onde seu efeito nos valores de resistência a tração após 5 dias de envelhecimento é bastante baixo. O aumento no ITS para amostras de 5 dias e 25 dias é de 28% e 31%, respectivamente. Os autores frisam que este aumento acentuado durante os primeiros dias de condicionamento é provavelmente devido ao endurecimento do ligante. O envelhecimento adicional da mistura compactada pode não endurecer mais o ligante, uma vez que algumas partes desse ligante podem não ser acessíveis.

Outro comportamento a ser apontado é que a adição da umidade nos protocolos supracitados não foi preponderante para o aumento de RT, pelo contrário a umidade influenciou negativamente na rigidez da mistura. Esses resultados corroboram com os estudos de Zappe (2020), onde verificou que algumas propriedades como coesão da mistura e o tipo de esqueleto pétreo influenciam no seu comportamento perante o ensaio de resistência à tração por compressão diametral. Portanto, considerando que a matriz de agregados é semelhante em todas as misturas envelhecidas e avaliadas nesta pesquisa, a coesão/adesão parece ser fator fundamental na resistência da mistura envelhecida e está ligada a capacidade de união do ligante e os agregados. Portanto a água influenciou negativamente na adesão dos componentes.

Para todos os protocolos de envelhecimento adotados, foi confirmado que a rigidez aumentou para as misturas envelhecidas em relação a mistura de referência. Esse aumento de rigidez acontece com a adição de parâmetros intempéricos aos protocolos. É importante ressaltar que aumentos excessivos de rigidez podem tornar as misturas quebradiça ou frágeis.

Estes resultados corroboram com os estudos realizados por Briliak e Remišová (2021), que verificaram que devido ao envelhecimento a curto e longo prazo, a diferença no módulo de rigidez entre as misturas investigadas diminui gradualmente. Além disso os autores verificaram que o tipo de ligante utilizado na mistura pode influenciar na resposta do módulo de rigidez perante o envelhecimento a curto e longo prazo.

Por meio dos resultados obtidos na análise reológica do ligante 50/70, percebe-se que estes corroboram com o comportamento quanto a resistência a tração da mistura, onde tanto a mistura quanto o ligante envelhecido no protocolo ESTUFA obtiveram maiores aumentos de rigidez.

No tocante ao envelhecimento em campo, verificou-se que este propiciou aumentos no valor de RT em relação a mistura de referência, sendo mais evidenciados para o tempo de 4 meses (17%) e 6 meses (33%), e estes resultados obtiveram uma maior compatibilidade com o envelhecimento em laboratório por meio dos protocolos ESTUFA+UMIDADE_{SC} e ESTUFA+UMIDADE_{CICLOS}, respectivamente. A mistura envelhecida em campo por 2 meses obteve um leve acréscimo no valor de RT (9%), e de todos os protocolos foi o que mais se aproximou em termos de rigidez da mistura de referência, o que já era esperado pelo menor tempo de exposição.

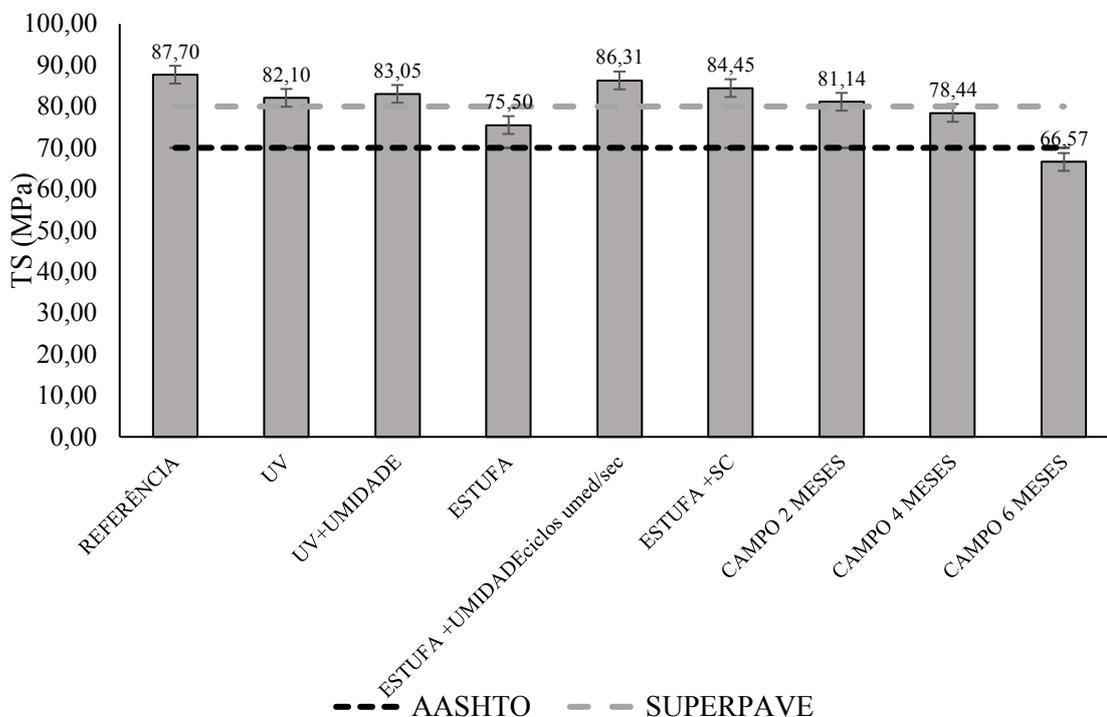
Estes resultados corroboram com as constatações de Yin *et al.* (2017), em que correlacionaram o tempo de envelhecimento em laboratório utilizando apenas a estufa com o envelhecimento em campo e verificaram um tempo compatível de aproximadamente 6 – 12 meses em serviço em regiões de climas quentes. Dessa forma a umidade inserida nos protocolos utilizando a estufa acarretou diminuição da rigidez da mistura, sendo o tempo de envelhecimento de 6 meses o que mais se aproximaria das constatações de Yin *et al.* (2017).

4.3.2 Dano por Umidade Induzida (LOTTMAN)

A Figura 62 apresenta os valores médios da resistência retida à tração (RRT) das misturas asfálticas avaliadas. Para a metodologia SUPERPAVE, o valor de RRT mínimo para que a suscetibilidade à umidade da mistura asfáltica seja considerável aceitável é 80%. Entretanto, a norma AASHTO T 283:2014 e a norma DNIT - ME 180/2018 adotam 70% como valor mínimo de RRT para misturas asfálticas. Todas as amostras analisadas satisfizeram os

critérios estabelecidos pela norma DNIT - ME 180/2018, com exceção da mistura envelhecida em campo por um período de 6 meses.

Figura 62- Resultados do dano por umidade induzida



Ao analisar a Figura 62, no tocante aos protocolos de envelhecimento em laboratório observa-se que o efeito do envelhecimento não influenciou a resistência ao dano causado por umidade induzida, o que pode ser positivamente avaliado. Entretanto, a mistura asfáltica envelhecida pelo protocolo ESTUFA apresentou a menor resistência retida à tração, obtendo a perda mais considerável dessa propriedade, indicando que é mais propensa a apresentar falha no deslocamento de filme das partículas.

Diab *et al.* (2017) destacou que a susceptibilidade à umidade está normalmente associada à perda de adesão do ligante. Ainda segundo Cala & Caro (2021) e Frossard *et al.* (2022) a adesividade ligante-agregado desempenha um papel importante na prevenção da fratura adesiva da mistura asfáltica e é muito influenciada pelas propriedades químicas, físicas, morfológicas e mineralógicas dos agregados. De acordo com Li *et al.* (2023) o envelhecimento ultravioleta (UV) enfraquece o desempenho de adesão do ligante, e a degradação é mais significativa sob as condições de associação luz-oxigênio.

Os efeitos do envelhecimento não interferiram na resistência ao dano por umidade induzida, principalmente no protocolo ESTUFA+UMIDADE_{CICLOS}. Dentre as misturas

asfálticas envelhecidas em laboratório, esse protocolo foi o que apresentou os melhores resultados de RRT. Com base nos protocolos UV+UMIDADE e UV, percebe-se que as amostras envelhecidas apresentaram praticamente os mesmos valores de RRT, com uma pequena tendência de redução da resistência quando comparados a mistura de referência. Os efeitos do envelhecimento foram mais evidenciados na mistura envelhecida no protocolo ESTUFA, pois apresentou uma maior redução no valor de RRT (13,91%), indicando uma fragilidade quanto a perda de resistência ao dano por umidade induzida.

Guo *et al.* (2023) destacou que a adesão entre o ligante asfáltico e o agregado mineral determina diretamente o desempenho do pavimento asfáltico, que pode ser afetado significativamente pela luz, oxigênio, água e outras condições naturais. Além disso os autores constataram que a adesão entre o ligante asfáltico e agregados graníticos tiveram maior probabilidade de ser afetado após o envelhecimento UV e por moléculas gasosas de água, corroborando com a tendência de comportamento evidenciado nesta pesquisa, já que no protocolo com a câmara UV a água foi inserida por condensação e na estufa por umedecimento e gotículas de chuva.

Com relação aos valores de RRT da mistura submetida aos protocolos desenvolvidos em campo, em ambos foram observadas tendências de diminuição do parâmetro, que foi mais evidenciada no período de 4 e 6 meses, e estes resultados foram mais próximos do encontrado no protocolo ESTUFA desenvolvido no laboratório. Entretanto é importante frisar que com o tempo de seis meses de envelhecimento o valor de RRT não atendeu aos limites especificados por norma.

Essa tendência de redução da resistência ao dano por umidade induzida já era esperada. De acordo com alguns estudos (Lytton *et al.*, 2005; Diab *et al.*, 2017; Guo *et al.*, 2023) dentre as principais propriedades que influenciam na suscetibilidade à umidade de uma mistura asfáltica está inserida as condições ambientais. Das *et al.* (2022) afirmam que no decorrer do envelhecimento, a mistura asfáltica experimenta uma perda de resistência, rigidez e durabilidade à presença de umidade.

Na Tabela 25 são apresentadas as análises de variância (ANOVA) para o ensaio RRT. Essa análise foi realizada utilizando os resultados obtidos de resistência retida à tração (RRT) com nível do coeficiente de determinação de 5%.

Tabela 25 - ANOVA RRT – Misturas de referência e envelhecidas

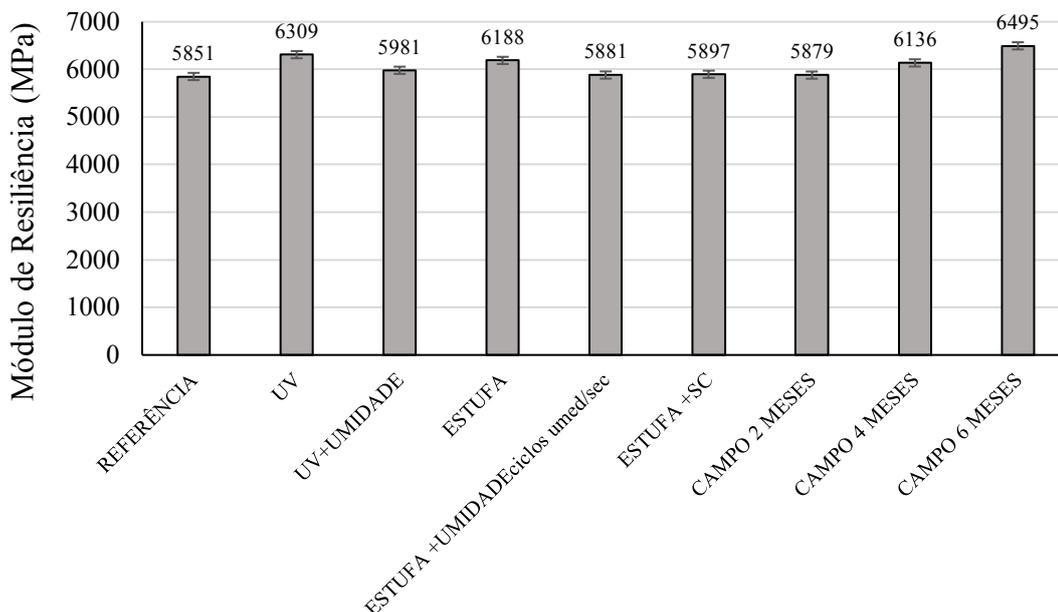
<i>Grupo</i>	<i>Contagem</i>	<i>Soma</i>	<i>Média</i>	<i>Variância</i>		
REFERÊNCIA	3	2,630890	0,876963	0,009395		
UV	3	2,264947	0,754982	0,005182		
UV+UMIDADE	3	2,462912	0,820971	0,003361		
ESTUFA	3	2,589355	0,863118	0,001200		
ESTUFA + UMIDADE CICLOS	3	2,491561	0,830520	0,000395		
ESTUFA + UMIDADE SC	3	2,533577	0,844526	0,016998		
CAMPO 2 MESES	3	2,434259	0,811420	0,009566		
CAMPO 4 MESES	3	2,353098	0,784366	0,005180		
CAMPO 6 MESES	3	1,996930	0,665664	0,000312		
<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	0,100206	8	0,012526			
Dentro dos grupos	0,103178	18	0,005732	2,185184	0,080324	2,510158
Total	0,203384	26				

Observa-se por meio da Tabela 25 que foi obtido um valor de $F_{\text{calc}}(2,19)$ menor que o $F_{\text{tab}}(2,51)$, para um dado nível de significância p (5% utilizado neste trabalho), além disso o p valor foi superior a 5%, então a hipótese inicial é aceita, neste caso os dados não apresentam diferenças significativas. Portanto, pode-se afirmar que mesmo com tendências de diminuição do parâmetro RRT em alguns protocolos, a análise estatística mostrou que as misturas asfálticas envelhecidas não apresentaram reduções significativas nos valores de RRT em relação à mistura asfáltica de referência pois foram obtidos valores próximos e estes são inerentes ao ensaio.

4.3.3 Módulo de Resiliência

A Figura 63 apresenta os resultados de módulo de resiliência (MR) para as misturas asfálticas de referência e envelhecidas.

Figura 63 - Resultados de módulo de resiliência



Ao analisar os resultados, presentes na Figura 63, de uma maneira geral é possível verificar tendências similares no comportamento do módulo de resiliência das misturas com condicionamento ao envelhecimento, com acréscimos bem inferiores aos observados no ensaio de resistência a tração. Essa constatação pode ser verificada pelos desvios padrões encontrados nesse ensaio que foram bem discretos, apresentando disparidades de módulo de resiliência entre 0,48% e 11%.

Na Tabela 26 estão apresentadas as variações observadas entre amostras não condicionada e condicionadas ao envelhecimento, LTOA.

Tabela 26 - Variação do MR entre amostras condicionadas ao LTOA, em relação a amostra de referência.

PROTOSCOLOS	VARIAÇÃO (%)
UV	7,82
UV+UMIDADE	2,22
ESTUFA	5,76
ESTUFA + UMIDADE CICLOS	0,51
ESTUFA + UMIDADE _{SC}	0,79
RTFO+CAMPO 2 MESES	0,48
RTFO+CAMPO 4 MESES	4,87
RTFO+CAMPO 6 MESES	11,0

Dentre os protocolos desenvolvidos em laboratório, o protocolo UV foi que propiciou o maior aumento no valor do MR (7,82%), em relação à mistura asfáltica de referência, valor considerado relativamente baixo. Em relação as misturas envelhecidas em campo, percebe-se que quanto maior é o tempo de condicionamento maior é a tendência de aumento de MR, comportamento já esperado pois quanto mais envelhecida a amostra maior é a sua rigidez.

Na Tabela 27 são apresentadas as análises de variância (ANOVA) para o ensaio de MR. Essa análise foi realizada utilizando os resultados obtidos de módulo de resiliência com nível do coeficiente de determinação de 5%.

Tabela 27 - ANOVA MR – Misturas de referência e envelhecidas

<i>Grupo</i>	<i>Contagem</i>	<i>Soma</i>	<i>Média</i>	<i>Variância</i>		
REFERÊNCIA	3	17552	5850,667	992,3333		
UV	3	18926	6308,667	8856,333		
UV+UMIDADE	3	17943	5981	31143		
ESTUFA	3	18564	6188	4732		
ESTUFA + UMIDADE CICLOS	3	17644	5881,333	7257,333		
ESTUFA + UMIDADE SC	3	17692	5897,333	41030,33		
CAMPO 2 MESES	3	17638	5879,333	481702,3		
CAMPO 4 MESES	3	18407	6135,667	9961,333		
CAMPO 6 MESES	3	19485	6495	10963		
Fonte da variação	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	1240785	8	155098,1			
Dentro dos grupos	1193276	18	66293,11	2,339581	0,064015	2,510158
Total	2434061	26				

Observa-se por meio da Tabela 27 que foi obtido um valor de $F_{calc}(2,33)$ menor que o $F_{tab}(2,51)$, para um dado nível de significância de 5%, além disso o p-valor foi superior a 5%, então a hipótese inicial é aceita, neste caso os dados não apresentam diferenças significativas, ou seja, o comportamento quanto ao MR em função do envelhecimento se configurou como similar.

Dessa forma, devido à pequena diferença nos desvios padrão destas amostras, torna-se necessário um estudo com um maior quadro amostral e mais representativo, com maior variabilidade de temperatura, além do tempo de exposição, para se aprofundar na análise, visto que podem representar elevados benefícios ou o comprometimento das amostras. Acredita-se que esse comportamento no ensaio foi ocasionado mais por uma condição do espaço amostral do que pelo efeito do envelhecimento.

Assim, os valores de MR das misturas asfálticas envelhecidas em relação à de referência podem ser considerados constantes, sem mudanças significativas. No caso particular desse ensaio os resultados mostram que o envelhecimento não interferiu na rigidez das misturas, apesar do protocolo UV e CAMPO_{6MESES} se sobressaírem.

O aumento de rigidez com o condicionamento de envelhecimento era um comportamento esperado e que muitas vezes não inviabiliza a composição, apenas a restringe quanto ao seu uso pois depende da compatibilização com as camadas subjacentes. Entretanto, é importante salientar que valores elevados de MR não significam necessariamente um aspecto positivo, pois podem indicar uma elevada rigidez da camada de revestimento, de difícil compatibilização com as camadas de suporte.

A partir dos resultados obtidos de MR, assim como com os resultados de RT, é possível supor que as misturas envelhecidas permanecem na condição de aplicáveis em pavimentos asfálticos, pois os resultados de módulo de resiliência dessas misturas estão dentro de limites esperados para misturas convencionais, porém, recomenda-se maior diversificação de ensaios e análises, para que assim possa se garantir de forma segura a viabilidade técnica das misturas asfálticas.

4.3.4 Módulo Dinâmico

As curvas mestras do módulo dinâmico refletem as propriedades mecânicas das misturas asfálticas. Para estimar deformação permanente e vida de fadiga da mistura asfáltica, geralmente são considerados o módulo e o ângulo de fase da mistura sob diferentes condições de temperatura e frequência de carregamento. O módulo dinâmico é definido como a tensão máxima para a amplitude de deformação aplicada, e reflete a rigidez dos corpos de prova avaliados para as misturas asfálticas estudadas, por temperatura de ensaio.

Os ensaios foram realizados nas temperaturas de 4° C, 20°C e 40° C e as curvas isotermas foram transladadas para uma temperatura de referência, dando origem às curvas mestras. A Figura 64 apresenta as curvas mestras obtidas pela superposição tempo-temperatura ajustadas do módulo dinâmico em escala log-log, na temperatura de referência de 20°C, utilizando as três temperaturas e seis frequências (0,1; 0,5; 1; 5; 10 e 25Hz).

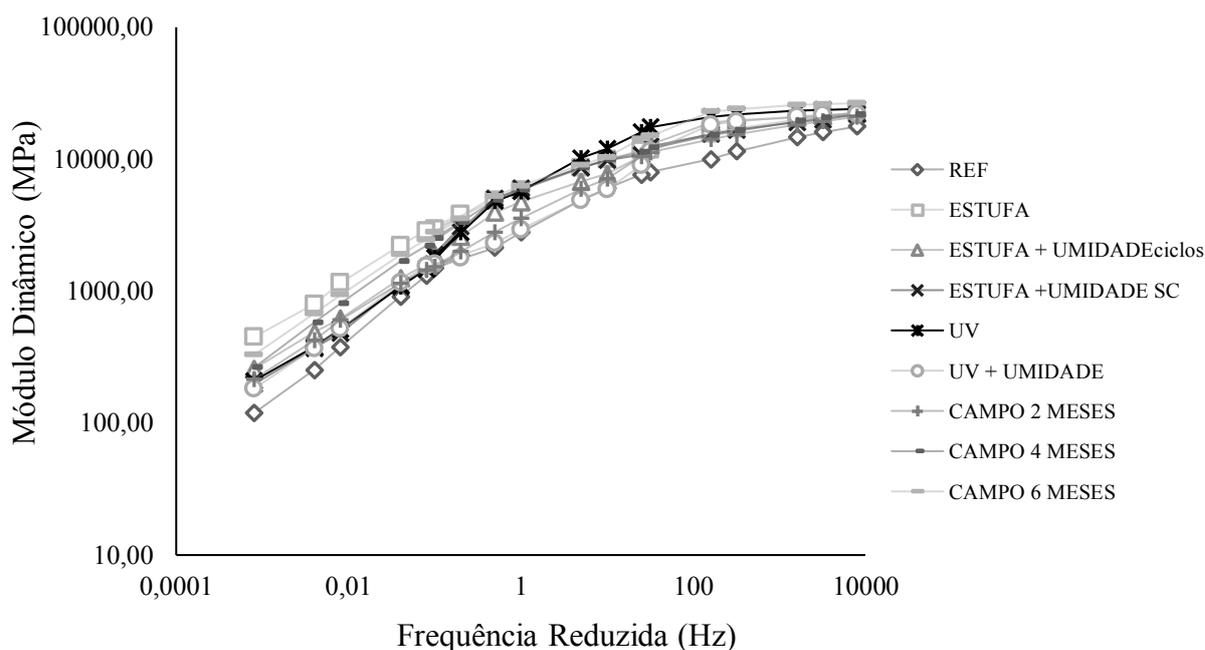
Devido à susceptibilidade das misturas asfálticas, associadas ao comportamento viscoelástico do ligante, estas respondem de forma diferente a carregamentos estáticos e

dinâmicos. Dessa forma, para carregamentos lentos as respostas são mais viscosas, e para carregamentos rápidos as respostas são mais elásticas, portanto, o módulo dinâmico tende a crescer para frequências maiores.

Por meio da Figura 64 verifica-se que para todas as misturas o módulo diminuiu devido ao aumento de temperatura apresentando redução de rigidez e aumentou com o aumento da frequência de carregamento. As curvas mestras das misturas asfálticas envelhecidas mostraram uma tendência de mesma variação e com magnitudes relativamente diferenciadas. Portanto, pode-se apontar que a rigidez das misturas envelhecidas foi afetada pelos diferentes protocolos de envelhecimento.

A mistura asfáltica de referência apresentou menor módulo dinâmico, e está próxima da curva envelhecida no protocolo UV + UMIDADE. Enquanto os protocolos ESTUFA, UV e CAMPO_{6MESES} propiciaram maiores aumentos de rigidez. De uma maneira geral, os parâmetros intempéricos do envelhecimento aumentaram a rigidez da mistura e o módulo dinâmico melhorou. Entretanto, a incorporação da umidade acarretou pequena diminuição do módulo dinâmico em relação às misturas asfálticas envelhecidas sem a adição da água. A redução no valor de MD das misturas envelhecidas com a incorporação da água pode ser explicada pelo efeito amolecedor e redutor de rigidez que a água provavelmente proporcionou as misturas.

Figura 64 - Curvas mestras das misturas analisadas



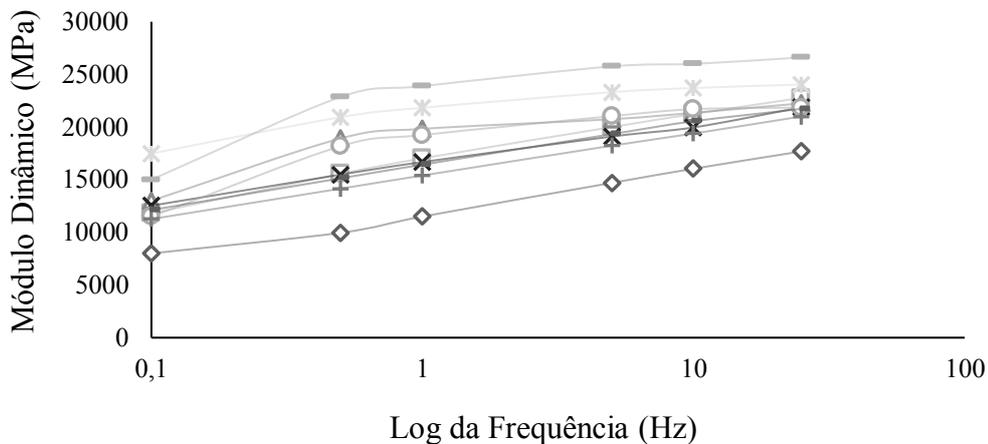
Teoricamente maiores valores de MD caracterizam misturas mais resistentes à deformação permanente. Segundo Costa (2018) para temperaturas baixas são desejáveis módulos baixos, esses correspondem a uma melhor resistência ao trincamento térmico. Quanto a temperaturas altas são desejáveis módulos altos, pois representam uma melhor resistência à deformação permanente. Na análise das amostras envelhecidas em laboratório foi verificado que o protocolo ESTUFA apresentou esse comportamento, onde ocorreu uma variação de módulo dinâmico mais acentuada, no qual acarretou numa maior resistência à deformação permanente e ao trincamento térmico.

Dessa forma nas curvas mestras de módulo dinâmico, as frequências altas estão associadas ao dano por trincamento térmico nas misturas asfálticas, contudo é muito incomum de ocorrer no Brasil devido ao clima tropical. Já as baixas frequências estão relacionadas às deformações viscoelásticas e à ocorrência de deformação permanente, e as frequências intermediárias ao dano por fadiga.

No âmbito do envelhecimento das misturas em campo verificou-se que o módulo dinâmico aumentou com o tempo de envelhecimento, ou seja, maiores valores de MD foram obtidos para a amostra envelhecida por 6 meses em relação a amostra de referência. A curva mestra da amostra envelhecida por dois meses ficou próxima da de referência, um pouco superior, fato esse justificado pelo curto período de envelhecimento. Já a curva referente ao envelhecimento de 6 meses se aproximou da curva do protocolo ESTUFA, justificando os maiores aumentos de rigidez devido ao maior tempo de exposição.

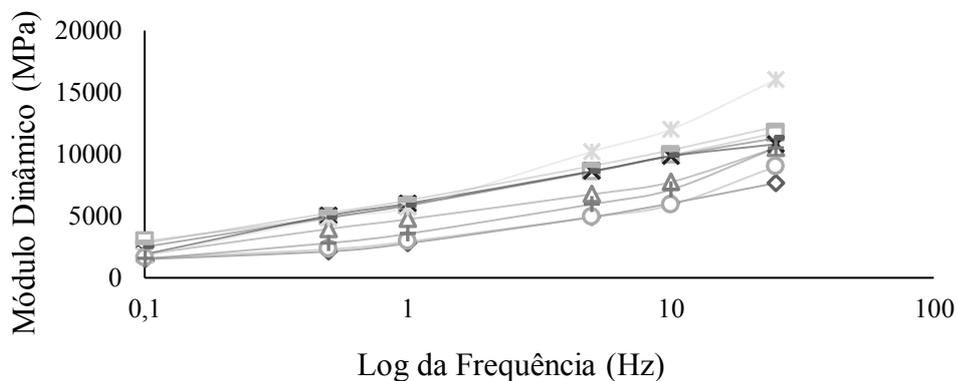
A Figura 65 apresenta os resultados do ensaio de módulo dinâmico, que é definido como a tensão máxima para a amplitude da deformação aplicada, que reflete a rigidez do corpo de prova avaliado, de todas as misturas asfálticas por temperatura de ensaio.

Figura 65 - Módulo dinâmicos das misturas asfálticas: a) 4°C, b) 20°C, c) 40°C



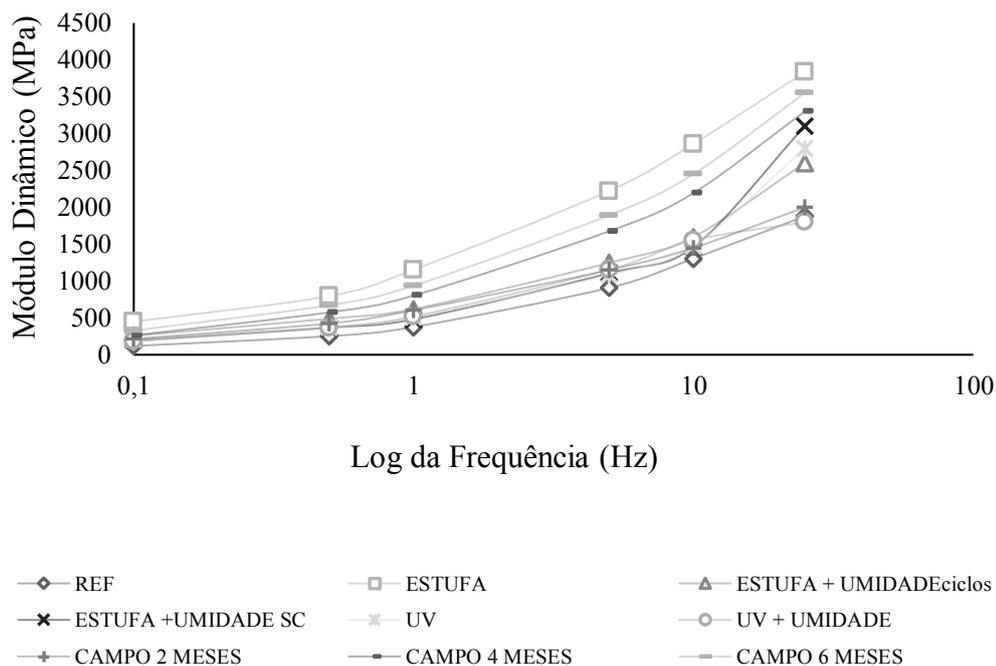
- ◆ REF
- ◆ ESTUFA
- ◆ ESTUFA + UMIDADE Ciclos
- ◆ ESTUFA + UMIDADE SC
- ◆ UV
- ◆ UV + UMIDADE
- ◆ CAMPO 2 MESES
- ◆ CAMPO 4 MESES
- ◆ CAMPO 6 MESES

(a)



- ◆ REF
- ◆ ESTUFA
- ◆ ESTUFA + UMIDADE Ciclos
- ◆ ESTUFA + UMIDADE SC
- ◆ UV
- ◆ UV + UMIDADE
- ◆ CAMPO 2 MESES
- ◆ CAMPO 4 MESES
- ◆ CAMPO 6 MESES

(b)

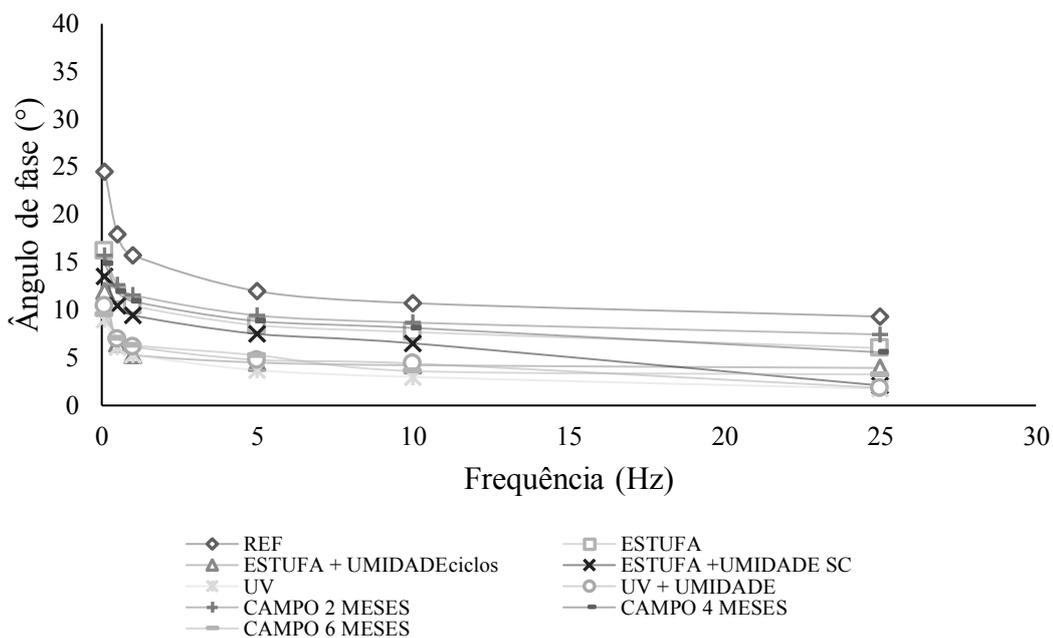


(c)

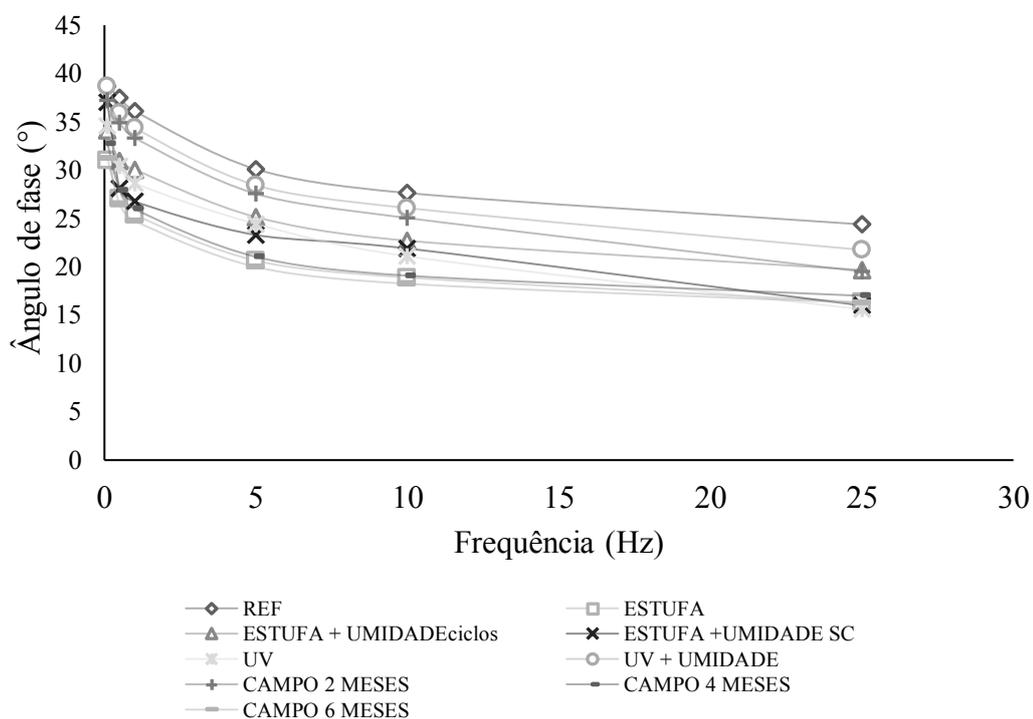
Por meio da Figura 65 percebe-se que o envelhecimento afetou o parâmetro de rigidez da mistura asfáltica avaliada por meio da aplicação de carga senoidal em diferentes frequências, sendo as misturas envelhecidas nos protocolos ESTUFA, UV e CAMPO_{6MESES} as que apresentaram maiores valores de módulo dinâmico e a mistura de referência os menores valores em todas as temperaturas analisadas. Na análise dos gráficos da Figura 65 percebe-se que no tocante aos protocolos desenvolvidos em laboratório, para uma frequência de 10 Hz as misturas envelhecidas no protocolo UV se sobressaem, corroborando com o comportamento dessas misturas quando submetidas ao ensaio de RT e MR.

O ângulo de fase, que é a diferença entre o pulso de tensão e o pulso de deformação, ou seja, é o intervalo de tempo entre a tensão aplicada e a tensão de resposta se relaciona com as propriedades elásticas e viscosas dos materiais asfálticos, portanto, quanto maior for este ângulo menor será a viscosidade e maior a elasticidade. A Figura 66 apresenta os ângulos de fase referentes às frequências de carregamento de todas as misturas asfálticas analisadas nesse estudo, em cada temperatura de ensaio.

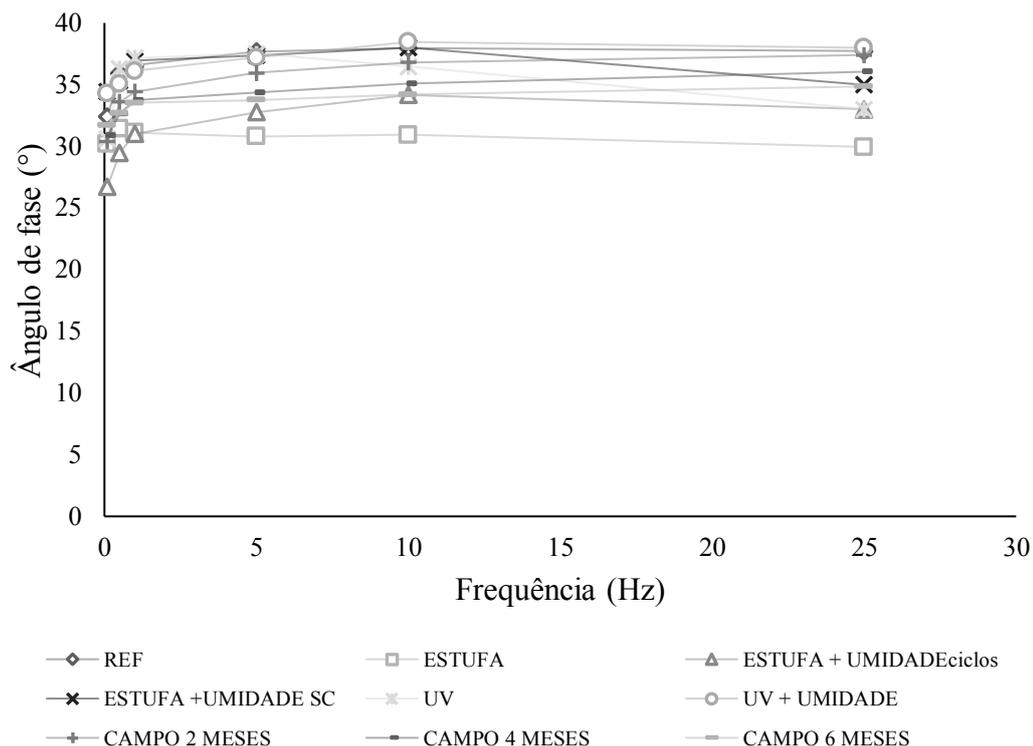
Figura 66 - Ângulos de fase referentes às frequências de carregamento: a) 4°C, b) 20°C, c) 40°C



(a)



(b)



(c)

Para todas as misturas asfálticas avaliadas, observou-se inicialmente que o ângulo de fase aumenta com o aumento da temperatura e diminui com o aumento da frequência. No entanto, essa tendência acontece até a temperatura atingir 40°C, pois nesta foi verificado que o ângulo de fase tende a diminuir em baixas frequências para essa temperatura mais elevada.

O envelhecimento da mistura de uma maneira geral interferiu na viscoelasticidade das misturas asfálticas, tornando-as mais rígidas. Logo os valores de ângulo de fase das misturas envelhecidas foram inferiores aos da mistura asfáltica de referência, em que os valores obtidos para o protocolo UV+UMIDADE foi o mais próximo da mistura de referência, principalmente nas temperaturas maiores, confirmando a tendência verificada no MD. Os menores valores do ângulo de fase foram observados nas misturas envelhecidas nos protocolos ESTUFA, UV e CAMPO_{6MESES}, que por sua vez forma os que conferiram maior rigidez a mistura.

De acordo com Costa (2018) e Sahebzamani *et al.* (2022) essa tendência é esperada, pois os autores aferiram que para menores temperaturas e frequências mais baixas é observado o aumento do ângulo de fase, indicando que a maior parte da energia é dissipada no comportamento viscoelástico da mistura, o que sugere que a relação entre o ângulo de fase em baixa temperatura e alta frequência é atribuída ao ligante, seguindo a tendência deste. Logo o comportamento das misturas asfálticas avaliadas está associado ao comportamento do ligante

perante os protocolos de envelhecimento adotados. O ângulo de fase a alta temperatura e baixa frequência é afetado pelo agregado e a maior parte da energia é atribuída à interação ligante-agregado que tende a diminuir o ângulo de fase.

Segundo Nemati *et al.* (2020) o ponto de pico do ângulo de fase é considerado a extensão máxima do comportamento viscoso de uma mistura e depende do tamanho e gradação do agregado, tipo de ligante e teor, dentre outras propriedades da mistura.

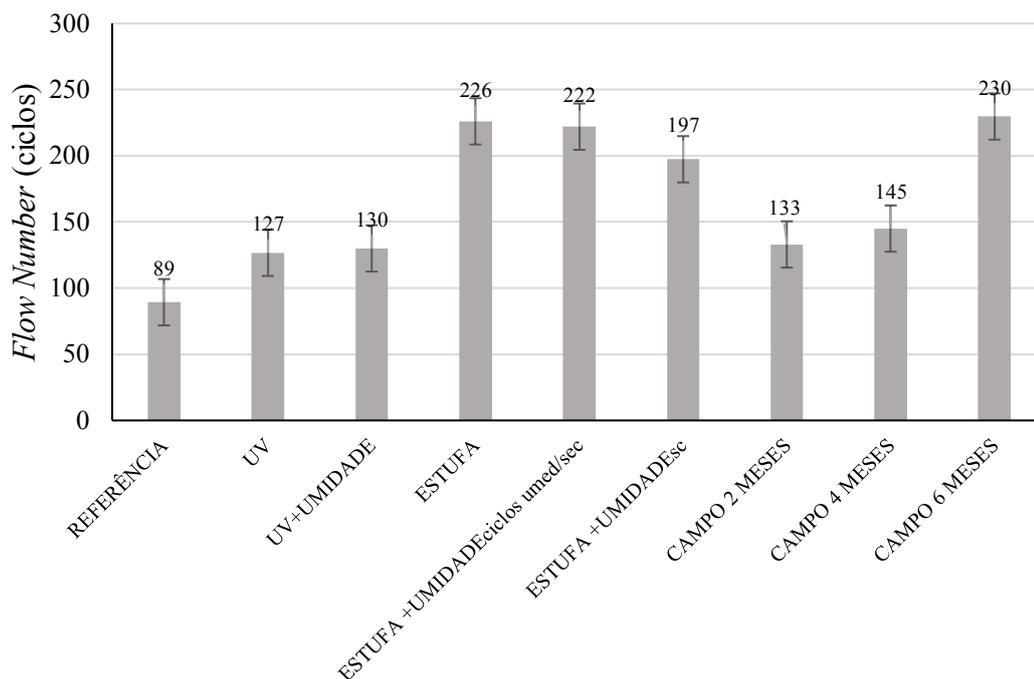
Na análise do envelhecimento em campo percebe-se que o ângulo de fase diminuiu com o tempo de envelhecimento, ou seja, menores valores foram obtidos para a amostra envelhecida por 6 meses em relação a amostra de referência. A curva da amostra envelhecida por dois meses ficou bem próxima da de referência, um pouco superior, fato esse justificado pelo curto período de envelhecimento que propiciou menor rigidez. Já a curva referente ao envelhecimento de 6 meses se aproximou da curva do protocolo ESTUFA e UV, justificando assim os maiores incrementos de rigidez devido ao maior tempo de exposição.

Pode-se resumir que o envelhecimento aumenta a rigidez e diminui a elasticidade de misturas asfálticas em temperaturas de serviço moderadas e altas. A incorporação dos agentes intempéricos influenciam na resposta dinâmica das misturas asfálticas podendo garantir ou não o desempenho destas.

4.3.5 Resistência à Deformação Permanente (Flow Number)

A Figura 67 apresenta os valores médios do *Flow Number* (FN) das misturas asfálticas analisadas nesse estudo. O efeito do envelhecimento na deformação permanente de misturas asfálticas envelhecidas, principalmente considerando a radiação UV e umidade são inexistentes na literatura.

Figura 67 - Valores do Flow Number obtidos pelo ensaio uniaxial de carga repetida



As misturas asfálticas envelhecidas apresentaram valores maiores em relação à mistura asfáltica de referência, ou seja, apresentaram maior resistência à deformação permanente. O processo de envelhecimento em laboratório permitiu aumento de resistência à deformação permanente em 42,7%, 46%, 154%, 149% e 121% nas misturas envelhecidas nos protocolos UV, UV+UMIDADE, ESTUFA, ESTUFA+UMIDADE_{CICLOS} e ESTUFA+UMIDADE_{ESC}, respectivamente, em relação a mistura de referência. Percebe-se também uma redução de 43,8% do valor médio da mistura envelhecida na câmara UV em relação à mistura envelhecida na estufa.

Esse comportamento pode ser explicado em função das dimensões do corpo de prova e do seu esqueleto pétreo, pois a radiação pode não ter penetrado no interior da amostra, sendo esta irradiada superficialmente. Essas observações corroboram com os estudos realizados por Kim *et al.* (2018) que enfatizam que a oxidação por radiação UV ocorrem apenas próximo a superfície do pavimento.

Os autores desenvolveram um Modelo Climático Integrado Aprimorado (EICM) que relaciona temperatura do pavimento em função da profundidade deste. O histórico de temperatura prevista do pavimento foi acoplado ao modelo cinético para prever o envelhecimento em campo ao longo da profundidade. O modelo tende a subestimar o envelhecimento próximo à superfície do pavimento e superestimar o envelhecimento em

profundidades abaixo de 20 mm, que considera a oxidação UV para o pavimento próximo à superfície.

Dessa forma os autores destacam a necessidade do desenvolvimento de um modelo que considere as propriedades morfológicas das misturas asfálticas para prever com mais precisão o envelhecimento em campo. Além disso a temperatura adotada na câmara UV provavelmente não foi suficiente para provocar um envelhecimento mais agressivo que na estufa, já que a temperatura da estufa foi em torno de 85°C.

Entretanto, Islam *et al.* (2015) verificaram que o FN diminui com o período de envelhecimento mais longos, isso significa que a fragilidade das amostras aumenta (ductilidade diminui) com o tempo de envelhecimento. No entanto, o aumento da fragilidade é muito acentuado durante os primeiros cinco dias de condicionamento. Os autores destacam que esta queda repentina do parâmetro durante os primeiros dias de condicionamento é devido ao enrijecimento do ligante, onde sua parte interna pode não ser afetada mesmo após longos períodos de condicionamento. Como o protocolo de envelhecimento UV requereu mais dias (14 dias), este fato pode contribuir para uma queda do FN das amostras ensaiadas, corroborando com as observações dos autores.

Por meio da Figura 67 percebe-se que a umidade influenciou na resistência a deformação permanente em ambos os protocolos (ESTUFA e UV). Entretanto no protocolo UV+UMIDADE os valores foram relativamente constantes com o um leve incremento (2,4%) quando comparado com o mesmo protocolo sem considerar a umidade. Esse comportamento pode ter sido ocasionado em função da condensação da água presente no protocolo que provavelmente atuou de forma mais intensa se comparado aos protocolos ESTUFA+UMIDADE_{CICLOS} e ESTUFA+UMIDADE_{SC}, já que nestes protocolos houveram leves reduções de FN com a adição da água de 1,8% e 12,8%, respectivamente.

As misturas envelhecidas em laboratório nos protocolos ESTUFA e ESTUFA+UMIDADE_{CICLOS} obtiveram maiores valores de FN e os resultados obtidos nesse ensaio corroboram com os dados de Jnr a 0,1 kPa e 3,2 kPa dos ligantes asfálticos envelhecidos nos respectivos protocolos. Para o valor mais alto de tensão (3.2 kPa) o ligante envelhecido em ambos os protocolos apresentou um Jnr de aproximadamente 2,20 kPa⁻¹ comprovando sua rigidez e resistência à deformação permanente. Entretanto, o ligante envelhecido na estufa RTFO apresentou Jnr de 4,03 kPa⁻¹, indicando maior suscetibilidade à deformação permanente.

Na análise dos protocolos desenvolvidos em campo percebe-se que a resistência a deformação permanente aumentou com o tempo de envelhecimento, onde o tempo de 6 meses propiciou aumentos nos valores de FN de aproximadamente 158%, 73% e 59% quando comparado com a amostra de referência e a envelhecida por 2 meses e 4 meses, respectivamente. Nas amostras envelhecidas por 2 meses e 4 meses foram observados aumentos de 49% e 63% em relação a amostra de referência, confirmando a tendência de aumento de FN com o tempo de envelhecimento em campo.

Na Tabela 28 são apresentadas as análises de variância (ANOVA) para o ensaio de FN. Essa análise foi realizada utilizando os resultados obtidos deformação permanente, com coeficiente de determinação de 5%. A análise estatística para a deformação permanente seguiu a mesma tendência da maioria dos ensaios supracitados, onde os resultados de FN apresentaram diferenças significativas diante dos protocolos de envelhecimentos adotados.

Tabela 28 - ANOVA FN – Misturas de referência e envelhecidas

<i>Grupo</i>	<i>Contagem</i>	<i>Soma</i>	<i>Média</i>	<i>Variância</i>		
REFERÊNCIA	3	268	89,3333	16,3333333		
UV	3	380	126,667	121,333333		
UV+UMIDADE	3	390	130	700		
ESTUFA	3	678	226	1443		
ESTUFA + UMIDADE CICLOS	3	666	222	2821		
ESTUFA + UMIDADE SC	3	592	197,333	76,333333		
CAMPO 2 MESES	3	399	133	919		
CAMPO 4 MESES	3	435	145	439		
CAMPO 6 MESES	3	689	229,6667	280,3333333		
<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	66058	8	8257,25			
Dentro dos grupos	13632,67	18	757,3704	10,902528	1,67E-05	2,510158
Total	79690,67	26				

Embora o envelhecimento tenha proporcionado incrementos na resistência a deformação permanente, Nascimento (2008) aponta que misturas asfálticas densas dosadas para suportar tráfego médio (3×10^6 a 1×10^7 ESALs) devem apresentar FN mínimo de 300 ciclos, enquanto que para misturas destinadas ao tráfego pesado (1×10^7 a 3×10^7 ESALs), esse valor é 750 ciclos. Portanto, observa-se que nenhuma das misturas envelhecidas atingiu esse valor, inclusive a mistura de referência. Assim o desempenho obtido quanto à deformação permanente, a partir

do FN, pode ser considerado insuficiente a várias das misturas conforme os resultados apresentados por Nascimento (2008).

Barros (2017) buscou analisar o comportamento à deformação permanente, por meio do ensaio uniaxial de carga repetida, de misturas asfálticas convencionais. Pelos resultados dos ensaios da norma brasileira e seguindo os critérios estabelecidos por Nascimento (2008), apenas 25% das misturas atingiram o critério para utilização em pista de tráfego médio, e nos ensaios que foram regidos pela AASTHO TP 79-15, 75% das misturas atingiram o critério para utilização em pista de tráfego médio. Logo, a autora conclui em seus estudos que os parâmetros sugeridos por Nascimento (2008) são conservadores e haveria a necessidade de novos balizadores de referência.

Na Tabela 29 são apresentados um resumo dos limites/critérios dos valores de FN mínimos para o desempenho adequado de misturas asfálticas frente à deformação permanente estabelecidos por Nascimento (2008), Bastos *et al.* (2017) e Faccin (2018).

Tabela 29 - Critérios de Flow Number para diferentes níveis de tráfego

Pesquisas/ Níveis de tráfego	Temp (°C)	Tensão (KPa)	Leve	Médio	Pesado	Extremamente pesado
			3×10^6	$[3 \times 10^6; 1 \times 10^7]$	$[1 \times 10^7; 3 \times 10^7]$	$> 10^7$
Nascimento (2008)	60	204	-	300	750	-
Bastos <i>et al.</i> (2017)	60	204	-	100	300	>1000
Faccin <i>et al.</i> (2021)	60	204	-	300	600	>2000

De acordo com os parâmetros de referência sugeridos por Bastos *et al.* (2017), as misturas envelhecidas seriam adequadas para tráfego médio, entretanto a mistura de referência não se enquadraria nos limites. Por último, considerando os critérios propostos por Faccin *et al.* (2021), nenhuma das misturas se enquadrariam nos limites estabelecidos.

Diante do exposto, acredita-se que os resultados desta pesquisa poderiam ser superiores caso os critérios de avaliação fossem outros, como os estabelecidos pela norma americana, que estabelece que misturas asfálticas densas dosadas para suportar tráfego médio e pesado devem apresentar FN mínimo de 50 e 190 ciclos, respectivamente.

4.3.6 Vida de Fadiga

As Figuras 68 e 69 apresentam os resultados obtidos no ensaio de fadiga por compressão diametral à tensão controlada em um diagrama log-log de N versus $\Delta\sigma$ e N versus ϵ_i , respectivamente. Nesses diagramas também são apresentadas as linhas de tendência que foram ajustadas aos resultados, as quais representam o modelo de fadiga das misturas asfálticas. A partir das equações das linhas de tendência, obtiveram-se os parâmetros K_2 e n_2 e K_3 e n_3 apresentados no item 3.3.4.6, bem como seus R^2 , conforme apresentados na Tabela 30.

Os protocolos de envelhecimento das misturas aplicados nesta pesquisa trouxeram mudanças significativas no comportamento geral observado. Na Figura 68 pode-se notar que houve uma aproximação no comportamento das misturas envelhecidas em alguns protocolos, indicando que há uma tendência à estabilidade na relação entre as diferenças de tensões no centro dos corpos de prova e o número de ciclos de carga até a fadiga.

Figura 68 - Número de ciclos até a ruptura versus diferença de tensões no centro do CP

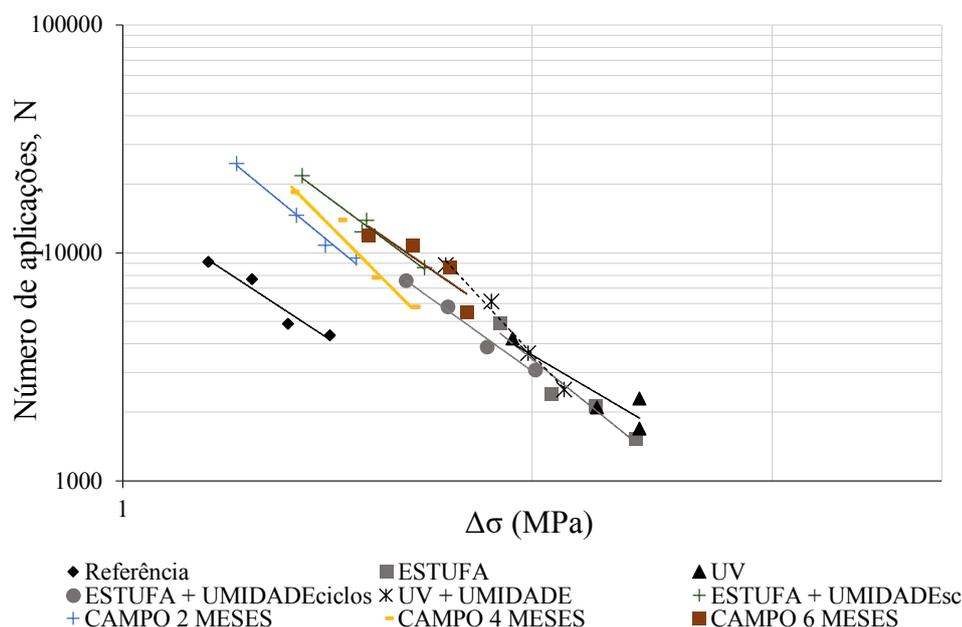


Figura 69 - Número de ciclos até a ruptura versus deformação resiliente inicial

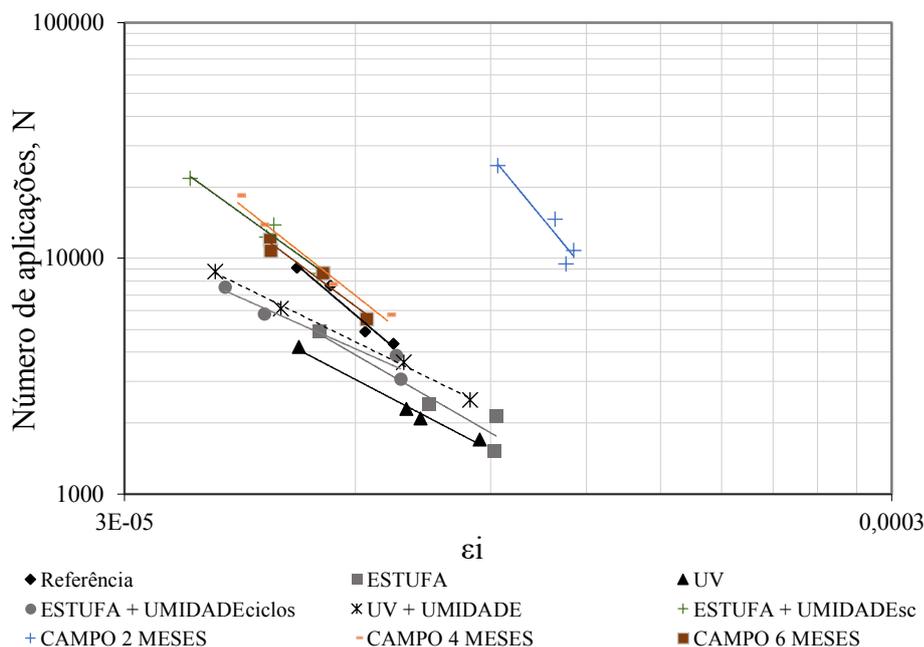


Tabela 30 - Resumo das características das curvas de vida de fadiga das misturas

Mistura asfáltica	Equação	R ²	Coeficientes	
REFERÊNCIA	$N \times \Delta\sigma$	0,9411	K₂	n₂
	$16411 \left(\frac{1}{\Delta\sigma}\right)^{3,909}$		16411	3,909
	$N \times \epsilon i$	0,9604	K₃	n₃
	$1x10^{-8} \left(\frac{1}{\epsilon i}\right)^{2,771}$		$1x10^{-8}$	2,771
UV	$N \times \Delta\sigma$	0,9077	K₂	n₂
	$40621 \left(\frac{1}{\Delta\sigma}\right)^{3,51}$		40621	3,51
	$N \times \epsilon i$	0,9934	K₃	n₃
	$0,0002 \left(\frac{1}{\epsilon i}\right)^{1,699}$		0,0002	1,699
UV + UMIDADE	$N \times \Delta\sigma$	0,9822	K₂	n₂
	$313238 \left(\frac{1}{\Delta\sigma}\right)^{6,444}$		313238	6,444
	$N \times \epsilon i$	0,9969	K₃	n₃
	$0,0008 \left(\frac{1}{\epsilon i}\right)^{1,598}$		0,0008	1,598
ESTUFA	$N \times \Delta\sigma$	0,9372	K₂	n₂
	$95425 \left(\frac{1}{\Delta\sigma}\right)^{4,802}$		95425	4,802

	$N \times \epsilon_i$		K_3	n_3
	$5 \times 10^{-5} \left(\frac{1}{\epsilon_i}\right)^{1,877}$	0,9633	5×10^{-5}	1,877
	$N \times \Delta\sigma$		K_2	n_2
ESTUFA + UMIDADE CICLOS	$58772 \left(\frac{1}{\Delta\sigma}\right)^{4,277}$	0,986	58772	4,277
	$N \times \epsilon_i$		K_3	n_3
	$0,0032 \left(\frac{1}{\epsilon_i}\right)^{1,447}$	0,9631	0,0032	1,447
	$N \times \Delta\sigma$		K_2	n_2
ESTUFA + UMIDADE SC	$81982 \left(\frac{1}{\Delta\sigma}\right)^{4,44}$	0,9739	81982	4,44
	$N \times \epsilon_i$		K_3	n_3
	$9 \times 10^{-7} \left(\frac{1}{\epsilon_i}\right)^{2,348}$	0,9668	9×10^{-7}	2,348
	$N \times \Delta\sigma$		K_2	n_2
CAMPO 2 MESES	$62392 \left(\frac{1}{\Delta\sigma}\right)^{4,91}$	0,9928	62392	4,91
	$N \times \epsilon_i$		K_3	n_3
	$3 \times 10^{-12} \left(\frac{1}{\epsilon_i}\right)^{3,947}$	0,9517	3×10^{-12}	3,947
	$N \times \Delta\sigma$		K_2	n_2
CAMPO 4 MESES	$108246 \left(\frac{1}{\Delta\sigma}\right)^{6,002}$	0,9520	108246	6,002
	$N \times \epsilon_i$		K_3	n_3
	$1 \times 10^{-7} \left(\frac{1}{\epsilon_i}\right)^{2,567}$	0,9803	1×10^{-7}	2,567
	$N \times \Delta\sigma$		K_2	n_2
CAMPO 6 MESES	$71841 \left(\frac{1}{\Delta\sigma}\right)^{4,098}$	0,80	62392	4,098
	$N \times \epsilon_i$		K_3	n_3
	$4 \times 10^{-7} \left(\frac{1}{\epsilon_i}\right)^{2,42}$	0,9482	4×10^{-7}	2,42

A norma DNIT183/2018 especifica um valor mínimo da média R^2 igual a 0,80. Portanto, por meio da Tabela 30 verifica-se que todas as misturas avaliadas apresentaram bons coeficientes de determinação com valores próximos de 1, satisfazendo a especificação da norma. O modelo que explicou melhor a variabilidade dos dados de resposta ao redor de sua média R^2 foi o da mistura envelhecida no protocolo UV+UMIDADE.

Na Tabela 30 verifica-se que o modelo que explicou melhor a variabilidade dos dados de resposta ao redor de sua média, R^2 mais próximo de 1, foi o da mistura envelhecida no protocolo UV+UMIDADE, seguido da mistura envelhecida no protocolo ESTUFA+UMIDADE_{CICLOS} e ESTUFA+UMIDADE_{SC} com valores próximos. A mistura envelhecida no protocolo CAMPO_{6MESES} apresentou os menores valores de R^2 , no entanto todas as misturas avaliadas apresentaram bons coeficientes de determinação. A norma DNIT183/2018 especifica um valor mínimo de R^2 igual a 0,80, e todas as amostras satisfizeram a especificação da norma.

De acordo com Cavalcante (2016) a curva de fadiga fornece informações sobre a susceptibilidade do revestimento à aplicação de carregamentos cíclicos. Esta informação está no coeficiente angular da reta (n_2), pois quanto maior for a inclinação (maior n_2), maior a sensibilidade das misturas à variação de diferença de tensões e menor será a susceptibilidade do pavimento, consequentemente menor será o risco da mistura sofrer trincamento prematuro devido à erros construtivos ou de projeto.

O valor de n_2 , que indica a inclinação das linhas na Figura 68 ($N \times \Delta\sigma$) e que estão descritos na Tabela 30 cresceu na sequência: UV < REFERÊNCIA < ESTUFA + UMIDADE_{CICLOS} < ESTUFA + UMIDADE_{SC} < ESTUFA < UV +UMIDADE, considerando todos os protocolos de envelhecimento desenvolvidos em laboratório. Quanto maior o valor de n_2 , maior a sensibilidade das misturas à variação de diferença de tensões. Portanto, a maioria das misturas envelhecidas supracitadas apresentaram maiores resistências a altas tensões, devido ao elevado valor de n_2 e maior sensibilidade à diferença de tensões.

Dessa forma, por meio da Figura 68 verifica-se que no nível baixo de diferença de tensões, as misturas de referência e ESTUFA+UMIDADE_{SC} apresentaram maior resistência à fadiga, e a alto nível de diferença de tensão as misturas envelhecidas apresentaram maior resistência à fadiga, seguindo a mesma tendência de comportamento, em que o protocolo ESTUFA+UMIDADE_{CICLOS} e UV+UMIDADE se sobressaíram.

Essas observações, considerando altos níveis de tensão, corroboram com as constatações de Genesseeux (2015), onde observaram que o envelhecimento afetou positivamente as misturas, devido ao aumento da rigidez em função da oxidação do ligante virgem. Outros autores, como Das *et al.* (2022) apontam que é possível analisar o efeito do envelhecimento sobre a mudança no número de ciclos, de fadiga até a falha ou sobre a progressão dos danos (mudança na rigidez, comprimento de trinca etc.) e que é evidente que a mistura asfáltica mais rígida apresenta uma maior resistência à fadiga em um modo de ensaio de tensão controlada.

A observação do coeficiente n_3 nas equações das linhas de tendência da curva de Wöler, que relaciona a deformação específica resiliente e o número de ciclos (Tabela 30), indica que a taxa de deterioração das misturas envelhecidas seguiu um padrão diferente da mistura de referência, em que esta taxa é significativamente maior quando se trata das misturas envelhecidas. Onde o n_3 da mistura de referência foi de 2,771, enquanto o menor valor encontrado foi na mistura envelhecida no protocolo ESTUFA + UMIDADE_{CICLOS} (1,447), considerando os protocolos desenvolvidos no laboratório. Logo, o valor de n_3 , que indica a inclinação das linhas na Figura 69 ($N \times \epsilon_i$), cresceu na sequência: ESTUFA + UMIDADE_{CICLOS} < UV+UMIDADE < UV < ESTUFA < ESTUFA + UMIDADE_{SC} < Referência. Quanto maior o valor de n_3 , maior a sensibilidade das misturas à variação de deformação.

A deformação resiliente inicial da mistura é inversamente proporcional ao seu módulo de resiliência. Ao analisar esses resultados por trechos das curvas de *Wöhler*, conclui-se que, para deformações resilientes baixas, as misturas envelhecidas nos protocolos ESTUFA+UMIDADE_{SC}, UV+UMIDADE e ESTUFA+UMIDADE_{CICLOS} apresentaram melhor desempenho, pois suportaram maior número de ciclos, comportamento semelhante ao apresentado na Figura 69. Com o aumento das deformações resilientes, ou seja, para altos níveis de deformação a mistura de referência e a mistura envelhecida no protocolo UV+UMIDADE tendem a suportar maior número de aplicações de carga (N).

No âmbito dos protocolos desenvolvidos em campo percebe-se que o envelhecimento propiciou um comportamento diferente as misturas, pois elas suportaram um maior número de ciclos, em que o protocolo de dois meses de envelhecimento se sobressaiu para baixas e altas tensões. A curva de Wöler para este período de dois meses, que relaciona a diferença e o número de ciclos, é a que mais se aproxima da mistura de referência, já que para este protocolo a mistura

suportou um maior número de ciclos, e à medida que os tempos de envelhecimento aumentaram as misturas apresentaram menor resistência a fadiga.

Na análise da fadiga torna-se importante destacar que as misturas devem suportar mais ciclos e se deformarem mais, de forma que não se tenha uma deformação abrupta, para que as microfissuras das misturas consigam regenerar-se. De uma maneira geral a maioria das misturas envelhecidas nessa pesquisa tenderam a apresentar uma ruptura abrupta.

Na simulação dos resultados encontrados e plotados em curvas de *Wöhler* é possível classificar as misturas quanto à resistência à fadiga calculando a área abaixo da curva de fadiga log-log (NASCIMENTO, 2021). Para as misturas asfálticas o autor criou o Fator de Fadiga das Misturas (FFM), originalmente denominado Fator Área de Fadiga (FAF), calculando a área entre os pontos de 100 μ S e 200 μ S conforme a Equação (15). Do ponto de vista de fadiga, quanto maior FFM, maior a tolerância ao dano do material. A Tabela 31 apresenta os FFM das misturas avaliadas neste estudo e suas respectivas classes, definidas a partir do FFM e do MR_{médio} das misturas.

Tabela 31 - Fator de Fadiga das Misturas (FFM) e respectivas classes a 25°C

PROTOCOLOS	FFM (25°)	CLASSES
REF	1,013	3
UV	1,104	4
UV+UMIDADE	1,190	4
ESTUFA	1,133	4
ESTUFA + UMIDADE CICLOS	1,202	4
ESTUFA + UMIDADE _{SC}	1,160	4
CAMPO 2 MESES	1,380	4
CAMPO 4 MESES	1,103	4
CAMPO 6 MESES	1,110	4

O FFM obtido por curvas de *Wöhler* simuladas, segundo Scuster (2018) apresenta boas correlações com a classificação a partir do dano simulado em condições reais. Por meio dos dados da Tabela 31 verifica-se que todas as misturas envelhecidas se enquadraram na classe 4. Os valores de FFM e as classes também foram calculados por meio do Programa Medina e estes foram equivalentes aos encontrados nas simulações das curvas de *Wöhler* do dano a fadiga. A partir dos resultados é possível verificar se existe uma boa correlação entre o FFM das misturas e o FFL dos ligantes, e apontar qual protocolo de envelhecimento apresenta melhor desempenho perante à fadiga. Além disso, por meio dos resultados dos ensaios de RT e MR a 25°C verificou-

se que alguns protocolos de envelhecimento apresentaram tendências de comportamento similar ao parâmetro FFM.

Franco (2020) destaca que os métodos mecanísticos empíricos utilizam análises elásticas de múltiplas camadas para investigar os parâmetros de deformabilidade, tais como módulo de resiliência e coeficiente de Poisson, a fim de obter uma estrutura global de comportamento elástico compatível. Dessa forma, a análise do envelhecimento nessas propriedades permite dimensionar uma estrutura com durabilidade superior, sendo necessários estudos com maiores variações de temperatura e tempos nos protocolos de envelhecimento, assim como uma maior variação de níveis de tensões aplicadas, para se ter uma análise mais aprofundada dos efeitos que o envelhecimento acarreta na vida de fadiga das misturas asfálticas.

4.4 Correlação entre Comportamento do Ligante e da Mistura Asfáltica

O processo oxidativo é um fenômeno intrínseco a todo e qualquer material, logo o estudo de um pavimento, em qualquer âmbito, será enriquecido se contemplar informações pertinentes às transformações ocorridas em decorrência dos processos degradativos. Assim, torna-se necessário uma maior avaliação e entendimento do comportamento do ligante asfáltico diante do envelhecimento assim como o comportamento da mistura para verificação de correlações das propriedades. Algumas considerações dessas propriedades acerca do comportamento do ligante versus a mistura estão evidenciadas a seguir:

- **Quanto à Rigidez:**

No tocante a rigidez das misturas asfálticas, esta foi analisada por meios dos ensaios de RT, MR e MD. Nestas análises verificou-se que o protocolo ESTUFA conferiu maior resistência a tração, propiciando uma maior rigidez. Na sequência, tiveram maiores aumentos UV, UV+UMIDADE, ESTUFA+UMIDADE_{CICLOS} e ESTUFA+UMIDADE_{ESC}.

Verificou-se também por meio das curvas mestras das misturas asfálticas envelhecidas transladadas do ensaio de MD que a rigidez das misturas envelhecidas foi afetada pelos diferentes protocolos de envelhecimento, onde para todas as misturas o módulo diminuiu devido ao aumento de temperatura tornando-se menos rígida e aumentou com o aumento da frequência de carregamento.

De uma maneira geral, os parâmetros intempéricos do envelhecimento aumentaram a rigidez da mistura e o módulo dinâmico melhorou. Entretanto, a incorporação da umidade acarretou pequena diminuição do módulo dinâmico em relação às misturas asfálticas envelhecidas sem a adição da água. A mistura asfáltica de referência apresentou menor módulo dinâmico, e próxima da curva envelhecida no protocolo UV + UMIDADE. Enquanto os protocolos ESTUFA E UV propiciaram maiores incrementos de rigidez.

Este comportamento também foi evidenciado para as ligantes, pois após a análise dos resultados do módulo de cisalhamento dinâmico (G^*) verificou-se que a rigidez aumentou significativamente após os protocolos de envelhecimento adotados, e para todos os protocolos à medida que a temperatura aumentou houve uma diminuição de G^* , ou seja, os ligantes foram mais susceptíveis para temperaturas mais altas, tornando-se menos rígido. A classificação relativa dos métodos de envelhecimento de acordo com G^* coloca o envelhecimento a curto prazo (RTFO) como o menos influente e o envelhecimento em RTFO+ESTUFA como o mais influente, seguido dos protocolos RTFO+ESTUFA+UMIDADE_{SC} e RTFO+ESTUFA+UMIDADE_{CICLOS}. Estes resultados apontam um ganho maior de rigidez do ligante mediante os envelhecimentos a longo prazo supracitados e conseqüentemente um maior índice de envelhecimento (AI), pois estes apresentaram uma maior suscetibilidade ao envelhecimento oxidativo.

Os comportamentos obtidos no ensaio de MD não foram tão evidenciados no ensaio de MR, pois os resultados dos módulos de resiliência foram similares com o condicionamento ao envelhecimento. Assim, os resultados de MR não puderam ser correlatos em relação ao MD. Entretanto, verificou-se que para uma frequência de 10 Hz as misturas envelhecidas no protocolo UV se sobressaíram, corroborando com o comportamento dessas misturas quando submetidas ao ensaio de RT e MR.

Acreditava-se que a radiação UV atuaria de forma mais intensa fazendo com que o protocolo UV se sobressaísse no envelhecimento tanto do ligante quanto da mistura, pois nesse protocolo estavam inseridos além da temperatura, a própria radiação. Mas esse comportamento foi ocasionado provavelmente em função da temperatura da câmara UV (60°) ser inferior ao da estufa (85°) ocasionando um envelhecimento menos agressivo, logo a temperatura mostrou-se determinante no processo de envelhecimento.

Com base nas as amostras envelhecidas em campo verificou-se que estas apresentaram ganho de rigidez com o tempo de envelhecimento. Para os ligantes esse comportamento foi

mais evidenciado a partir do 6º mês pois houve aumento para todas as temperaturas, indicando que a intemperização ao ar induz a mecanismos de oxidação por vezes diferentes daqueles da estufa RTFO, proporcionando um acréscimo de 28% no valor de AI em relação ao tempo de dois meses. É importante salientar que o tempo de 6 meses proporcionou G^* compatível com o protocolo ESTUFA.

Este comportamento corrobora com o comportamento das misturas, pois verificou-se que maiores valores de MD foram obtidos para a amostra envelhecida por 6 meses em relação à amostra de referência, e a curva referente ao envelhecimento de 6 meses se aproximou da curva do protocolo ESTUFA, justificando assim os maiores aumentos de rigidez devido ao maior tempo de exposição. Assim pode-se destacar que o comportamento do ligante e das misturas quanto à rigidez demonstra uma boa correlação principalmente para o protocolo ESTUFA e o protocolo CAMPO_{6MESES}.

As constatações de Yin *et al.* (2017) fortalecem os resultados desta pesquisa pois os autores verificaram que o envelhecimento em laboratório utilizando a estufa nas mesmas condições de temperatura e tempo adotadas é compatível com um tempo de envelhecimento em campo de aproximadamente 6 – 12 meses em serviço em regiões de climas quentes.

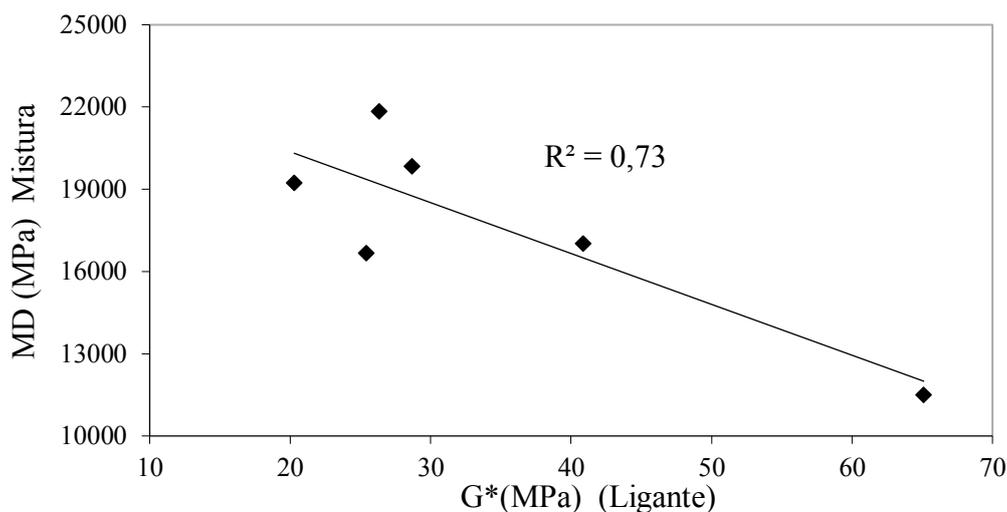
Quanto às propriedades viscoelásticas pode-se destacar que o envelhecimento de uma maneira geral interferiu na viscoelasticidade dos ligantes e das misturas asfálticas. Quanto maior for o ângulo de fase menor será a viscosidade e maior a elasticidade das misturas. Logo os valores de ângulo de fase das misturas envelhecidas foram inferiores aos da mistura asfáltica de referência, em que os valores obtidos para o protocolo UV+UMIDADE foi o mais próximo da mistura de referência, principalmente nas temperaturas maiores, confirmando a tendência verificada no MD. Os menores valores do ângulo de fase foram observados nas misturas envelhecidas nos protocolos ESTUFA, UV e CAMPO_{6MESES}, que por sua vez forma os que conferiram maior rigidez à mistura.

Quanto ao ligante, o protocolo RTFO+ESTUFA também propiciou maior interferência no aumento da viscosidade, ponto de amolecimento e módulo complexo (G^*), apontando maior rigidez, assim como o protocolo CAMPO_{6MESES}, justificando o comportamento evidenciado.

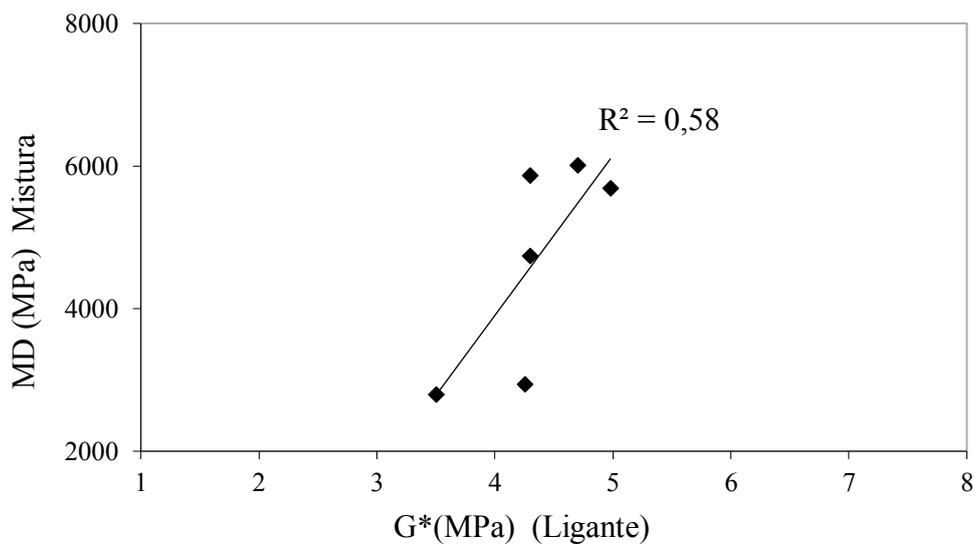
A partir dos resultados do ensaio de curva mestra dos ligantes, trasladadas a temperaturas de 4°C e 20°C e do ensaio de MD das misturas nas respectivas temperaturas, ambos na frequência de 1Hz, foi possível verificar se existiram correlações entre os resultados. Por meio das Figuras 70 e 71 verificou-se que os resultados obtidos apresentaram boas

correlações para a temperatura de 4°C, com coeficiente de determinação R^2 de 0,73 (considerando os protocolos em laboratório) e 0,79 considerando os protocolos em campo. Para a temperatura de 20°C o coeficiente de determinação R^2 encontrado foi de 0,58 para ambas as situações, considerando-se assim mediano.

Figura 70 - Correlação de G^* referentes aos ligante e MD das misturas envelhecidas em laboratórios obtidos no ensaio de curva mestra e MD respectivamente: a) 4°C, b) 20°C

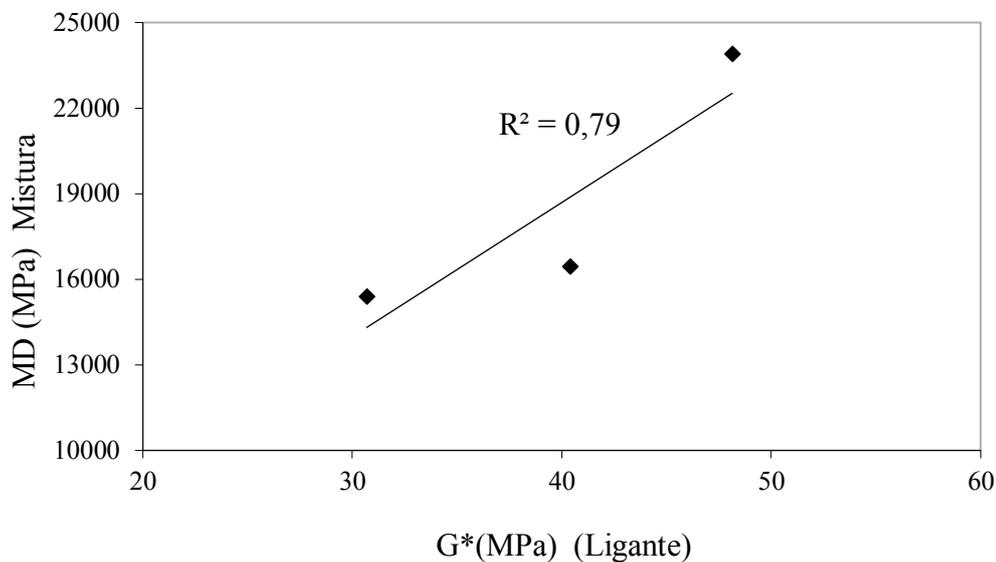


(a)

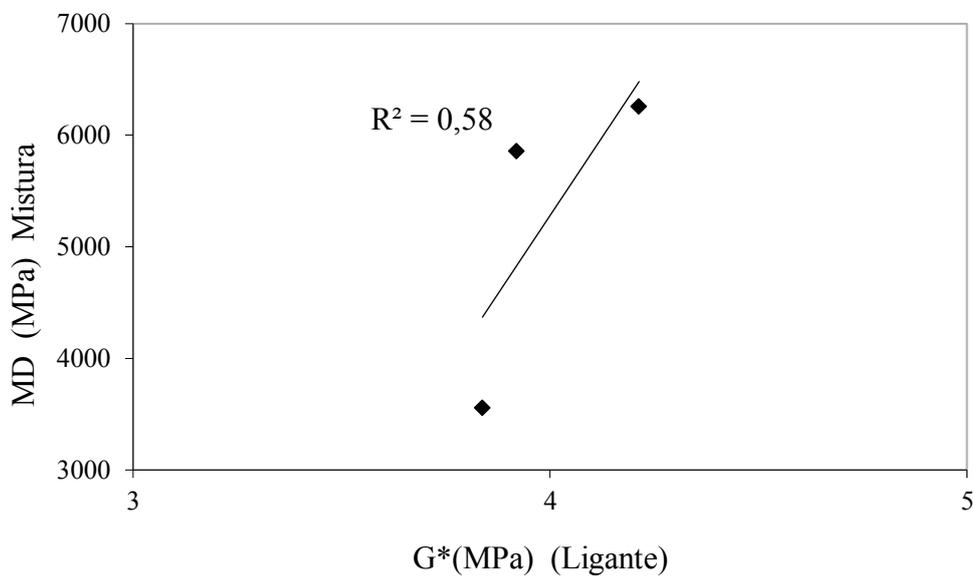


(b)

Figura 71 - Correlação de G^* referentes aos ligante e MD das misturas envelhecidas em campo obtidos no ensaio de curva mestra e MD respectivamente: a) 4°C, b) 20°C



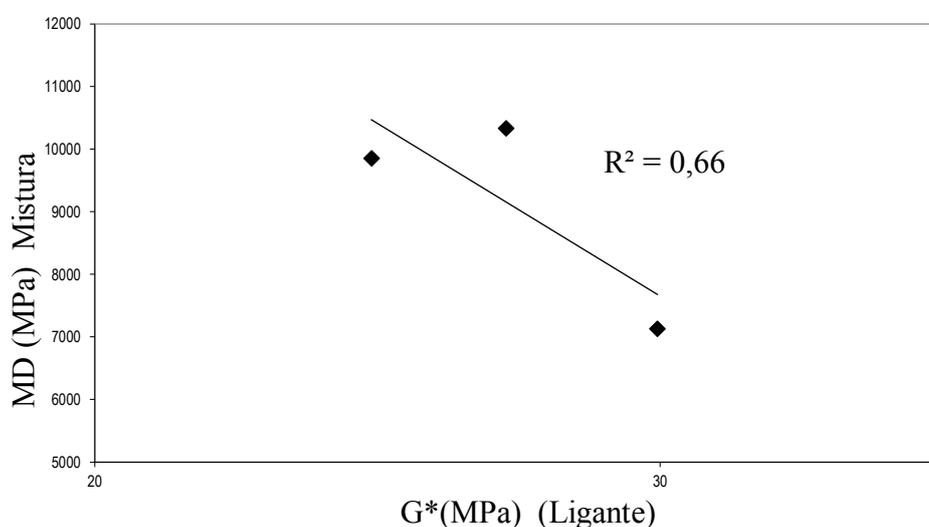
(a)



(b)

Na análise dos protocolos desenvolvidos em campo, considerando G^* dos ligantes obtidos por meio da curva mestra transladada uma temperatura de 15°C e do ensaio de MD das misturas na temperatura de 20°C , ambos na frequência de 10Hz, verificou-se por meio da Figura 72 uma correlação mediana entre os resultados com coeficiente de determinação R^2 de 0,66. Na análise dos protocolos desenvolvidos em laboratório as correlações não foram consistentes, pois o coeficiente de determinação encontrado foi baixo.

Figura 72 - Correlação de G^* referentes aos ligante (15°C e 10 Hz) e MD das misturas (20°C e 10 Hz) envelhecidas em campo obtidos no ensaio de curva mestra e MD respectivamente

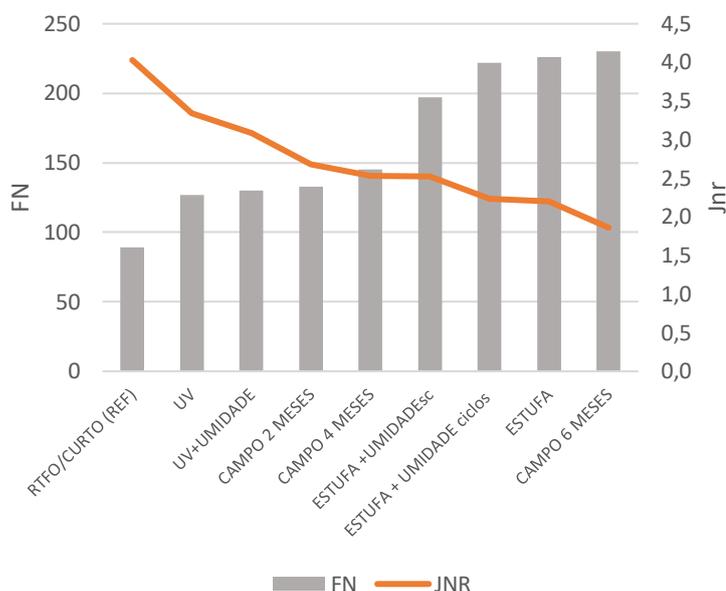


- **Quanto à Deformação permanente:**

O envelhecimento do ligante também propiciou melhoras nos valores obtidos para as compliâncias não recuperáveis (J_{nr}), ou seja, os valores foram diminuídos significando redução da suscetibilidade do material à deformação permanente, onde essa diminuição foi mais evidenciada para os protocolos ESTUFA e ESTUFA+UMIDADE_{CICLOS} pois foram os que propiciaram maiores reduções do J_{nr} com relação ao ligante envelhecido na estufa RTFO. As misturas envelhecidas em laboratório nos respectivos protocolos obtiveram maiores valores de FN, corroborando com os dados obtidos de J_{nr} a 3,2 kPa dos ligantes asfálticos envelhecidos.

Este comportamento de aumento de FN e diminuição de J_{nr} , das misturas e dos ligantes respectivamente, que configuram o aumento da resistência a deformação permanente com o envelhecimento estão evidenciados na Figura 73.

Figura 73 – Comportamento de FN x Jnr (3,2 kPa) nos protocolos de envelhecimento



Para o valor mais alto de tensão (3.2 kPa) o ligante envelhecido no protocolo ESTUFA e ESTUFA+UMIDADE_{CICLOS} umed/sec apresentou menor valor de Jnr (2,20 kPa⁻¹ e 2,23 kPa⁻¹) comprovando sua rigidez e resistência à deformação permanente. Entretanto, o ligante asfáltico de referência apresentou Jnr de 4,03 kPa⁻¹, indicando maior suscetibilidade à deformação permanente.

Na análise das misturas, o protocolo ESTUFA e ESTUFA+UMIDADE_{CICLOS} permitiu aumentos de resistência à deformação permanente de 154% e 149% em relação a mistura de referência. É importante destacar que na análise das amostras envelhecidas em laboratório, à baixas e altas temperaturas, no protocolo ESTUFA ocorre uma variação de módulo dinâmico mais acentuada, no qual acarretou numa maior resistência à deformação permanente e ao trincamento térmico, corroborando com os resultados de FN.

Dessa forma parâmetro FN e a resistência à deformação permanente estão estreitamente relacionados com a rigidez das misturas. Ao considerar essa correlação, os resultados estão consistentes com a tendência encontrada para as misturas asfálticas nesta pesquisa, ou seja, as misturas e os ligantes envelhecidos no protocolo ESTUFA apresentaram maior rigidez e maiores valores de FN.

Na investigação dos protocolos desenvolvidos em campo percebe-se que a resistência a deformação permanente aumentou com o tempo de envelhecimento, onde o tempo de 6 meses propiciou aumentos nos valores de FN da mistura de aproximadamente 158% em relação a

amostra de referência, e aumentos de 73% e 59% em relação a envelhecida por 2 meses e 4 meses, respectivamente. Além disso o envelhecimento de 6 meses propiciou uma diminuição acentuada no valor de Jnr em relação ao ligante envelhecido na estufa RTFO de aproximadamente 53,8%.

A Figura 74 mostra a correlação entre todos os resultados de Jnr obtidos para os ligantes asfálticos envelhecidos e o Flow Number (FN) das respectivas misturas, onde foi verificada uma boa correlação, com coeficiente de determinação R^2 da ordem de 0,81. Por meio das Figuras 75 e 76 verifica-se que esta correlação é ainda maior se considerarmos os protocolos em laboratório e em campo separadamente, com valores de R^2 de 0,96 e 1, respectivamente.

Figura 74 – Correlação de FN x Jnr (3,2 kPa) obtidos nos protocolos de envelhecimento

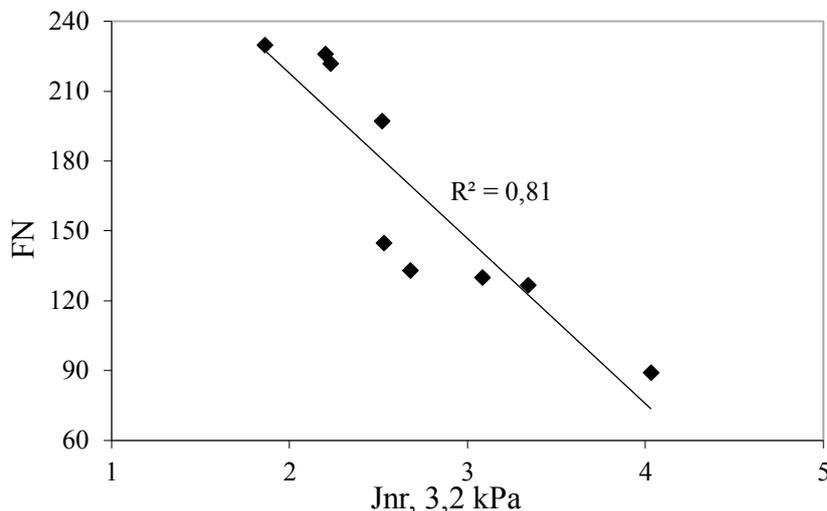


Figura 75 – Correlação de FN x Jnr (3,2 kPa) obtidos nos protocolos de envelhecimento em laboratório

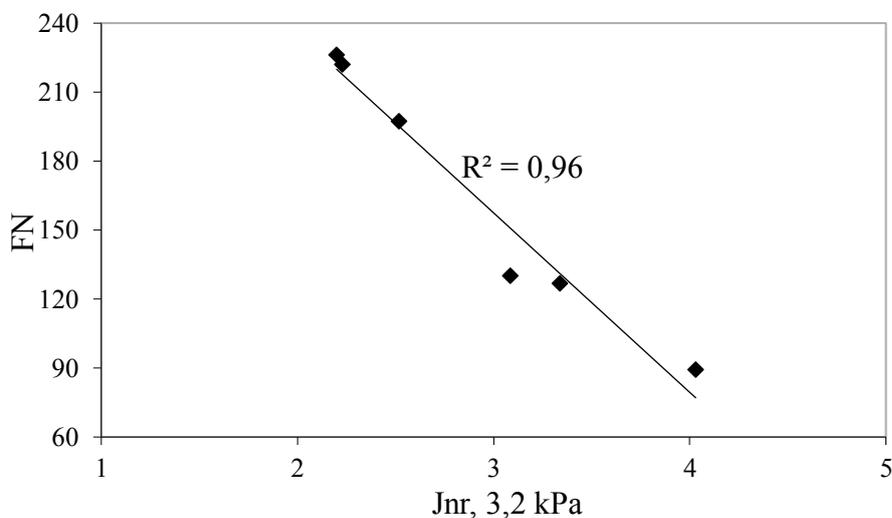
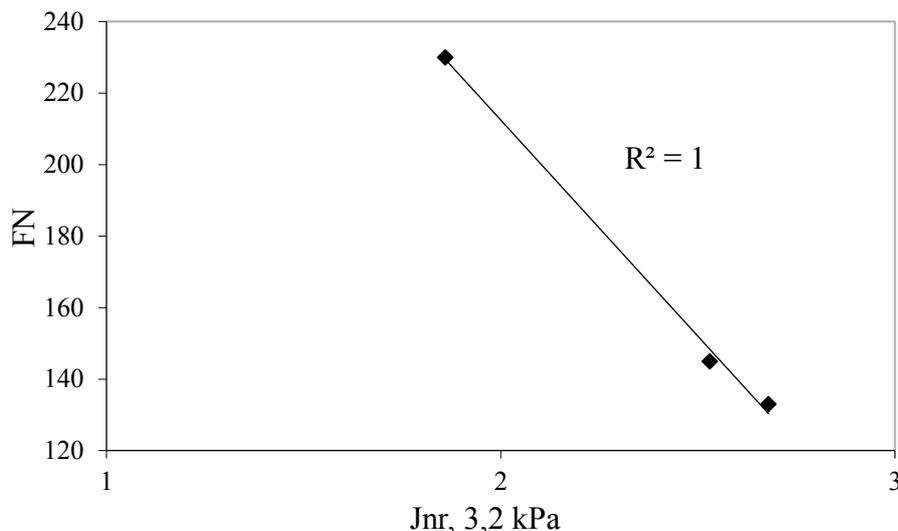


Figura 76 – Correlação de FN x Jnr (3,2 kPa) obtidos nos protocolos de envelhecimento em campo

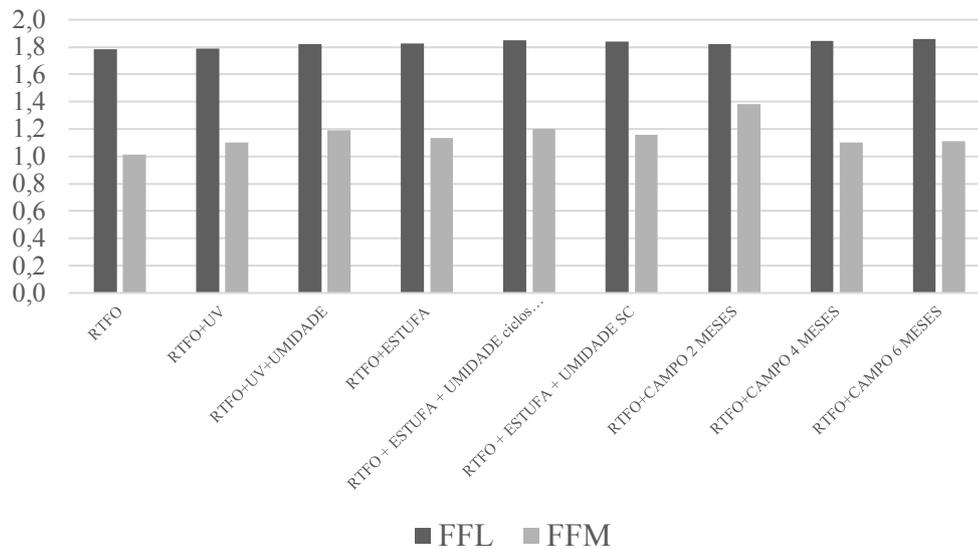


Importante salientar que esse comportamento reológico do ligante diverge dos resultados das análises químicas obtidas por meio do FTIR, pois mostraram que o ligante é mais sensível ao efeito da radiação UV, resultando em índices de grupos funcionais contendo oxigênio mais elevados, bem como um envelhecimento mais intenso. Estudos realizados por Wu *et al.* (2008a) destacam que as alterações químicas e reológicas não foram geralmente consistentes, ou seja, foi verificado a partir dos índices de envelhecimento que existia uma correlação muito fraca entre os compostos químicos e propriedades reológicas.

- **Quanto à Fadiga (FFL x FFM):**

A partir do critério com base na relação entre o LAS para ligantes e fadiga uniaxial para misturas asfálticas (em função do modelo viscoelástico de dano contínuo simplificado S-VECD), foi possível verificar o comportamento destes materiais por meio do Fator de Fadiga do Ligante (FFL) e o Fator de Fadiga da Mistura (FFM) a partir da área abaixo das curvas de fadiga para os níveis de tensão de 1,25% e 2,50%. A Figura 77 apresenta os resultados de FFL e FFM para efeito comparativo.

Figura 77 – Comportamento de FFL e FFM nos protocolos de envelhecimento



O FFM obtido nas simulações das curvas de *Wöhler* do dano a fadiga e por meio do Programa Medina apresentou boas correlações com a classificação do FFL dos ligantes quando analisados os protocolos em laboratório e em campo separadamente. Esse comportamento está evidenciado nas Figuras 78 e 79. Na análise dos protocolos desenvolvidos no laboratório tanto o FFL quanto o FFM apontam o melhor desempenho perante à fadiga para o protocolo de envelhecimento RTFO+ ESTUFA+UMIDADE_{CICLOS}, portanto são correlatos. É importante destacar que houve uma tendência de aumento do parâmetro tanto para o ligante quanto para a mistura, considerando estes protocolos, onde foi obtido um R^2 de 0,74. Em relação aos protocolos desenvolvidos em campo, foi obtido um R^2 de 0,90. Entretanto, estes apresentaram um comportamento diferente pois houve uma tendência de aumento do FFL em função do maior tempo de envelhecimento e uma respectiva tendência de diminuição do FFM.

Figura 78 – Correlação de FFM x FFL obtidos nos protocolos de envelhecimento em laboratório

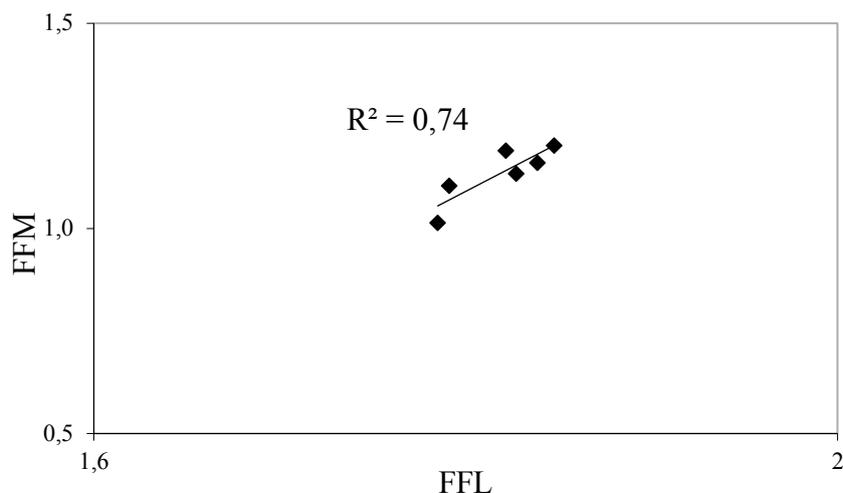
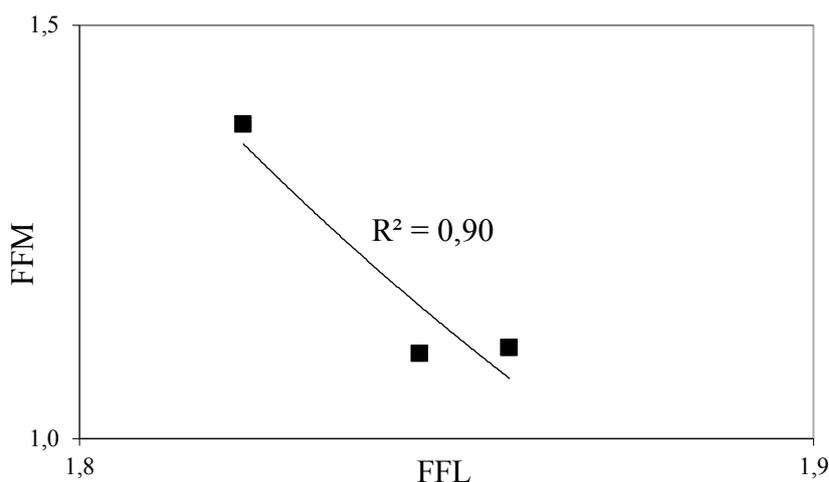


Figura 79 – Correlação de FFM x FFL obtidos nos protocolos de envelhecimento em campo



Com base na classificação de Nascimento (2021), para todos os protocolos de envelhecimento adotados os ligantes foram considerados como excelentes no ranking de classificação, pois foram superiores a 1,57 e com classificação 5. Dessa forma o envelhecimento a longo prazo propiciou um melhor desempenho para os ligantes e misturas perante à fadiga, considerando baixas deformações.

Esse comportamento corrobora com os estudos de Chen & Bahia (2021) que ao submeter misturas ao envelhecimento em estufa e ligantes ao envelhecimento por meio do PAV, concluíram que a vida à fadiga do ligante e da mistura pode aumentar com o aumento do tempo de envelhecimento para baixos níveis de deformação. Entretanto, em níveis superiores a 10%

de deformação, estes mostraram uma redução lógica da vida de fadiga com o envelhecimento. Vale ressaltar que em um estudo anterior Chen *et al.* (2019) investigou a relação entre a vida à fadiga do ligante asfáltico por meio do LAS e o Índice de Flexibilidade de misturas asfálticas por meio do ensaio de flexão semicircular SCB. Os autores verificaram que a correlação entre a vida à fadiga do ligante e o índice de flexibilidade das misturas também melhorou com o aumento do nível de deformação, onde o valor R^2 da correlação começou a se estabilizar em 0,80 quando o nível de deformação aumentou para 10%.

Dessa forma, em função da mudança da vida à fadiga com o nível de deformação e dos protocolos de envelhecimento adotados neste estudo, é razoável presumir que um nível de deformação de 2,5% ou 5% não é uma escolha ideal para calcular a vida à fadiga dos materiais. Portanto, no estudo dos efeitos do envelhecimento e da correlação com o desempenho da mistura, é necessário selecionar o nível de deformação utilizado na estimativa da vida à fadiga dos ligantes e relacioná-lo com o comportamento da mistura. Segundo Chen & Bahia (2021) se a correlação for para ensaios de fratura de misturas, como o ensaio de trincamento por tração indireta ou ensaio de flexão semicircular (SCB), os níveis de deformação superiores a 10% são um bom ponto de partida.

Ainda segundo Chen & Bahia (2021) no ensaio de LAS, a vida de fadiga (N_f) em vários níveis de envelhecimento podem ser descritas por uma simples função de envelhecimento em qualquer nível de deformação. Quando níveis de deformação superiores a 10% são usados para estimar N_f , a vida à fadiga dos ligante diminui com o envelhecimento como esperado. O endurecimento devido ao aumento do envelhecimento pode melhorar a vida à fadiga apenas se os ligantes forem submetidos a deformações muito pequenas. O limite dessa pequena tensão é altamente dependente da composição do ligante. Os autores frisam que um nível de deformação de 15% deve ser incluído na comparação e/ou classificação de ligantes em relação à resistência à fadiga e que do ponto de vista prático, critérios de dano de 35% são preferidos para obter a vida à fadiga do que critérios de tensão máxima.

Esse comportamento evidenciado quanto à fadiga para baixas deformações pode ter ocorrido pois durante o processo de envelhecimento, pode ocorrer a redistribuição dos constituintes do ligante, reativação de aditivos ou quebra de estruturas poliméricas mais rígidas, alterando as propriedades mecânicas da mistura asfáltica, como a rigidez e a capacidade de dissipação de energia. Essas alterações podem resultar em uma resposta mais resiliente e resistente à fadiga dependendo do tipo de envelhecimento e das condições específicas. A

formação de uma matriz mais rígida em torno dos agregados pode melhorar a resistência à deformação permanente e reduzir a propagação de trincas durante o carregamento cíclico, levando a uma maior resistência à fadiga. Assim, algumas condições específicas de envelhecimento podem ter influenciado no comportamento dos materiais e poderia ser confirmado por meio do ensaio de microscopia e do ensaio termogravimétrico.

Diante dos resultados encontrados, torna-se importante frisar que as correlações obtidas por meio do FFM x FFL e FN x Jnr revelam que essas propriedades são fortemente influenciadas pelo ligante, portanto, por meio de simulações de envelhecimento do ligante pode-se estimar o comportamento da mistura.

4.5 Resumo dos resultados obtidos na pesquisa

Em função do grande volume de ensaios e dos resultados obtidos na pesquisa, optou-se por apresentar um resumo dos resultados por meios das Tabela 32 e 33. As Tabelas foram elaboradas para facilitar a análise dos resultados e nelas constam todos os ensaios realizados com as amostras condicionadas aos protocolos de envelhecimento adotados nessa pesquisa.

Os resultados são comparados a amostra de a envelhecida a curto prazo mediante incrementos (↑), diminuição (↓) ou constância (~) de propriedades. Vale salientar que os resultados também podem ser considerados aproximadamente próximos (≈) ao de referência. A classificação acontece do nível 1 ao 9, onde o nível 1 indica maiores incrementos ou maiores diminuições, e o nível 9 menores incrementos e menores diminuições.

Os dados das Tabelas 32 e 33 mostram o aumento de rigidez dos materiais, menor susceptibilidade à deformação permanente e maior vida de fadiga para baixas deformações em função dos protocolos de envelhecimentos, bem como a susceptibilidades das misturas ao dano por umidade induzida devido ao condicionamento.

Para determinar a confiabilidade do comportamento da mistura é de suma importância sua análise quanto ao condicionamento ao envelhecimento, assim como do ligante, pois estes simulam o desempenho ao longo de sua vida útil. Os dados obtidos na análise mecânica podem permitir analisar quais misturas asfálticas são mais viáveis para uso na camada de rolamento em função do seu desempenho perante o envelhecimento.

Tabela 32 - Comparação dos ensaios e parâmetros obtidos para os ligantes asfálticos envelhecidos

Ensaio	Protocolos						
	Viscosidade	PG	G*	AI	MSCR (3,2 kPa)	LAS (Nf - 1%)	FFL
RTFO	↑ ₉	≈	↑ ₉	↑ ₉	*	*	*
RTFO+UV	↑ ₈	↑ ₁	↑ ₈	↑ ₈	↓ ₈	↑ ₈	↑ ₈
RTFO+UV+UMIDADE	↑ ₇	≈	↑ ₇	↑ ₇	↓ ₇	↑ ₆	↑ ₆₋₇
RTFO+ESTUFA	↑ ₂	↑ ₁	↑ ₁	↑ ₁	↓ ₂	↑ ₄	↑ ₅
RTFO+ESTUFA +UMIDADE _{CICLOS}	↑ ₃	≈	↑ ₄	↑ ₄	↓ ₃	↑ ₂	↑ ₂₋₃
RTFO+ESTUFA +UMIDADE _{SC}	↑ ₆	≈	↑ ₃	↑ ₂	↓ ₄	↑ ₅	↑ ₄
RTFO+CAMPO _{2 MESES}	↑ ₅	≈	↑ ₅	↑ ₅	↓ ₆	↑ ₇	↑ ₆₋₇
RTFO+CAMPO _{4 MESES}	↑ ₄	≈	↑ ₆	↑ ₆	↓ ₅	↑ ₃	↑ ₂₋₃
RTFO+CAMPO _{6 MESES}	↑ ₁	≈	↑ ₂	↑ ₃	↓ ₁	↑ ₁	↑ ₁

* não houve comparação pois os ensaios não foram realizados no ligante virgem.

Tabela 33 - Comparação dos ensaios e parâmetros obtidos para as misturas asfálticas envelhecidas

Ensaio	Protocolos					
	RT	LOTTMAN	MR	MD	FN	FFM
UV	↑ ₁₋₂	↓ ₅	≈	↑ ₄	↑ ₇₋₈	↑ ₃
UV+UMIDADE	↑ ₃	↓ ₆	≈	↑ ₇₋₈	↑ ₇₋₈	↑ ₂
ESTUFA	↑ ₁₋₂	↓ ₂	≈	↑ ₁₋₂	↑ ₂	↑ ₃
ESTUFA +UMIDADE CICLOS	↑ ₄	↓ ₈	≈	↑ ₅₋₆	↑ ₃	↑ ₂
ESTUFA +UMIDADE _{SC}	↑ ₆₋₇	↓ ₇	≈	↑ ₅₋₆	↑ ₄	↑ ₂
CAMPO _{2 MESES}	↑ ₈ ≈	↓ ₄	≈	↑ ₇₋₈	↑ ₆	↑ ₁
CAMPO _{4 MESES}	↑ ₆₋₇	↓ ₃	≈	↑ ₃	↑ ₅	↑ ₃
CAMPO _{6 MESES}	↑ ₅	↓ ₁	↑ ₁ ≈	↑ ₁₋₂	↑ ₁	↑ ₃

Por meio das Tabelas 32 e 33 foi possível verificar uma boa correlação de propriedades entre o protocolo ESTUFA desenvolvido no laboratório e o envelhecimento em campo por 6 meses, corroborando as observações existentes na literatura.

Independente do protocolo com radiação UV não ter provocado o envelhecimento esperado, provavelmente em função da temperatura da câmara, a metodologia proposta nesta pesquisa, considerando temperaturas maiores poderia ser utilizada de maneira bastante proveitosa, principalmente em países de clima tropical como o Brasil, de forma a aproximar a simulação em laboratório e as reais condições de campo, já que o envelhecimento provocado pela radiação UV não está previsto nas normativas de ensaios utilizados na simulação clássica em laboratório.

Dessa forma o estudo de envelhecimento agrega valor a toda linha de pesquisa em ligantes e misturas asfálticas. A contribuição é rica de informações sobre o comportamento químico e reológico de amostras submetidas a degradações sofridas por temperatura, radiação ultravioleta e umidade. Em todos estes processos oxidativos as análises das amostras envelhecidas fornecem subsídio para estudos mecânicos, químicos, reológicos mais próximo da realidade em campo.

5 CONCLUSÕES E SUGESTÕES

Este estudo explorou o comportamento físico-químico, reológico e mecânico dos ligantes e suas misturas após diferentes métodos de envelhecimento, onde os efeitos do envelhecimento foram avaliados. Nesta seção serão apresentadas as conclusões obtidas por meio dessa pesquisa, bem como sugestões para pesquisas futuras envolvendo o mesmo objeto de estudo.

5.1 Considerações finais

Os resultados dos ensaios de FTIR apontaram que diferentes combinações de processos de envelhecimento propiciaram mudanças químicas diferenciadas, onde os envelhecimentos térmico e fotoquímico seguiram mecanismos de reação diferentes, a oxidação quando expostos a radiação UV e um maior enrijecimento quando expostos ao protocolo estufa, indicando que o maior nível de oxidação ocorreu principalmente quando o ligante foi exposto a radiação ultravioleta.

De uma maneira geral, os efeitos da radiação UV não foram tão intensos como o esperado. A radiação UV ao incidir sobre o ligante asfáltico, forma uma camada impermeável na superfície das amostras, que impede a entrada de O_2 e faz com que este seja menos envelhecido globalmente sob radiação UV que sob efeito do calor. Esse comportamento justifica-se também pela temperatura que foi utilizada na câmara UV que foi inferior ao da estufa. Além disso os tempos utilizados para os envelhecimentos podem não ter sido compatibilizados de forma fidedigna com o protocolo da estufa, regido pela AASHTO R30. Quanto ao fator umidade este interferiu principalmente o protocolo por radiação UV, logo a diferença de procedimentos quanto a inserção da umidade pode ter interferido nos resultados.

O módulo de cisalhamento dinâmico do ligante aumentou significativamente após os protocolos de envelhecimento adotados. A classificação relativa dos métodos de envelhecimento em laboratório de acordo com G^* coloca o RTFO como o menos influente e o envelhecimento em RTFO+ESTUFA como o mais influente. O envelhecimento também permitiu uma redução da vida de fadiga para altos níveis de deformação. As deformações permanentes diminuíram após o envelhecimento, conforme esperado.

O comportamento mecânico das misturas envelhecidas corrobora com o comportamento dos ligantes. Além disso boas correlações foram evidenciadas nas análises destes materiais, por meio da determinação do R^2 , principalmente quanto aos parâmetros que avaliam a deformação permanente e a fadiga, indicando que o estudo do ligante pode presumir o comportamento da mistura diante dos protocolos de envelhecimento adotados.

Pode-se destacar que os protocolos de laboratório, desenvolvidos tanto para ligantes quanto para misturas, utilizando a estufa convencional foram os que propiciaram uma maior similaridade de comportamento com os protocolos desenvolvidos em campo, destacando-se o protocolo ESTUFA, pois este mostrou-se compatível com protocolo CAMPO_{6MESES}. Assim, as técnicas de envelhecimento desenvolvidas em laboratório foram representativas no sentido de simular o comportamento em campo.

Portanto, os protocolos de envelhecimento utilizados nesta pesquisa desempenharam um papel importante nos resultados observados, pois diferentes protocolos levaram a níveis variados de deterioração e modificações nas propriedades da mistura e ligantes. Tornando-se importante considerar os parâmetros e as condições específicas de cada protocolo utilizado e como eles podem influenciar o comportamento destes materiais. Dessa forma, a associação de parâmetros intempéricos como temperatura, radiação UV e umidade podem acelerar o processo de envelhecimento de ligantes e misturas, onde temperaturas elevadas e maiores tempos de envelhecimentos, podem ocasionar graus de envelhecimentos mais sérios. Portanto, a radiação UV e a umidade não devem ser negligenciadas em simulações de envelhecimento em laboratório.

5.2 Sugestões para pesquisas futuras

Com a finalidade de aprofundar os resultados encontrados nessa pesquisa, propõe-se para trabalhos futuros:

- Avaliar o comportamento de ligantes modificados por polímeros e borracha, e suas respectivas misturas perante os mesmos protocolos de envelhecimento adotados, além do envelhecimento a longo prazo do ligante utilizando o vaso pressurizado (PAV);
- Investigar o comportamento desses materiais expostos a ambientes mais complexos, como temperatura maiores, radiações ultravioletas (UV) mais severas, chuva ácida ou condições de gelo e degelo;
- Avaliar de forma mais aprofundada a química dos ligantes envelhecidos por meio da técnica de cromatografia para identificação das frações SARA;
- Avaliar o comportamento da parte fina da mistura (MAF) perante os envelhecimentos adotados e verificar qual agente modificador propicia uma melhor interação com a matriz asfáltica;
- Analisar a microestrutura dos ligantes e das misturas asfálticas envelhecidas por meio do ensaio de Microscopia Ótica (MO) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), para verificação da interação entre o ligante asfáltico e o esqueleto pétreo da mistura.
- Avaliar o comportamento reológico dos ligantes envelhecidos a partir da extração deste de misturas submetidas aos protocolos de envelhecimento LTOA adotados na pesquisa, além da análise reológica de ligantes recuperados a partir de corpos de prova extraídos de rodovias com diferentes anos de serviço.
- Analisar e comparar misturas envelhecidas por meio do ensaio Indirect Tensile Asphalt Cracking Test (IDEAL-CT) que também tem limites estabelecidos.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AHMAD, M.; MANNAN, U. A.; ISLAM, M. R. e TAREFDER, R. A. **CHEMICAL AND MECHANICAL CHANGES IN ASPHALT BINDER DUE TO MOISTURE CONDITIONING**. Road Materials and Pavement Design, 19 (5), pp. 1216-1229, 2018.

AMELIAN, S.; ABTAHI, S. M. & HEJAZI, S. M. **MOISTURE SUSCEPTIBILITY EVALUATION OF ASPHALT MIXES BASED ON IMAGE ANALYSIS**. Construction and Building Materials, 63, 294–302, 2014.

AMERICAN ASSOCIATION OF STATE HIGHWAY TRANSPORTATION OFFICIALS. **AASHTO R 30-02. STANDARD PRACTICE FOR MIXTURE CONDITIONING OF HOT MIX ASPHALT (HMA)**. Washington, D.C., 2010.

AMERICAN ASSOCIATION OF STATE HIGHWAY AND TRANSPORTATION OFFICIALS. **AASHTO T 283: STANDARD METHOD OF TEST FOR RESISTANCE OF COMPACTED ASPHALT MIXTURES TO MOISTURE-INDUCED DAMAGE**. Washington, 2014.

AMERICAN ASSOCIATION OF STATE HIGHWAY AND TRANSPORTATION. **AASHTO M 320: STANDARD SPECIFICATION FOR PERFORMANCE-GRADED ASPHALT BINDER**. Washington, 2017.

AMERICAN ASSOCIATION OF STATE HIGHWAY AND TRANSPORTATION. **AASHTO PP2-01. STANDARD PRACTICE FOR MIXTURE CONDITIONING OF HOT MIX ASPHALT (HMA)**. Washington, 2001.

AMERICAN ASSOCIATION OF STATE HIGHWAY AND TRANSPORTATION. **AASHTO TP 101: STANDARD METHOD OF TEST FOR ESTIMATING FATIGUE RESISTANCE OF ASPHALT BINDERS USING THE LINEAR AMPLITUDE SWEEP**. Washington, DC. 2012.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM C 127: STANDARD TEST METHOD FOR RELATIVE DENSITY (SPECIFIC GRAVITY) AND ABSORPTION OF COARSE AGGREGATE.** Estados Unidos, 2015.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM C 131M: STANDARD TEST METHOD FOR RESISTANCE TO DEGRADATION OF SMALL-SIZE COARSE AGGREGATE BY ABRASION AND IMPACT IN THE LOS ANGELES MACHINE.** Estados Unidos, 2020.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM C 1252: STANDARD TEST METHODS FOR UNCOMPACTED VOID CONTENT OF FINE AGGREGATE (AS INFLUENCED BY PARTICLE SHAPE, SURFACE TEXTURE, AND GRADING).** Estados Unidos, 2017.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 2419: STANDARD TEST METHOD FOR SAND EQUIVALENT VALUE OF SOILS AND FINE AGGREGATE.** Estados Unidos, 2014.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 2872: STANDARD TEST METHOD FOR EFFECT OF HEAT AND AIR ON A MOVING FILM OF ASPHALT (ROLLING THIN-FILM OVEN TEST).** Estados Unidos, 2019.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 5M: STANDARD TEST METHOD FOR PENETRATION OF BITUMINOUS MATERIALS.** Estados Unidos, 2020.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 36M-14: STANDARD TEST METHOD FOR SOFTENING POINT OF BITUMEN (RING-AND-BALL APPARATUS).** Estados Unidos, 2020.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 4402M: STANDARD TEST METHOD FOR VISCOSITY DETERMINATION OF ASPHALT AT ELEVATED TEMPERATURES USING A ROTATIONAL VISCOMETER.** Estados Unidos, 2015.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 4791: STANDARD TEST METHOD FOR FLAT PARTICLES, ELONGATED PARTICLES, OR FLAT AND ELONGATED PARTICLES IN COARSE AGGREGATE.** Estados Unidos, 2019.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 5821-13: STANDARD TEST METHOD FOR DETERMINING THE PERCENTAGE OF FRACTURED PARTICLES IN COARSE AGGREGATE.** Estados Unidos, 2017.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 6373: STANDARD SPECIFICATION FOR PERFORMANCE-GRADED ASPHALT BINDER.** Estados Unidos, 2021.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 6925: STANDARD TEST METHOD FOR PREPARATION AND DETERMINATION OF THE RELATIVE DENSITY OF ASPHALT MIX SPECIMENS BY MEANS OF THE SUPERPAVE GYRATORY COMPACTOR.** Estados Unidos, 2015.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 7405: STANDARD TEST METHOD FOR MULTIPLE STRESS CREEP AND RECOVERY (MSCR) OF ASPHALT BINDER USING A DYNAMIC SHEAR RHEOMETER.** Estados Unidos, 2020.

ANITELLI, A. **ESTUDO DO DANO POR UMIDADE DE MISTURAS DENSAS COM LIGANTES ASFÁLTICOS CONVENCIONAL E MODIFICADO COM POLÍMERO SBS.** Dissertação apresentada ao Departamento de Engenharia de Transportes da Escola de Engenharia de São Carlos, da Universidade de São Paulo, 2013.

ARAÚJO, M. A. (2012). **EFEITO DA RADIAÇÃO SOLAR NO ENVELHECIMENTO DE LIGANTES ASFÁLTICOS MODIFICADOS**. Tese de Doutorado – UFMG, 2012.

ASPHALT INSTITUTE. **THE ASPHALT BINDER HANBOOK**. Manual series n°. 26 (MS-26), First Edition. March, 2011.

BARROS, L. M. **DEFORMAÇÃO PERMANENTE DE MISTURAS ASFÁLTICAS: AVALIAÇÃO DO DESEMPENHO PELO CRITÉRIO DE FLOW NUMBER DE MISTURAS QUENTES E MORNAS**. Dissertação (Mestrado). Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, UFRGS, Porto Alegre, 2017.

BASTOS, J. B. S.; SOARES, J. B. e NASCIMENTO, L. A. R. **CRITÉRIOS PARA OS RESULTADOS DO ENSAIO UNIAXIAL DE CARGA REPETIDA DE MISTURAS ASFÁLTICAS EM LABORATÓRIO A PARTIR DO DESEMPENHO EM CAMPO**. Revista Transportes. v. 25, n. 2, p. 29–40. 2017.

BERNUCCI, L. B.; MOTTA L. M. G.; CERATTI J. A. P.; SOARES J. B. S. **PAVIMENTAÇÃO ASFÁLTICA. FORMAÇÃO BÁSICA PARA ENGENHEIROS**. Rio de Janeiro, 2022.

BOCCI, M. e CERN, G. **THE ULTRAVIOLET RADIATION IN SHORT AND LONG-TERM AGING OF BITUMEN**. Euroasphalt and Eurobitume Congress, 49-58, 2000.

BRILIAK, D.; REMIŠOVÁ, E. **RESEARCH INTO EFFECT OF ASPHALT MIXTURE AGING ON STIFFNESS**. Transp. Res. Procedia, 55, 1251–1257, 2021.

CALA, A.; CARO, S.; LLERAS, M.; Y. ROJAS-AGRAMONTE Y. **IMPACT OF THE CHEMICAL COMPOSITION OF AGGREGATES ON THE ADHESION QUALITY AND DURABILITY OF ASPHALT-AGGREGATE SYSTEMS**. Construction and Building Materials, 216, p. 661-672, 2019.

CALA, A e CARO, S. **PREDICTIVE QUANTITATIVE MODEL FOR ASSESSING THE ASPHALT-AGGREGATE ADHESION QUALITY BASED ON AGGREGATE CHEMISTRY**. Road Materials and Pavement Design, 2021.

CARO, S.; MANRIQUE-SANCHEZ, L. e KIM, Y-R. **COMPUTATIONAL EVALUATION OF LONG-TERM RAVELLING SUSCEPTIBILITY OF PERMEABLE FRICTION COURSES (PFC)**. Construction and Building Materials, 291, 123306, 2021.

CAVALCANTE, F. P. **EFEITO DA ADIÇÃO DOS ÓLEOS DE RICIMUS COMMUNIS E LINUS USITATISSIMUM NAS PROPRIEDADES REOLÓGICAS DO CIMENTO ASFÁLTICO DE PETRÓLEO PURO E MODIFICADO**. Tese de Doutorado - Programa de Pós Graduação em Ciência e Engenharia dos Materiais. Universidade Federal de Campina Grande. Campina Grande, 2016.

CHEN, H.; ZHANG, Y.; BAHIA, H. **THE ROLE OF BINDERS IN CRACKING RESISTANCE OF MIXTURES MEASURED WITH THE IFIT PROCEDURE**. In: Proceeding of the 64th Annual Meeting of the Canadian Technical Asphalt Association, Montreal, Canada, 2019.

CHEN, H. e BAHIA, H. **MODELLING EFFECTS OF AGING ON ASPHALT BINDER FATIGUE USING COMPLEX MODULUS AND THE LAS TEST**. International Journal of Fatigue, Vol. 146, 2021.

CLAUSSEN, L. E. **COMPOSTOS SULFURADOS EM ASFALTOS: INFLUÊNCIA DO PROCESSO DE ENVELHECIMENTO NA COMPOSIÇÃO DAS FRAÇÕES MALTÊNICAS E ASFALTÊNICAS**. Dissertação de Mestrado. Programa de Pós-graduação em Química - Universidade Federal de Santa Maria. Rio Grande do Sul (RS), 2013.

COSTA, D. B. **ANÁLISE DA DEFORMAÇÃO PERMANENTE DE MISTURAS ASFÁLTICAS A PARTIR DOS CRITÉRIOS DE MOHR COULOMB**. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal de Campina Grande. Campina Grande, 2018.

CRAVO, M. C. C. **EFEITOS DO ENVELHECIMENTO TÉRMICO E FOTOQUÍMICO DE LIGANTES ASFÁLTICOS, MÁSTIQUE E MATRIZ DE AGREGADOS FINOS**. Tese de Doutorado. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil. Universidade Federal do Rio de Janeiro. Rio de Janeiro. F. 251. 2016.

COUTINHO, R. P. **UTILIZAÇÃO DA PARTE FINA DE MISTURAS ASFÁLTICAS PARA AVALIAÇÃO DO DANO POR FADIGA**. Dissertação de Mestrado. Programa de Pós Graduação em Engenharia de Transportes da Universidade Federal do Ceará. Fortaleza, 2012.

DANTAS, L. N. **ESTUDO DO ENVELHECIMENTO DE LIGANTES ASFÁLTICOS**. Tese de Doutorado. Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil, COPPE, da Universidade Federal do Rio de Janeiro. Rio de Janeiro 2015.

DAS, P. K., KRINGOS, N. e BIRGISSON, B. **MICROSCALE INVESTIGATION OF THIN FILM SURFACE AGEING OF BITUMEN**. Journal of Microscopy, 254(2), 95–107, 2104.

DAS, B.P. e SIDDAGANGAIAH, A.K. **IDENTIFICATION OF PARAMETER TO ASSESS CRACKING RESISTANCE OF ASPHALT MIXTURES SUBJECTED TO AGING AND MOISTURE CONDITIONING**. J. Traffic Transp. Eng. (English Edition), 9 (2) (2022), pp. 293-304, 2022.

DEPARTAMENTO NACIONAL DE INFRAESTRUTURA DE TRANSPORTES. **DNIT 031: CONCRETO ASFÁLTICO** - Especificação de material. Rio de Janeiro, 2006.

DEPARTAMENTO NACIONAL DE INFRAESTRUTURA DE TRANSPORTES. **DNIT 136: PAVIMENTAÇÃO ASFÁLTICA – MISTURAS ASFÁLTICAS – DETERMINAÇÃO DA RESISTÊNCIA À TRAÇÃO POR COMPRESSÃO DIAMETRAL – MÉTODO DE ENSAIO**. Rio de Janeiro, 2018.

DEPARTAMENTO NACIONAL DE INFRAESTRUTURA DE TRANSPORTES. **DNIT 135: PAVIMENTAÇÃO ASFÁLTICA - MISTURAS ASFÁLTICAS - DETERMINAÇÃO DO MÓDULO DE RESILIÊNCIA - MÉTODO DE ENSAIO**. Rio de Janeiro, 2018.

DEPARTAMENTO NACIONAL DE INFRAESTRUTURA DE TRANSPORTES. **DNIT 180: PAVIMENTAÇÃO - MISTURAS ASFÁLTICAS - DETERMINAÇÃO DO DANO POR UMIDADE INDUZIDA – MÉTODO DE ENSAIO**. Rio de Janeiro, 2018.

DEPARTAMENTO NACIONAL DE INFRAESTRUTURA DE TRANSPORTES. **DNIT 183: PAVIMENTAÇÃO ASFÁLTICA - ENSAIO DE FADIGA POR COMPRESSÃO DIAMETRAL À TENSÃO CONTROLADA – MÉTODO DE ENSAIO.** Rio de Janeiro, 2018.

DEPARTAMENTO NACIONAL DE INFRAESTRUTURA DE TRANSPORTES. **DNIT 184: PAVIMENTAÇÃO - MISTURAS ASFÁLTICAS - ENSAIO UNIAXIAL DE CARGA REPETIDA PARA DETERMINAÇÃO DA RESISTÊNCIA À DEFORMAÇÃO PERMANENTE – MÉTODO DE ENSAIO.** Rio de Janeiro, 2018.

DEPARTAMENTO NACIONAL DE INFRAESTRUTURA DE TRANSPORTES. **DNIT 416: PAVIMENTAÇÃO ASFÁLTICA – MISTURAS ASFÁLTICAS – DETERMINAÇÃO DO MÓDULO DINÂMICO – MÉTODO DE ENSAIO.** Rio de Janeiro, 2019.

DIAB, A.; SINGH, D.; PAIS, J.C. **MOISTURE SUSCEPTIBILITY OF ASPHALT MIXES: A LITERATURE REVIEW.** 4th Conference of Transportation Research Group of India (CTRG), At Mumbai, India., 2017.

DURRIEU, F., FARCAS, F. e MOUILLET, V. **THE INFLUENCE OF UV AGING OF A STYRENE/BUTADIENE/STYRENE MODIFIED BITUMEN: COMPARISON BETWEEN LABORATORY AND ON SITE AGING.** Fuel, Vol. 86, Ed.10 –11, 2007.

EDLER, A. C.; HATTINGH, M. M.; SERVAS, V. P. e MARAIS, C. P. **USE OF AGING TESTS TO DETERMINE THE EFFICACY OF HYDRATED LIME ADDITIONS TO ASPHALT IN RETARDING ITS OXIDATIVE HARDENING.** Association of Asphalt Paving Technologists, v. 54, p. 118-139, 1985.

EL BEZE, L. **RECYCLAGE À CHAUD DES AGREGATS D'ENROBES BITUMINEUX: IDENTIFICATION DE TRACEURS D'HOMOGENÉITÉ DU MELANGÉ ENTRE BITUME VIEILLI ET BITUME NEUF D'APPORT.** Thèse, 318, 2008.

ELSEIFI, M. A.; SALARI, S.; MOHAMMAD, L. N.; HASSAN, M.; DALY, W. H.; DESSOUKY, S. **NEW APPROACH TO RECYCLING ASPHALT SHINGLES IN HOT MIX ASPHALT**. Journal of Materials in Civil Engineering. V. 24. 1303-1411. 2012.

ELSEIFI, M. A.; MOHAMMAD, L.; GLOVER, I; NEGULESCU, I. **RELATIONSHIP BETWEEN MOLECULAR COMPOSITIONS AND RHEOLOGICAL PROPERTIES OF NEAT ASPHALT BINDER AT LOW AND INTERMEDIATE TEMPERATURES**. Journal of Materials in Civil Engineering, v. 22, n. December, p. 1288– 1294, 2010.

FACCIN, C. **CONCRETOS ASFÁLTICOS EM UTILIZAÇÃO NO RIO GRANDE DO SUL: COMPORTAMENTO MECÂNICO E DESEMPENHO EM CAMPO QUANTO À DEFORMAÇÃO PERMANENTE**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil). Programa de Pós-Graduação Engenharia Civil, Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria, RS. 2018.

FACCIN, C.; SPECHT, L. P.; SCHUSTER, F. D.; BOEIRA, L. D.; BRONDANI, C.; PEREIRA, D. S.; NASCIMENTO, L. A. H. **FLOW NUMBER PARAMETER AS A PERFORMANCE CRITERIA FOR ASPHALT MIXTURES RUTTING: EVALUATION TO MIXES APPLIED IN BRAZIL SOUTHERN REGION**. International Journal Pavement Engineering. p. 1-13, 2021.

FERNANDES, R., FORTES, M., & LEITE, F. **REOLOGIA DE ASFALTOS MODIFICADOS COM SBS**. Instituto Brasileiro de Petróleo, Gás e Biocombustíveis – IBP, 2008.

FREIRE, R.A. **EVALUATION OF THE COARSE AGGREGATE INFLUENCE IN THE FATIGUE DAMAGE USING FINE AGGREGATE MATRICES WITH DIFFERENT MAXIMUM NOMINAL SIZES**. Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal do Ceará, 2015.

FROSSARD, R.M.; TEIXEIRA J.E.S.L. e KIM, Y-R. **EFFECTS OF AGGREGATE/FILLER CHARACTERISTICS ON SEMI-CIRCULAR BEND FRACTURE PARAMETERS OF ASPHALT CONCRETE MIXTURES SUBJECT TO MOISTURE DAMAGE.** Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board, 2022.

GAMARRA, A.; OSSA, E. A. **THERMO-OXIDATIVE AGING OF BITUMEN.** International Journal of Pavement Engineering, 19 (7), pp. 641-650, 2018.

GENNESSEAU, M. M. L. **AVALIAÇÃO DA DURABILIDADE DE MISTURAS ASFÁLTICAS A QUENTE E MORNAS CONTENDO MATERIAL ASFÁLTICO FRESADO.** Tese (Doutorado em Engenharia). Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. 2015.

GUO, M.; YIN, X.; DU, X.; TAN, Y. **EFFECT OF AGING, TESTING TEMPERATURE AND RELATIVE HUMIDITY ON ADHESION BETWEEN ASPHALT BINDER AND MINERAL AGGREGATE.** Construction and Building Materials, 363, 2023.

HAMZAH, M. O., KAKAR, M. R., & HAININ, M. R. **AN OVERVIEW OF MOISTURE DAMAGE IN ASPHALT MIXTURES.** Jurnal Teknologi, 73(4), 2015.

HAO, J.; CHE, Y.; TIAN, Y.; LI, D.; ZHANG, J.; QIAO, Y. (2017). **THERMAL CRACKING CHARACTERISTICS AND KINETICS OF OIL SAND BITUMEN AND ITS SARA FRACTIONS BY TG-FTIR.** Energy Fuels. V. 31, p. 1295-1309.

HINTZ, C. & BAHIA, H. U. **SIMPLIFICATION OF LINEAR AMPLITUDE SWEEP TEST AND SPECIFICATION PARAMETER.** Journal of the Transportation Research Board. v. 2370, p. 10–16, 2013.

HOFKO, B.; EBERHARDSTEINER, L.; FÜSSL, J.; GROTHE, H.; HANDLE, F.; HOSPODKA, M.; GROSSEGER, D.; NAHAR, S. N.; SCHMETS, A. J. M. e SCARPAS, A. **IMPACT OF MALTENE AND ASPHALTENE FRACTION ON MECHANICAL BEHAVIOR AND MICROSTRUCTURE OF BITUMEN**. Mater. Struct., 49 (3), pp. 829-841, 2015.

HU, J.; WU, S.; LIU, Q. **EFFECT OF ULTRAVIOLET RADIATION ON BITUMEN BY DIFFERENT AGEING PROCEDURES**. Construction and Building Materials v.163, 73-79, 2018.

HUNG, A. M., GOODWIN, A. e FINI, E. H. **EFFECTS OF WATER EXPOSURE ON BITUMEN SURFACE MICROSTRUCTURE**. Construction and Building Materials, 135, 682–688, 2017.

ISLAM, M.R., M.I. Hossain, R.A. Tarefder. **A STUDY OF ASPHALT AGING USING INDIRECT TENSILE STRENGTH TEST**. Construction and Building Materials., 95, pp. 218-223, 2015.

JIANG, W.; LI, P.; YE, W. **THE EFFECT AND MECHANISM OF LA₂O₃ ON THE ANTI-ULTRAVIOLET AGING CHARACTERISTICS OF VIRGIN BITUMEN**. Construction and Building Materials 230, 116967, 2020.

JIANG, W.; YUAN, D.; TONG, Z.; SHA, A.; XIAO, J.; JIA, M.; YE, W.; WANG, W. **AGING EFFECTS ON RHEOLOGICAL PROPERTIES OF HIGH VISCOSITY MODIFIED ASPHALT**. Journal of Traffic and Transportation Engineering. Vol 10, Ed 2, Abril, 2023.

KIM, Y. R.; CASTORENA, C.; ELWARDANY, M.; RAD, F. Y.; UNDERWOOD, S.; GUNDHA, A.; GUDIPUDI, P.; FARRAR, M.J. e RONALD R. **NCHRP RESEARCH REPORT 871 - PROJECT 09-54**. Transportation Research Board, 2018.

KODRAT, I.; SOHN, D.; HESP, S. **COMPARISON OF POLYPHOSPHORIC ACID – MODIFIED ASPHALT**. Research Board, v. 1998, p. 47–55, 2007.

KRINGOS, N., SCARPAS, T., KASBERGEN, C., & SELVADURAI, P. **MODELLING OF COMBINED PHYSICAL–MECHANICAL MOISTURE-INDUCED DAMAGE IN ASPHALTIC MIXES, PART 1: GOVERNING PROCESSES AND FORMULATIONS.**

International Journal of Pavement Engineering, 9(2), 115–128, 2008.

LESUEUR, D. **THE COLLOIDAL STRUCTURE OF BITUMEN: CONSEQUENCES ON THE RHEOLOGY AND ON THE MECHANISMS OF BITUMEN MODIFICATION.** Advances in colloid and interface science, v. 145, n. 1, p. 42-82, 2009.

LI, B.; GUO, S.; CHEN, X.; NAN, X.; CHEN, Z.; LI, D.; WANG, Y. **NANOSCALE STUDY ON ADHESION PERFORMANCE AND AGING DEGREE PREDICTION OF WARM MIX ASPHALT UNDER UV AGING CONDITION.** Case Studies in Construction Materials, Vol. 18, julho, 2023.

LIU, L.; LIU, Z.; HONG, L.; HUANG, Y. **EFFECT OF ULTRAVIOLET ABSORBER (UV-531) ON THE PROPERTIES OF SBS-MODIFIED ASPHALT WITH DIFFERENT BLOCK RATIOS.** Construction and Building Materials, 2020.

LIU, J.; YU, B. e WANG, Q. **APPLICATION OF STEEL SLAG IN CEMENT TREATED AGGREGATE BASE COURSE.** Journal of Cleaner Production, Volume 269:121733, 2020.

LIU, H.; ZHANG, Z.; TIAN, Z.; LI, N.; LI, H.; WANG P. **OPTIMIZATION OF THE EVALUATION INDEXES FOR ASPHALT UV AGING BEHAVIORS BASED ON MULTI-SCALE CHARACTERIZATION METHODS: FROM THE EVOLUTION OF THEIR PHYSICAL-CHEMICAL PROPERTIES AND MICROSCOPE MORPHOLOGY.**, 12, 2022.

LIU, X.; ZHANG, Z.; YANG, X. e LIU, Z. **INFLUENCE OF ASPHALT CHEMICAL COMPOSITION ON MOISTURE SUSCEPTIBILITY OF ASPHALT MIXTURES.** Petrol Sci. Technol., 36 (16), pp. 1258-1264, 2018.

LU, X. e ISACSSON, U. **EFFECT OF AGEING ON BITUMEN CHEMISTRY AND RHEOLOGY.** Construction and Building Materials, v. 16, p. 15-22, 2002.

LUCENA, M. C. C. **CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA E REOLÓGICA DE ASFALTOS MODIFICADOS POR POLÍMEROS**. Tese de Doutorado. Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2005.

LUZ, P. M. S. G. **AVALIAÇÃO REOLÓGICA DO LIGANTE ASFÁLTICO 50/70 MODIFICADO COM LIGNINA DAS MADEIRAS PINUS E EUCALIPTO**. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal de Campina Grande. Campina Grande, 2019.

LYTTON, R.L., MASAD, E.A., ZOLLINGER, C., BULUT, R. and LITTLE, D. **MEASUREMENTS OF SURFACE ENERGY AND ITS RELATIONSHIP TO MOISTURE DAMAGE**. Report 0-4524-2, Texas Transportation Institute, College Station, Texas, 2005.

MA, L.; WANG, F.; CUI, P.; YUNUSA, M.; XIAO, Y. **EFFECT OF AGING ON THE CONSTITUTIVE MODELS OF ASPHALT AND THEIR MIXTURES**. Construction and Building Materials., 272, Article 121611, 2021.

MA, L.; VARVERI, A.; JING, R.; ERKENS, S. **COMPREHENSIVE REVIEW ON THE TRANSPORT AND REACTION OF OXYGEN AND MOISTURE TOWARDS COUPLED OXIDATIVE AGEING AND MOISTURE DAMAGE OF BITUMEN**. Construction and Building Materials, 283, p. 122632, 2021.

MARINHO FILHO, P. G. T. **AVALIAÇÃO REOLÓGICA DE LIGANTES ASFÁLTICOS MODIFICADOS COM NANOPARTÍCULAS DE DIÓXIDO DE TITÂNIO**. Dissertação de Mestrado em Engenharia Civil e Ambiental. Universidade Federal de Campina Grande. Campina Grande, 2017.

MARINHO FILHO, P. G. T. **NÁLISE DO COMPORTAMENTO REOLÓGICO E DE ENVELHECIMENTO DE LIGANTES ASFÁLTICOS CONTENDO NANOFIBRILAS DE CELULOSE**. Tese de Doutorado em Engenharia Civil e Ambiental. Universidade Federal de Campina Grande. Campina Grande, 2023.

MAZZONI, L.N.; TAKAHASHI, M. M.; VASCONCELOS, K. L. e BERNUCCI, B. **AVALIAÇÃO DA INFLUÊNCIA DO ENVELHECIMENTO E DA TEMPERATURA NAS CARACTERÍSTICAS VISCOELÁSTICAS DE LIGANTES ASFÁLTICOS.** Transportes, 28(1), 135–146, 2020.

MEIRA, G.R. & FERREIRA, P. R. G. **REVISÃO SOBRE ENSAIOS ACELERADOS PARA INDUÇÃO DA CORROSÃO DESENCADEADA POR CLORETOS EM CONCRETO ARMADO.** Ambiente Construído. vol.19 n°4, 2019.

MELÉNDEZ, L. V.; LACHE, A.; ORREGO-RUIZ, J. A.; PACHON, Z.; MEJIA-OSPINO, E. **PREDICTION OF THE SARA ANALYSIS OF COLOMBIAN CRUDE OILS USING ATR-FTIR SPECTROSCOPY AND CHEMOMETRIC METHODS.** Journal of Petroleum Science and Engineering. P. 56-60. 2012.

MENAPACE, I., & MASAD, E. **EVOLUTION OF THE MICROSTRUCTURE OF UNMODIFIED AND POLYMER MODIFIED ASPHALT BINDERS WITH INCREASING DURATIONS OF AGING PERFORMED WITH ACCELERATED WEATHERING TESTER.** Journal of Microscopy., 263(3), 341–356, 2016.

MENAPACE, I., & MASAD, E. **EVOLUTION OF THE MICROSTRUCTURE OF WARM MIX ASPHALT BINDERS WITH AGING IN AN ACCELERATED WEATHERING TESTER. JOURNAL OF MATERIALS IN CIVIL ENGINEERING,** 29(10), 04017162, 2017.

MENAPACE, I., & MASAD, E. **THE INFLUENCE OF MOISTURE ON THE EVOLUTION OF THE MICROSTRUCTURE OF ASPHALT BINDERS WITH AGING.** Road Materials and Pavement Design, 1–16, 2018.

MIKHAILENKO, P.; KADHIM, H.; ALAMDARY, Y. A. e BAAJ, H. **OBSERVATION OF ASPHALT BINDER MICROSTRUCTURE WITH ESEM.** Conference of the Transportation. Association of Canada Toronto, 2016.

MORILHA JUNIOR, A. **ESTUDO SOBRE A AÇÃO DE MODIFICADORES NO ENVELHECIMENTO DOS LIGANTES ASFÁLTICOS E NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E DE FADIGA DAS MISTURAS ASFÁLTICAS**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil – Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2004.

MOUILLET, V., FARCAS, F., CHAILLEUX, E., & SAUGER, L. **EVOLUTION OF BITUMINOUS MIX BEHAVIOR SUBMITTED TO UV RAYS IN LABORATORY COMPARED TO FIELD EXPOSURE**. *Materials and Structures*, 47(8), 1287–1299, 2014.

MOUSAVI, M.; PAHLAVAN, F.; OLDHAM, D.; HOSSEINNEZHAD, S.; FINI, E. H. **MULTISCALE INVESTIGATION OF OXIDATIVE AGING IN BIOMODIFIED ASPHALT BINDER**. *The Journal Of Physical Chemistry C*, [S.L.], v. 120, n. 31, p. 17224-17233, 22 jul. 2016. American Chemical Society (ACS), 2016.

NASCIMENTO, L. A. H. **NOVA ABORDAGEM DA DOSAGEM DE MISTURAS ASFÁLTICAS DENSAS COM USO DO COMPACTADOR GIRATÓRIO E FOCO NA DEFORMAÇÃO PERMANENTE**. Dissertação de Mestrado – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil. COPPE – Universidade Federal do Rio de Janeiro. Rio de Janeiro, 2008.

NASCIMENTO, L. A. H. **APRESENTAÇÃO PETROBRÁS - NOVA FUNÇÃO DE TRANSFERÊNCIA**. Reunião do dia 16/08/2021, 2021.

NASCIMENTO, T. C. B. **EFEITO DOS ENVELHECIMENTOS TERMO-OXIDATIVO E FOTO-OXIDATIVO SOBRE PROPRIEDADES REOLÓGICAS DE LIGANTES ASFÁLTICOS MODIFICADOS**. Dissertação de Mestrado. Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo, São Carlos, 2015.

NASCIMENTO, T. C.B e FAXINA, A. L. **AVALIAÇÃO DOS EFEITOS DA RADIAÇÃO ULTRAVIOLETA SOBRE PROPRIEDADES REOLÓGICAS DE LIGANTES ASFÁLTICOS MODIFICADOS COM PPA E COPOLÍMEROS SBS E SBR**. *Transportes*, vol. 25, n. 1, 2017.

NEMATİ, R.; DAVE, E. V.; SIAS, J. E. **DEVELOPMENT OF COMPLEX MODULUS-BASED RUTTING INDEX PARAMETER FOR ASPHALT MIXTURES**. Journal of Transportation Engineering. v. 146, n.2, 04020026. 2020.

NG, A. K. Y. **AVALIAÇÃO DO COMPORTAMENTO AO DANO POR FADIGA DE MATRIZES DE AGREGADO FINO PREPARADAS COM LIGANTES ASFÁLTICOS MODIFICADOS**. Tese de Doutorado (Departamento de Engenharia de Transportes da Escola de Engenharia de São Carlos – Universidade de São Paulo (STT/EESC-USP), 2017.

NG, A. K. Y. & FAXINA, A. L. **COMPORTAMENTO À FADIGA DA MATRIZ DE AGREGADO FINO DE MISTURAS ASFÁLTICAS**. XXVIII Congresso de Pesquisa e Ensino de Transportes (ANPET), Curitiba, Paraná, 2017.

NUÑEZ, J. Y. M. **CARACTERIZAÇÃO À FADIGA DE LIGANTES ASFÁLTICOS MODIFICADOS ENVELHECIDOS A CURTO E LONGO PRAZO**. Dissertação de Mestrado. Escola de Engenharia de São Carlos. Universidade de São Paulo. São Carlos, SP, 2013.

NUÑEZ, J. Y. M.; DOMINGOS, M. D. I.; FAXINA, A. L. **SUSCEPTIBILITY OF LOWDENSITY POLYETHYLENE AND POLYPHOSPHORIC ACID-MODIFIED ASPHALT BINDERS TO RUTTING AND FATIGUE CRACKING**. Construction and Building Materials, v. 73, p. 509–514, 2014.

OLIVEIRA, Y. M. M. **REOLOGIA DE LIGANTES ASFÁLTICOS E SUAS VARIAÇÕES FRENTE À INCORPORAÇÃO DE POLÍMEROS E AO ENVELHECIMENTO SIMPLIFICADO COM RTFOT**. Dissertação de Mestrado em Engenharia Civil. Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2022.

OSMARI, P. H. & ARAGÃO, F. T. S. **AVALIAÇÃO DO RESÍDUO DE ÓLEO VEGETAL COMO AGENTE REJUVENESCEDOR DE LIGANTES A PARTIR DE ANÁLISES REOLÓGICAS E DE MORFOLOGIA DE SUPERFÍCIE**. Transportes, v. 24, n. 3, p. 48, 2016.

PAHLAVAN, F.; HUNG, A.M.; ZADSHIR, M.; HOSSEINNEZHAD, S. e FINI, E.H. **ALTERATION OF PI-ELECTRON DISTRIBUTION TO INDUCE DEAGGLOMERATION IN OXIDIZED POLAR AROMATICS AND ASPHALTENES IN AN AGED ASPHALT BINDER.** *Acs Sustain. Chem. Eng.*, 6 (5), pp. 6554-6569, 2018.

PAMPLONA, T. F. **EFEITO DA ADIÇÃO DE ÁCIDO POLIFOSFÓRICO EM LIGANTES ASFÁLTICOS DE DIFERENTES FONTES.** Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil). Escola de Engenharia de São Carlos, da Universidade de São Paulo (EESC/USP). São Carlos, 2013.

PAN, J., TAREFDER, R. A., & HOSSAIN, M. I. **STUDY OF MOISTURE IMPACT ON ASPHALT BEFORE AND AFTER OXIDATION USING MOLECULAR DYNAMICS SIMULATIONS.** *Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board*, 2574, 38–47, 2016.

PETERSEN, J. C. **REVIEW OF THE FUNDAMENTALS OF ASPHALT OXIDATION - CHEMICAL, PHYSICOCHEMICAL, PHYSICAL PROPERTY, AND DURABILITY RELATIONSHIPS.** *Transportation Research Circular E-C140*, Transportation Research, 2009.

PETERSEN, J. C. e GLASER, R. **ASPHALT OXIDATION MECHANISMS AND THE ROLE OF OXIDATION PRODUCTS ON AGE HARDENING REVISITED.** *Road Materials and Pavement Design*, 12, pp. 795-819, 2011.

PETERSEN, J. C. E HANSBERGER, P. M. **ASPHALT AGING: DUAL OXIDATION MECHANISM AND ITS INTERRELATIONSHIPS WITH ASPHALT COMPOSITION AND OXIDATIVE AGE HARDENING.** *Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board*, 47-55, 1998.

PETERSEN, J.C. **ASPHALT OXIDATION – AN OVERVIEW INCLUDING A NEW MODEL FOR OXIDATION PROPOSING THAT PHYSICOCHEMICAL FACTORS DOMINATE THE OXIDATION KINETICS.** *Fuel Sci. Technol. Int.*, 11 (1), pp. 57-87, 1993.

PIZZORNO, B. S. EFEITO DO SOLVENTE E DA TEMPERATURA NA MORFOLOGIA SUPERFICIAL DO CIMENTO ASFÁLTICO DE PETRÓLEO.

Dissertação (Mestrado em Ciências em Engenharia Metalúrgica e de Materiais). Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2010.

PORTUGAL, A. C. X. AVALIAÇÃO REOLÓGICA DE CIMENTOS ASFÁLTICOS DE PETRÓLEO MODIFICADOS COM ÓLEO DE SOJA E DE MILHO.

Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil e Ambiental). Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2016.

QIAN, G. P.; YU, H.N.; JIN, D. Z. DIFFERENT WATER ENVIRONMENT COUPLED WITH ULTRAVIOLET RADIATION ON AGEING OF ASPHALT BINDER.

Road Materials and Pavement Design, 2020.

QU, X., LIU, Q., GUO, M., WANG, D., & OESER, M. STUDY ON THE EFFECT OF AGING ON PHYSICAL PROPERTIES OF ASPHALT BINDER FROM A

MICROSCALE PERSPECTIVE. Construction and Building Materials, 187, 718–729. 2018.

REBELO, L. M.; ABREU, A. S.; BARONI, M. P. M. A.; ALENCAR, A. E. V; SOARES, J. M. e SOARES FILHO, J.B. AGING OF ASPHALTIC BINDERS INVESTIGATED WITH

ATOMIC FORCE MICROSCOPY FUEL, 117, pp. 15-25, 2014.

RIVERA, C.; CARO, S.; ARÁMBULA-MERCADO, E.; SÁNCHEZ, D. B. e KARKI, P. EVALUATION OF THE USE OF A HIMA BINDER TO EXTEND THE DURABILITY

OF POROUS FRICTION COURSES (PFC). International Journal of Pavement Engineering, 2022.

SAHEBZAMANI, H., MOHAMMAD Z. A.; ORANG F.; ALI M. LABORATORY AND FIELD INVESTIGATION OF THE EFFECT OF POLYMERIZED PELLETS ON THE

FATIGUE AND LOW-TEMPERATURE PERFORMANCE OF ASPHALT MIXTURES. Construction & Building Materials. v. 323, 126527, 2022.

SÁNCHEZ, D.B.; AIREY, G.; CARO, S.; e GRENFELL, J. **ENVIRONMENTAL EFFECTS ON THE RHEOLOGICAL PROPERTIES OF FINE WARM RAP-FOAMED BITUMEN MIXTURES USING SATS CONDITIONING PROTOCOL**. International Journal of Pavement Engineering, 2019.

SANCHEZ, L. M.; CARO, S.; KIM, Y.R. **COUPLED EFFECTS OF AGEING AND MOISTURE ON THE FRACTURE PROPERTIES OF PERMEABLE FRICTION COURSES (PFC)**. International Journal of Pavement Engineering, 1–13, 2020.

SANTANA-GRECO, J. A. e FABRIL, G. T. P. **AVALIAÇÃO DOS EFEITOS DO ENVELHECIMENTO E DA ADIÇÃO DE MODIFICADORES AO LIGANTE NA DEFORMAÇÃO PERMANENTE SOFRIDA POR MISTURAS ASFÁLTICAS DENSAS**. In: XVIII ANPET (Congresso) de Pesquisa e Ensino em Transportes. Brasil. 2004.

SANTOS, S., PARTL, M. N., & POULIKAKOS, L. D. **NEWLY OBSERVED EFFECTS OF WATER ON THE MICROSTRUCTURES OF BITUMEN SURFACE**. Construction and Building Materials, 71, 618–627, 2014.

SILVA, S. L. **CONTRIBUIÇÃO AO ESTUDO DO ENVELHECIMENTO DE LIGANTES ASFÁLTICOS. INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE POLÍMEROS E COMPORTAMENTO FRENTE À RADIAÇÃO UV**. Tese de Doutorado. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2005.

SILVA, C. A. **COMPORTAMENTO DOS PERFIS DE CLORETO EM TETRÁPODES LOCALIZADOS NOS MOLHES DA BARRA RIO GRANDE - RS - BRASIL**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Oceânica) - Escola de Engenharia Oceânica, Universidade Federal do Rio Grande, Rio Grande, 2010.

SILVA, L. V. **EFEITO DA DEGRADAÇÃO NAS PROPRIEDADES DE HASTES PULTRUDADAS EXPOSTAS A AMBIENTES AGRESSIVOS**. Tese de Doutorado - Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais – PPGE3M - Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRS), 2017.

SOBREIRO, F. EFEITO DA ADIÇÃO DE ÁCIDOS FOSFÓRICOS NO COMPORTAMENTO REOLÓGICO DE LIGANTES ASFÁLTICOS PUROS E MODIFICADOS COM COPOLÍMERO SBS. Escola de Engenharia de São Carlos. Universidade de São Paulo. São Carlos. F. 346. 2014.

SOUSA NETO, V. F. AVALIAÇÃO REOLÓGICA DO LIGANTE ASFÁLTICO MODIFICADO COM NANOPARTÍCULAS DE ÓXIDO DE ZINCO. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil e Ambiental). Universidade Federal de Campina Grande. Campina Grande, 2019.

SULTANA, S.; BHASIN, A. EFFECT OF CHEMICAL COMPOSITION ON RHEOLOGY AND MECHANICAL PROPERTIES OF ASPHALT BINDER. Construction and Building Materials, v. 72, p. 293–300, 2014.

TAREFEDER, R. A., & ARISA, I. MOLECULAR DYNAMIC SIMULATIONS OR DETERMINING CHANGE IN THERMODYNAMIC PROPERTIES OF ASPHALTENE AND RESIN BECAUSE OF AGING. Energy and Fuels, 25, 2211-2222. 2011.

TEYMOURPOUR, P.; BAHIA, H. LINEAR AMPLITUDE SWEEP TEST: BINDER GRADING SPECIFICATION AND FIELD VALIDATION. Binder Expert Task Group Meeting, 2014.

TONG, S.; LI, H.; WANG, C. EVALUATION OF PERFORMANCE OF ASPHALT MORTAR MATERIAL UNDER ULTRAVIOLET IRRADIATION[J]. J. Highw. Transp. Res. Dev. 31 (01), 16–20 2014.

TRAXLER, R.N. DURABILITY OF ASPHALT CEMENTS. Association of Asphalt Paving Technologists, v. 32, p. 44-58, 1963.

UNDERWOOD, B. S. MULTISCALE CONSTITUTIVE MODELING OF ASPHALT CONCRETE. Ph.D. Dissertation, North Carolina State University, Raleigh, NC, USA, 2011.

VALLERGA, B. A.; MONISMITH, C. L. e GRANTHEM, K. **A STUDY OF SOME FACTORS INFLUENCING THE WEATHERING OF PAVING ASPHALTS.** Association of Asphalt Paving Technologists, v. 26, p. 126-150, 1957.

VASCONCELOS, K. L., BHASIN, A., & LITTLE, D. N. **HISTORY DEPENDENCE OF WATER DIFFUSION IN ASPHALT BINDERS.** International Journal of Pavement Engineering, 12(5), 497–506, 2011.

VEIGA, J.M.R.C. **MODELOS DE PREVISÃO DE DEFORMAÇÃO PERMANENTE DE PAVIMENTOS RODOVIÁRIOS.** Dissertação (Mestrado). Universidade Nova de Lisboa, Lisboa, 2013.

XU, S.; HUANG, J.; TIGHE, S.; ZHANG, C.; MA, H.; JIA, X. e ZHOU, X. **AGING EVALUATION OF BASE AND SBS MODIFIED BITUMENS UNDER THE COUPLING EFFECT OF MULTIPLE AGING FACTORS.** Construction and Building Materials, Volume 348, 2022.

WANG, P.Y.; ZHAO, K.; GLOVER, C.; CHEN, L.; WEN, Y.; CHONG, D.; HU, C. **EFFECTS OF AGING ON THE PROPERTIES OF ASPHALT AT THE NANOSCALE.** Construction and Building Materials, Volume 80, pp. 244-254, (2015).

WEI, H.; BAI, X.; QIAN, G.; WANG, F.; LI, Z.; JIN, J.; ZHANG, Y. **AGING MECHANISM AND PROPERTIES OF SBS MODIFIED BITUMEN UNDER COMPLEX ENVIRONMENTAL CONDITIONS.** Materials, 12, 1189, 2019.

WHITEOAK, D. **SHELL BITUMEN HANDBOOK.** SHELL, Inglaterra, 1990.

WOO, W. J.; CHOWDHURY, A. e GLOVER, C. J. **FIELD AGING OF UNMODIFIED ASPHALT BINDER IN THREE TEXAS LONG-TERM PERFORMANCE PAVEMENTS.** Transportation Research Record, n. 2051, p. 15-22, 2008.

WU, S.; PANG, L. e ZHU, G. **THE EFFECT OF AGEING ON RHEOLOGICAL PROPERTIES AND CHEMICAL CONVERSIONS OF ASPHALTS.** Key Engineering Materials, v. 385-387, p. 481-484, 2008a

WU, S.; PANG, L.; MO, L.; QIU, J.; ZHU, G. e XIAO, Y. **UV AND THERMAL AGING OF PURE BITUMEN – COMPARISON BETWEEN LABORATORY SIMULATION AND NATURAL EXPOSURE AGING**. Road Materials and Pavement Design, EATA 2008, p. 103-113, 2008b.

WU, S.; PANG, L.; MO, L.; CHEN, Y. C.; ZHU, G. **INFLUÊNCIA DO ENVELHECIMENTO NA EVOLUÇÃO DA ESTRUTURA, MORFOLOGIA E REOLOGIA DA BASE E DO BETUME MODIFICADO SBS**. Construction and Building Materials, 23, pp. 1005 – 1010, 2009.

YAMAGUCHI, K.; SASAKI, I.; NISHIZAKI, I.; MEIARASHI, S. e MORIYOSHI, A. **EFFECTS OF FILM THICKNESS, WAVELENGTH, AND CARBON BLACK ON PHOTODEGRADATION OF ASPHALT**. Journal of the Japan Petroleum Institute, v. 48, n. 3, p. 150-155, 2005.

YEN, T. F. **ASPHALTENE/RESIN PLUS OIL INTERCONVERSION: AN INVESTIGATION INTO COLLOIDAL MODEL OF ASPHALTENES**. In: Workshop the Chemical Components and Structure of Asphaltic Materials. Rome, Italy. Proceedings. 1991.

YILDIRIM, Y. **POLYMER MODIFIED ASPHALT BINDERS**. Construction and Building Materials, 2007.

YIN, F.; ARÁMBULA-MERCADO, E.; MARTIN, A. E.; NEWCOMB, D. & TRAN, N. **LONG-TERM AGEING OF ASPHALT MIXTURES**. Road Materials and Pavement Design, 18:sup1, 2-27, 2017.

ZAPPE, A. P. S. **AVALIAÇÃO DE DIFERENTES FONTES DE MATERIAL FRESADO COM LIGANTES NÃO CONVENCIONAIS NA RECICLAGEM À QUENTE**. **AVALIAÇÃO DE DIFERENTES FONTES DE MATERIAL FRESADO COM LIGANTES NÃOCONVENCIONAIS NA RECICLAGEM À QUENTE**. Dissertação (Mestrado em Engenharia). Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre – RS, 2020.



ZENG, W.; WU, S.; WEN, J. e CHEN, Z. **THE TEMPERATURE EFFECTS IN AGING INDEX OF ASPHALT DURING UV AGING PROCESS.** Construction and Building Materials, v. 93, p. 1125- 1131, 2015.

ZHANG, F.; YU, J.; HAN, J. **EFFECT OF THERMAL OXIDATIVE AGEING ON DYNAMIC VISCOSITY, TG/DTG, DTA AND FTIR OF SBS AND SBS/SULPHUR-MODIFIED ASPHALT.** Construction and Building Materials, 25, 129-137, 2011.