



UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE – UFCG
CENTRO DE TECNOLOGIA E RECURSOS NATURAIS – CTRN
PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL E AMBIENTAL – PPGECA

**AVALIAÇÃO DA AUTOCURA DE MATERIAIS ASFÁLTICOS COM ADIÇÃO
DE FIBRAS DE ÁCIDO GRAXO DA BORRA DE ÓLEO DE SOJA**

ÉRIKA VITÓRIA DE NEGREIROS DUARTE FLÔR

CAMPINA GRANDE - PB

Fevereiro de 2026

ÉRIKA VITÓRIA DE NEGREIROS DUARTE FLÔR

**AVALIAÇÃO DA AUTOCURA DE MATERIAIS ASFÁLTICOS COM ADIÇÃO
DE FIBRAS DE ÁCIDO GRAXO DA BORRA DE ÓLEO DE SOJA**

Tese apresentada à Universidade Federal de Campina Grande (UFCG) como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil e Ambiental (PPGECA) para obtenção do título de Doutor.

Área de Concentração: Geotecnia
Orientador(a): Prof^a. Dr^a. Lêda Christiane de Figueirêdo Lopes Lucena.

CAMPINA GRANDE - PB

Fevereiro de 2026

Universidade Federal de Campina Grande - UFCG
Sistema de Bibliotecas - SISTEMOTECA
Catalogação de Publicação na Fonte. UFCG - Biblioteca Central

F632a	<p>Flôr, Érika Vitória de Negreiros Duarte. Avaliação da autocura de materiais asfálticos com adição e fibras de ácido graxo da borra de óleo de soja / Érika Vitória de Negreiros Duarte Flôr. – 2026. 194 f. ; il. color.</p> <p>Tese (doutorado em Engenharia Civil e Ambiental) – Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Tecnologia e Recursos Naturais, 2026. "Orientação: Profa. Dra. Lêda Christiane de Figueirêdo Lopes Lucena". Referências.</p> <p>1. Materiais Asfálticos. 2. Autocura em Microescala. 3. Autocura em Macroescala. 4. Fibras Ocas. 5. Bio-Óleo Encapsulado. 6. <i>Self-Healing</i> Multiescalar. I. Lucena, Lêda Christiane de Figueirêdo Lopes. II. Título.</p>
UFCG/BC	CDU 625.85(043.2)

ÉRIKA VITÓRIA DE NEGREIROS DUARTE FLÔR

**AVALIAÇÃO DA AUTOCURA DE MATERIAIS ASFÁLTICOS COM ADIÇÃO
DE FIBRAS DE ÁCIDO GRAXO DA BORRA DE ÓLEO DE SOJA**

Tese apresentada à Universidade Federal de Campina Grande (UFCG) como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil e Ambiental (PPGECA) para obtenção do título de Doutor.

Aprovado em: 12/02/2026

BANCA EXAMINADORA

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

Prof. Dr. John Kennedy Guedes Rodrigues – UFCG
(Membro interno)

Prof. Dr^a. Ana Maria Gonçalves Duarte – UFCG
(Membro Interno)

Prof. PhD. Reuber Arrais Freire – UFPE
(Membro Externo)

Prof. PhD. Lucas Feitosa de Albuquerque Lima Babadopulos - UFC
(Membro externo)



MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE
POS-GRADUACAO ENGENHARIA CIVIL AMBIENTAL
Rua Aprígio Veloso, 882, - Bairro Universitário, 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): ÉRIKA VITÓRIA DE NEGREIROS DUARTE / COMISSÃO EXAMINADORA: DR.^a LÊDA CHRISTIANE DE FIGUEIREDO LOPES LUCENA - PPGECA/UFCG - (PRESIDENTE) - ORIENTADORA, DR. JOHN KENNEDY GUEDES RODRIGUES - PPGECA/UFCG - EXAMINADOR INTERNO, DR.^a ANA MARIA GONÇALVES DUARTE MENDONÇA - EXAMINADORA EXTERNA, DR. REUBER ARRAIS FREIRE - UFPE - EXAMINADOR EXTERNO, DR. LUCAS FEITOSA DE ALBUQUERQUE LIMA BABADOPULOS - UFC - EXAMINADOR EXTERNO (PORTARIA 53/2025). / TÍTULO DA TESE: "AVALIAÇÃO DA AUTOCURA DE MISTURAS ASFÁLTICAS COM ADIÇÃO DE FIBRAS DE ÁCIDO GRAXO DA BORRA DE ÓLEO DE SOJA" / ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: GEOTECNIA / HORA DE INÍCIO: 08:00 HORAS / NA SALA DE REUNIÃO DO LABORATÓRIO DE ENGENHARIA DE PAVIMENTOS, BLOCO CT, CAMPUS SEDE DA UFCG, DE FORMA HÍBRIDA.**

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, ISABELLY CRISTINNY GOMES GAUDÊNCIO, SECRETÁRIO(A), ALUNO(A) E OS MEMBROS DA COMISSÃO EXAMINADORA PRESENTES.**

4. **CAMPINA GRANDE, 12 DE FEVEREIRO DE 2026**

5.


6.  Documento assinado digitalmente
REUBER ARRAIS FREIRE
Data: 26/02/2026 17:15:48-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

7.

8.

9. **REUBER ARRAIS FREIRE - UFPE - EXAMINADOR EXTERNO**

10.

11.  Documento assinado digitalmente
LUCAS FEITOSA DE ALBUQUERQUE LIMA BABAI
Data: 06/03/2026 15:22:40-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

12.

13.

14. **LUCAS FEITOSA DE ALBUQUERQUE LIMA BABADOPULOS - UFC - EXAMINADOR EXTERNO**



Documento assinado eletronicamente por **ISABELLY CRISTINNY GOMES GAUDÊNCIO, ASSISTENTE EM ADMINISTRAÇÃO**, em 12/02/2026, às 14:47, 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 **LEDA CHRISTIANE DE FIGUEIREDO LOPES LUCENA, PROFESSOR(A) DO MAGISTERIO SUPERIOR**, em 12/02/2026, às 14:54, 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 12/02/2026, às 14:58, 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 13/02/2026, às 09:56, 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 **Érika Vitória de negreiros Duarte, Usuário Externo**, em 13/02/2026, às 22:50, 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 **6249307** e o código CRC **7DF8CACC**.

AGRADECIMENTOS

Ao meu Senhor Jesus por ter subido aos céus, mas ter deixado o Seu Espírito para habitar dentro daqueles que O tem como Senhor e Salvador. A esse Espírito eu agradeço por ser meu Conselheiro, Ajudador, me guiar à toda verdade e me ensinar a respeito de todas as coisas.

Ao meu amado marido por sua doçura, paciência e zelo durante os períodos de trabalho intenso. Seu apoio foi essencial para mim. Te amo, meu amor.

À minha mãe por sempre ter me sustentado em oração e joelho no chão. Ela sempre me ensinou a ser forte, nunca desistir e ir além de mim mesma. Agradeço também ao meu pai por sempre ter acreditado em mim e ter me ensinado a importância do estudo.

À minha sogra pelos conselhos e cuidado, como uma segunda mãe. Ao meu sogro pela presteza e ajuda com os trabalhos manuais da minha pesquisa.

À minha orientadora, Lêda Lucena, pela paciência e por todo o conhecimento repassado durante o período de pesquisa.

À aluna de Iniciação Científica, Brenda Maria, pelo companheirismo e por todo auxílio durante a execução dos ensaios, auxílio esse que foi indispensável ao andamento da pesquisa.

Ao doutor Arthur Felipe, químico do LEP, pelo auxílio e conhecimentos repassados durante o período de confecção das fibras e análises dos resultados dos ensaios reológicos e químicos com o ligante asfáltico. E à técnica do CertBIO, Dona Socorro, pela presteza e altruísmo durante a execução dos ensaios químicos.

Aos colegas de laboratório, Osires, Ingrid, Manoel, Letícia, Leonardo e Lara, pela ajuda e ensino de manuseio dos equipamentos durante a execução dos ensaios. Aos técnicos, Jadilson e Ildinho, por todo auxílio e presteza. E à professora Ana Maria pelos conselhos e sugestões durante o período de escrita do artigo e da tese.

Ao Professor Dr. Rodolfo Ramos Castelo Branco e seu orientando Carlos Alberto Marques dos Santos Filho pelo auxílio e disponibilidade de ensaio com o tomógrafo do Núcleo de Tecnologias Estratégicas em Saúde - NUTES. E ao professor Dr. José Agnelo Soares pelo auxílio com o software Avizo Fire para processamento das imagens do tomógrafo.

Aos amigos de vida, engenheiros ou não, Sonally, Izabele, Ana Flávia, Ana Cássia, Carmen, Sheilla, Michelle, Lillian, Denise, Jeovanesa, Rita Flávia, Kelly, Manuella,

Mikaella, Gabriella, Carolaine, Bruna e Arthur, que sempre acreditaram, torceram e comemoraram cada passo dado em minha carreira acadêmica.

RESUMO

O pavimento asfáltico está sujeito à ação de fatores como: oxidação, radiação solar, variações térmicas, tráfego repetido e umidade, que provocam o envelhecimento do ligante e o surgimento de microfissuras, as quais podem evoluir para macrofissuras e reduzir a vida útil do pavimento. Essas fissuras podem se regenerar automaticamente, em condições ambientais adequadas, devido à uma propriedade inerente dos materiais asfálticos denominada *self-healing* (autocura). Para potencializar esse fenômeno têm sido estudadas metodologias como o uso de rejuvenescedores encapsulados, que permitem a liberação controlada do agente de cura no interior da matriz asfáltica. A substituição de cápsulas por fibras melhora a distribuição dos rejuvenescedores na matriz asfáltica, além de eliminar a redução excessiva de rigidez associada à adição de cápsulas em misturas asfálticas. Nesse contexto, o ácido graxo da borra de óleo de soja é uma opção de rejuvenescedor sustentável, de baixo custo e capaz de restaurar as propriedades químicas e mecânicas do ligante envelhecido. Esta pesquisa investigou a capacidade de autocura de ligantes e misturas asfálticas com adição de fibras de ácido graxo provenientes da borra de óleo de soja, em diferentes proporções entre o material do invólucro e o rejuvenescedor, sendo elas: 1:1,5; 1:2,0; 1:2,5; 1:3,0 e 1:3,5. A metodologia consistiu em quatro etapas. Na primeira realizou-se o estudo das propriedades químicas do ligante asfáltico por meio da Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR – *Fourier Transform Infrared Spectroscopy*) e da Análise Termogravimétrica (TGA – *Thermogravimetric Analysis*). Na segunda etapa foram conduzidos ensaios reológicos no ligante, tais como Viscosidade Rotacional, Grau de Performance (PG – *Performance Grade*), Recuperação Não Linear por Múltiplos Ciclos (MSCR – *Multiple Stress Creep and Recovery*) e Varredura de Amplitude Linear (LAS – *Linear Amplitude Sweep*). Na terceira etapa foram avaliadas as propriedades mecânicas das misturas asfálticas por meio dos ensaios de Resistência à Tração (RT), dano por umidade induzida, Módulo de Resiliência (MR), resistência à deformação permanente e ensaio de fadiga. Na quarta etapa, estudou-se a autocura dos materiais asfálticos: o ligante foi analisado em microescala por Microscopia Óptica (MO) e, para as misturas, empregou-se o ensaio de Flexão Semicircular Dinâmico (SCB dinâmico – *Semi-Circular Bending*) para avaliação em macroescala, além de análises por Microtomografia Computadorizada (TC – *Computed Tomography*) para investigar a autocura em microescala. Os resultados indicaram que a adição de fibras preservou a rigidez e a integridade estrutural do ligante asfáltico, mesmo sob acúmulo progressivo de danos. As formulações modificadas apresentaram maior resistência ao envelhecimento oxidativo com o aumento dos níveis de deformação, além de superior estabilidade térmica. Verificou-se também melhoria na resistência à deformação permanente e aumento de até seis vezes na resistência à fissuração por fadiga, em comparação ao ligante não modificado. Os ligantes modificados exibiram valores expressivos de Índice de Cura (IC), com aumento de 337,39% em relação à formulação sem fibras. Nas misturas asfálticas, a adição de fibras não alterou de forma significativa a resistência à tração, a rigidez ou a resistência à tração retida após dano por umidade induzida. Observou-se ainda melhora na resistência à deformação permanente, no desempenho à fadiga, no retardamento da propagação de fissuras, na resistência à fratura e na ductilidade sob carregamentos monotônicos. Quanto à cura, as análises obtidas por meio de MicroTC mostraram que as misturas modificadas apresentaram até 88,24% de aumento do IC em relação à mistura de referência, evidenciando o potencial das fibras na

intensificação da autocura em ligantes e misturas asfálticas. Em contrapartida, as análises por meio do ensaio SCB mostraram-se inadequados para a avaliação da autocura em misturas asfálticas em razão de restrições metodológicas. De modo geral, fibras contendo ácido graxo oriundo da borra do óleo de soja mostram-se eficazes na promoção da autocura de materiais asfálticos.

Palavras-chave: autocura em microescala; autocura em macroescala; fibras ocas; bio-óleo encapsulado; self-healing multiescalar.

ABSTRACT

Asphalt pavement is subject to factors such as oxidation, solar radiation, thermal variations, repeated traffic, and humidity, which cause binder aging and the appearance of microcracks, which can evolve into macrocracks and reduce the pavement's lifespan. These cracks can regenerate automatically under suitable environmental conditions due to an inherent property of asphalt materials called self-healing. To enhance this phenomenon, methodologies such as the use of encapsulated rejuvenators have been studied, allowing for the controlled release of the healing agent within the asphalt matrix. Replacing capsules with fibers improves the distribution of rejuvenators in the asphalt matrix, in addition to eliminating the excessive reduction in stiffness associated with the addition of capsules in asphalt mixtures. In this context, fatty acid from soybean oil sludge is a sustainable, low-cost rejuvenator option capable of restoring the chemical and mechanical properties of aged binder. This research investigated the self-healing capacity of asphalt binders and mixtures with the addition of fatty acid fibers derived from soybean oil sludge, in different proportions between the casing material and the rejuvenator, namely: 1:1.5; 1:2.0; 1:2.5; 1:3.0 and 1:3.5. The methodology consisted of four stages. In the first stage, the chemical properties of the asphalt binder were studied using Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) and Thermogravimetric Analysis (TGA). In the second stage, rheological tests were conducted on the binder, such as Rotational Viscosity, Performance Grade (PG), Multiple Stress Creep and Recovery (MSCR), and Linear Amplitude Sweep (LAS). In the third stage, the mechanical properties of the asphalt mixtures were evaluated through tensile strength (TS), moisture-induced damage, resilient modulus (MR), resistance to permanent deformation, and fatigue tests. In the fourth stage, the self-healing of the asphalt materials was studied: the binder was analyzed on a microscale using Optical Microscopy (OM), and for the mixtures, the Semi-Circular Bending (SCB) test was used for macroscale evaluation, in addition to Computed Tomography (CT) analyses to investigate self-healing on a microscale. The results indicated that the addition of fibers preserved the stiffness and structural integrity of the asphalt binder, even under progressive damage accumulation. The modified formulations showed greater resistance to oxidative aging with increasing deformation levels, as well as superior thermal stability. Improvements were also observed in resistance to permanent deformation and an increase of up to six times in resistance to fatigue cracking, compared to the unmodified binder. The modified binders exhibited significant Healing Index (HI) values, with an increase of 337.39% compared to the fiber-free formulation. In asphalt mixtures, the addition of fibers did not significantly alter tensile strength, stiffness, or retained tensile strength after moisture-induced damage. Improvements were also observed in resistance to permanent deformation, fatigue performance, crack propagation retardation, fracture resistance, and ductility under monotonic loading. Regarding curing, analyses obtained through MicroTC showed that the modified mixtures presented up to an 88.24% increase in HI compared to the reference mixture, highlighting the potential of fibers in intensifying self-healing in binders and asphalt mixtures. Conversely, analyses using the SCB assay proved inadequate for evaluating self-healing in asphalt mixtures due to methodological limitations. In general, fibers containing fatty acid derived from soybean oil sludge have shown effectiveness in promoting the self-healing of asphalt materials.

Keywords: microscale self-healing; macroscale self-healing; hollow fibers; encapsulated bio-oil; multi-scale self-healing.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Diagrama esquemático de fatores de influência na eficiência de autocura.....	23
Figura 2: Mecanismo de cura em três etapas no asfalto.....	25
Figura 3: Morfologia de trinca induzida em amostra deformada de PEN 70/100 por meio de MAF.....	29
Figura 4: trinca induzida em amostra deformada de PEN 70/100 por meio de MF.....	31
Figura 5: trinca induzida em amostra deformada de ligante modificado com SBS por meio de MF.....	31
Figura 6: Imagem de TC para visualização do processo de cura de trinca em mistura asfáltica.....	32
Figura 7: imagens em TC do estado inicial, do dano e da cura.....	34
Figura 8: Diagrama esquemático do teste F-C-F.....	36
Figura 9: Mudança do IC em relação a variação do teor de rejuvenescedor.....	37
Figura 10: (a) Representação esquemática de um corpo de prova 3PB; (b) vista do dispositivo de carregamento 3PB.....	39
Figura 11: Diagrama esquemático do teste 3PB.....	39
Figura 12: Dimensões da amostra de mistura asfáltica usada no ensaio 3PB.....	40
Figura 13: Configuração e esboço do ensaio 4PB.....	44
Figura 14: Comparação entre a taxa de autocura de misturas asfálticas com e sem RAP e nano-sílica sob constante deformação de 800 μm	45
Figura 15: Gráfico da vida de fadiga versus frequência de carregamento das misturas asfálticas.....	46
Figura 16: Diagrama esquemático de um corpo de prova de SCB.....	50
Figura 17: Velocidade de abertura da trinca.....	51
Figura 18: Análise dos resultados de diferentes sistemas obtidos por meio do ensaio de SCB.....	52
Figura 19: Taxa de cura das amostras 30 segundos após o aquecimento por micro-ondas.....	53
Figura 20: Índices de cura obtidos sob diferentes períodos de repouso.....	55
Figura 21: (a) imagem da conclusão da formação da fissura (b) curva do comprimento da fissura mudando com o tempo.....	57
Figura 22: Representação esquemática do aquecimento por indução na mistura asfáltica porosa.....	59
Figura 23: Ilustração do processo de difusão do rejuvenescedor microencapsulado em ligante asfáltico.....	60
Figura 24: Curvas COD-tempo de amostras de ligante sob temperaturas de cura de 0, 10, 20 e 30 C.....	61
Figura 25: Autocura do ligante contendo microcápsulas no período de repouso em diferentes situações: ligante puro, com adição de microcápsula (DMP), e com adição de microcápsula (SBS/DMP).....	62
Figura 26: (a) Capilares biomiméticos; (b) ruptura de um capilar biomimético; (c) ligante autocurável usando fibras ocas contendo rejuvenescedor; (d) vista geral de uma fibra; (e) diâmetro da seção transversal da fibra; (f) seção transversal longitudinal da fibra.....	63
Figura 27: Esquema da linha de fiação úmida.....	64

Figura 28: Esquema de preparação de fibras de alginato de cálcio por dispositivo microfluídico.	65
Figura 29: Imagens obtidas por MO de fibras ocas (índice 1) e fibras compartimentadas (índice 2). A letra "a" refer-se a fibras com casca comum. A letra "b" refere-se a fibras com casca modificada com grafite. A letra "c" refere-se a fibras com casca modificada com tetraóxido de triferro. E a letra "d" refere-se a fibras com casca modificada com dióxido de titânio.	66
Figura 30: Efeito das fibras na resistência da mistura asfáltica.	67
Figura 31: processo de acidulação para obtenção do ácido graxo.	71
Figura 32: Aspecto das cápsulas (a) úmidas e (b) após secagem.	72
Figura 33: Índice de cura para as amostras sem e com cápsulas.	72
Figura 34: Fluxograma do procedimento metodológico adotado no presente estudo.	75
Figura 35: Agregados utilizados na pesquisa: a) Brita 19 mm; b) Brita 12,5 mm; c) Pó de pedra; d) Cal hidratada.	77
Figura 36: Curvas granulométricas dos agregados utilizados.	78
Figura 37: Borra do óleo de soja.	81
Figura 38: FTIR da borra do óleo de soja.	82
Figura 39: Processo de acidulação: a) Borra do óleo de soja com ácido muriático em aquecimento e agitação; b) Fases após processo de acidulação e decantação por gravidade; c) Funil de decantação para separação do ácido graxo da salmora; d) Obtenção final do ácido graxo da borra do óleo de soja.	84
Figura 40: Etapas do processo de confecção das fibras: a) adição do alginato de cálcio à água destilada; b) adição do ácido graxo ao conjunto; c) derramamento da emulsão na seringa; d) extrusão da emulsão no banho de coagulação; e) aspecto das fibras inteiras após secagem e após serem cortadas.	86
Figura 41: Resultados da análise térmica TGA para as fibras em estudo.	88
Figura 42: Curvas granulométricas para cada faixa.	93
Figura 43: Gráfico do Vv X Teor de ligante.	95
Figura 44: a) adição das fibras à mistura ainda quente; b) mistura das fibras com os demais materiais; c) corpo de prova compactado de mistura asfáltica com adição de 5% de fibras por peso de ligante.	96
Figura 45: Gráfico do Vv X Teor de ligante.	97
Figura 46: a) adição de 5% de fibras ao recipiente no qual efetuou-se a modificação do ligante; b) mistura manual durante 10 min.	102
Figura 47: Microscópio Digital utilizado no ensaio de MO.	103
Figura 48: Ensaio de tomografia computadorizada de raios X em um corpo de prova SCB.	104
Figura 49: Amostra SCB com uma das faces pintada na cor branca.	105
Figura 50: Sistema de carregamento de teste SCB gravado por câmera digital industrial CMOS.	106
Figura 51: Corpo de prova posicionado no molde metálico para um período de descanso de 4 h em estufa à 40 °C.	108
Figura 52: Equipamento micro CT do NUTES.	110
Figura 53: TC em uma das amostras analisadas.	110
Figura 54: Fluxograma do estudo de autocura na mistura asfáltica.	111

Figura 55: Espectros de FTIR para as amostras de ligante com e sem fibras e para a amostra de ácido graxo.	112
Figura 56: Análise termogravimétrica (TGA) das amostras de ligante asfáltico investigadas no presente estudo.	115
Figura 57: Curvas de Viscosidade X temperatura para todas as amostras antes do RTFO.	117
Figura 58: Curvas de Viscosidade X temperatura para todas as amostras após RTFO. ...	118
Figura 59: PG contínuo para todas as amostras de ligante asfáltico.	121
Figura 60: G^* em função da temperatura antes e após RTFO.....	122
Figura 61: AI em função da temperatura.	126
Figura 62: Valores de J_{nr} a 3,2 kPa.	128
Figura 63: Curvas de tensão x deformação para as amostras.	130
Figura 64: Valores de ϵ_t para as amostras em estudo.	131
Figura 65: Valores de E_f para as amostras em estudo.	132
Figura 66: Valores de FREI para as amostras em estudo.	133
Figura 67: Valores de $\Delta G * pico \tau$ para as amostras em estudo.	134
Figura 68: Resultados do ensaio RT para as amostras investigadas.	135
Figura 69: Valores de RRT para as amostras estudadas.	137
Figura 70: Valores de MR para as amostras investigadas.	138
Figura 71: Resultados do Flow Number obtidos pelo ensaio uniaxial de carga repetida..	140
Figura 72: Número de ciclos até a ruptura versus diferença de tensões no centro do CP.	142
Figura 73: Número de ciclos até a ruptura versus deformação resiliente inicial.....	143
Figura 74: Análises de MO na amostra A-0 considerando tempos de descanso de: a) 0min, b) 10min, c) 20min, d) 30min, e) 40min e f) 50min, respectivamente.....	147
Figura 75: Análises de MO na amostra A-3,0 considerando tempos de descanso de: a) 0min, b) 10min, c) 20min, d) 30min, e) 40min e f) 50min, respectivamente.	147
Figura 76: IC para cada amostra em cada tempo de cura.	148
Figura 77: Evolução da fissura com o passar do tempo para a amostra CP-0.....	150
Figura 78: Evolução da fissura com o passar do tempo para a amostra CP-3,5.....	150
Figura 79: Gráfico do perímetro da fissura versus tempo.	151
Figura 80: Curva de tensão \times deformação para as misturass.....	153
Figura 81: Valores de J_c para as misturas.	154
Figura 82: Valores de S para as amostras.....	154
Figura 83: Curva do número de ciclos X deformação para as amostras em estudo.	156
Figura 84: Curva do Número de ciclos X Deformação com critério de parada em N_h para as amostras em estudo.	158
Figura 85: IC_{vv} para as amostras em estudo.	159
Figura 86: Imagem comparativa em 3D entre V_{v1} e V_{v2} para a faixa da amostra CP-0..	160
Figura 87: Curvas N X d após o período de cura para as amostras em estudo.....	161
Figura 88: Gráfico representativo dos valores de IC_{nf} para as amostras.	162
Figura 89: Gráfico representativo dos valores de IC_{nf} para as amostras após repetição do ensaio.	164
Figura 90: Análises de MO na amostra A-1,5 considerando tempos de descanso de: a) 0min, b) 10min, c) 20min, d) 30min, e) 40min e f) 50min, respectivamente.	185
Figura 91: Análises de MO na amostra A-2,0 considerando tempos de descanso de: a) 0min, b) 10min, c) 20min, d) 30min, e) 40min e f) 50min, respectivamente.	185

Figura 92: Análises de MO na amostra A-2,5 considerando tempos de descanso de: a) 0min, b) 10min, c) 20min, d) 30min, e) 40min e f) 50min, respectivamente.	186
Figura 93: Análises de MO na amostra A-3,5 considerando tempos de descanso de: a) 0min, b) 10min, c) 20min, d) 30min, e) 40min e f) 50min, respectivamente.	186
Figura 94: Evolução da fissura com o passar do tempo para a amostra CP-1,5.....	187
Figura 95: Evolução da fissura com o passar do tempo para a amostra CP-2,0.....	187
Figura 96: Evolução da fissura com o passar do tempo para a amostra CP-2,5.....	188
Figura 97: Evolução da fissura com o passar do tempo para a amostra CP-3,0.....	188
Figura 98: Imagem comparativa em 3D entre Vv1e Vv2 para a faixa da amostra CP-1,5.	189
Figura 99: Imagem comparativa em 3D entre Vv1e Vv2 para a faixa da amostra CP-2,0.	189
Figura 100: Imagem comparativa em 3D entre Vv1e Vv2 para a faixa da amostra CP-2,5.	190
Figura 101: Imagem comparativa em 3D entre Vv1e Vv2 para a faixa da amostra CP-3,0.	190
Figura 102: Imagem comparativa em 3D entre Vv1e Vv2 para a faixa da amostra CP-3,5.	190

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Ensaio e procedimentos para caracterização dos agregados e suas respectivas normas.	78
Tabela 2: Ensaio e procedimentos para caracterização do ligante asfáltico e suas respectivas normas.....	80
Tabela 3: Resultados da caracterização da borra do óleo de soja.....	81
Tabela 4: Proporções e quantidades de alginato de sódio e ácido graxo utilizadas na confecção das fibras, bem como suas nomenclaturas adotadas para a adição no ligante asfáltico e na mistura asfáltica.....	87
Tabela 5: Proporção de ácido graxo em cada fibra confeccionada.	88
Tabela 6: proporções de agregados utilizadas em cada curva.	92
Tabela 7: Parâmetros volumétricos das misturas com teor de ligante inicial.....	94
Tabela 8: Resumo dos parâmetros volumétricos obtidos para as misturas testadas.....	95
Tabela 9: Resumo dos parâmetros volumétricos obtidos para as misturas testadas com adição de fibras.	96
Tabela 10: p-valor para cada par de amostras antes do RTFO.....	119
Tabela 11: p-valor para cada par de amostras após RTFO.....	120
Tabela 12: p-valor para cada par de amostras antes e após RTFO.....	124
Tabela 13: p-valor comparativo para cada par de temperaturas ensaiadas.....	126
Tabela 14: p-valor para cada par de amostras antes e após RTFO.....	127
Tabela 15: p-valor comparativo para cada par de amostras ensaiadas.	129
Tabela 16: Resumo das características das curvas de vida de fadiga das misturas.	144
Tabela 17: Valores de IC para cada amostra em cada tempo de cura.	148
Tabela 18: Redução da taxa de propagação da fissura das amostras com adição de fibras em relação à amostra de referência.....	151
Tabela 19: Valores de $C_{máx}$ e $D_{máx}$ obtidos para as amostras.....	153
Tabela 20: Valores de J_c e S obtidos para as amostras	155
Tabela 21: Valores de N_{f1} e N_h para as misturas em estudo.	157
Tabela 22: Valores de N_h e Deslocamento correspondente para as misturas em estudo..	158
Tabela 23: V_{v1} e V_{v2} para as amostras em estudo.....	159
Tabela 24: Valores de N_{f2} e seus respectivos valores de IC_{nf} para as amostras estudadas.	161
Tabela 25: Valores de N_{f1} , N_{f2} e seus respectivos valores de IC_{nf} para as amostras estudadas após a repetição do ensaio.....	163

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
AI	Aging Index
BBS	Binder Bond Strength
CMOS	Complementary Metal-Oxide Semiconductor
COD	Crack Opening Displacement
CP	Corpo de Prova
CT	Computed Tomography
CTRN	Centro de Tecnologia e Recursos Naturais
DSR	Dynamic Shear Rheometer
F-C-F	Fadiga-Cura-Fadiga
FHF	Fatigue–Healing–Fatigue
FTIR	Fourier Transform Infrared Spectroscopy
IC	Índice de Cura
LAS	Linear Amplitude Sweep
MD	Molecular Dynamics
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MF	Microscopia de Fluorescência
MFA	Microscopia de Força Atômica
MO	Microscopia Óptica
MR	Módulo de Resiliência
MSCR	Multiple Stress Creep and Recovery
NUTES	Núcleo de Tecnologias Estratégicas em Saúde
PEN	Penetração
PG	Performance Grade
PPGECA	Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil e Ambiental
RAP	Reclaimed Asphalt Pavement
RT	Resistência à Tração
RTFO	Rolling Thin Film Oven
SBS	Styrene-Butadiene-Styrene
SCB	Semi-Circular Bending
TC	Tomografia Computadorizada
TGA	Thermogravimetric Analysis

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	15
1.1. Justificativa	18
1.2. Hipóteses da pesquisa	20
1.3. Objetivos.....	20
1.3.1. Objetivo geral.....	20
1.3.2. Objetivos específicos.....	20
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	22
2.1. O fenômeno da autocura	22
2.2. Avaliação da eficiência da autocura	26
2.2.1. Estudo do fenômeno da autocura em microescala	27
2.2.2. Estudo do fenômeno de autocura em mesoescala	30
2.2.3. Estudo do fenômeno de autocura em macroescala.....	34
2.3. Métodos de melhoramento da autocura	57
2.3.1. Aquecimento por indução	57
2.3.2. Tecnologia de encapsulamento	59
2.4. Uso do ácido graxo da borra de óleo de soja como rejuvenescedor	69
2.5. Considerações finais	72
3. MATERIAIS E MÉTODOS.....	74
3.1. Materiais	76
3.1.1. Agregados.....	76
3.1.2. Ligante asfáltico	79
3.1.3. Borra de óleo de soja.....	81
3.1.4. Obtenção das fibras de ácido graxo.....	84
3.2. Métodos experimentais	89
3.2.1. Ensaio químicos com o ligante asfáltico	89
3.2.2. Ensaio reológicos com o ligante asfáltico	89
3.2.3. Dosagem das misturas asfálticas	92
3.2.4. Caracterização das propriedades mecânicas da mistura asfáltica	97
3.2.5. Medição da autocura	101
4. RESULTADOS	112
4.1. Ensaio químicos com o ligante asfáltico	112
4.1.1. Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR).....	112
4.1.2. Análise termogravimétrica (TGA)	115

4.2. Ensaio reológico com o ligante asfáltico	116
4.2.1. Viscosidade rotacional	116
4.2.2. Grau de desempenho – PG	121
4.2.3. Fluência e recuperação sob tensão múltipla - MSCR	128
4.2.4. Linear Amplitude Sweep – LAS	130
4.3. Mistura asfáltica.....	134
4.3.1. Resistência à tração por compressão diametral.....	134
4.3.2. Dano por umidade induzida	136
4.3.3. Módulo de Resiliência.....	138
4.3.4. Resistência à deformação permanente	140
4.3.5. Vida de Fadiga	142
4.4. Estudo da autocura.....	146
4.4.1. Estudo da autocura no ligante asfáltico.....	146
4.4.2. Estudo da autocura na mistura asfáltica	149
5. CONCLUSÕES.....	167
5.1. Considerações metodológicas e limitações da pesquisa	169
5.2. Sugestões para trabalhos futuros.....	171
REFERÊNCIAS	173

1. INTRODUÇÃO

O pavimento asfáltico está submetido à ação de fatores adversos, como carregamento do tráfego, variações térmicas e radiação ultravioleta, que acarretam envelhecimento do ligante asfáltico e surgimento de microfissuras. As microfissuras, uma vez geradas, podem evoluir para macrofissuras, diminuindo a vida útil deste.

O envelhecimento do ligante asfáltico é amplamente reconhecido como um processo físico-químico associado à oxidação, à perda de componentes voláteis e às transformações estruturais induzidas por temperatura, radiação ultravioleta e carregamentos repetidos, resultando no aumento da rigidez e na redução da capacidade de relaxação e difusão molecular do material. Como consequência, o ligante envelhecido torna-se mais suscetível à iniciação e propagação de microfissuras (Xu et al., 2018; Wan et al., 2022).

Sob este viés, foi descoberto que as pequenas fissuras geradas no pavimento asfáltico podem ser cicatrizadas automaticamente sob condição ambiental adequada, indicando uma propriedade inerente dos materiais asfálticos denominada *self-healing* (autocura). Contudo, a eficiência desse processo diminui com o envelhecimento da mistura ao longo do tempo (XUE et al., 2017). Dessa forma, faz-se necessário aumentar a capacidade de *self-healing*, com o intuito de diminuir a interrupção do tráfego, reduzir os custos de manutenção e prolongar a vida útil do pavimento.

Metodologias, como cura por indução e o encapsulamento de rejuvenescedores, têm sido estudadas com a finalidade de potencializar a autocura de materiais asfálticos (SHU et al. 2019). O encapsulamento de rejuvenescedores atua no caminho da propagação da trinca. Neste método a energia de fratura na ponta da trinca causa a ruptura da cápsula que dispersa o rejuvenescedor em seu interior que, gradativamente, se difunde no ligante por meio de forças capilares, preenchendo a fissura e restaurando a relação asfaleno-maleno (TABAKOVIC et al. 2016; GARCIA et al. 2016).

Existem vários métodos de encapsulamento dos rejuvenescedores como Microcápsulas de alginato de cálcio (GARCÍA et al., 2011; SU et al., 2013; SU et al., 2015; SUN et al., 2015; LI et al., 2015; AL-MANSOORI et al., 2017; AL-MANSOORI et al., 2018; NORAMBUENA-CONTRERAS et al., 2017; NORAMBUENA-CONTRERAS et al., 2018; NORAMBUENA-CONTRERAS et al., 2019) e fibras compartimentadas ou fibras ocas de alginato de cálcio (TABAKOVIC et al., 2016; TABAKOVIC et al., 2017; HASSAN

e AGUIRRE, 2018; AGUIRRE *et al.*, 2019; SHU *et al.*, 2019; SHU *et al.*, 2020; ZAREMOTEKHASES *et al.*, 2020; SHU *et al.*, 2021; LI, HAO e LI, 2022).

O uso de fibras de alginato de cálcio encapsulando rejuvenescedores tem demonstrado ser uma alternativa promissora na melhoria da capacidade de autocura de materiais asfálticos, uma vez que são econômicas, ecologicamente sustentáveis e possuem estabilidade térmica e mecânica adequada (XU *et al.*, 2018). Além disso, as fibras favorecem uma melhor distribuição dos rejuvenescedores em razão de seu formato alongado, ao passo que a quantidade de rejuvenescedor encapsulada em microcápsulas é bastante limitada, conforme afirmam Li, Hao e Li (2022). Adicionalmente, o uso de fibras pode mitigar a redução excessiva da rigidez da mistura asfáltica associada ao emprego de cápsulas, como apontam Garcia *et al.* (2015), Sun *et al.* (2015), Aguirre *et al.* (2018) e Zaremotekhasés *et al.* (2020).

Diferentes ensaios têm sido empregados para caracterizar o fenômeno da autocura de materiais asfálticos em escalas que variam da micro à macroescala (Sun *et al.*, 2018; Jiang *et al.*, 2019). Nesses ensaios, a autocura é frequentemente quantificada por meio de índices de recuperação, como o Índice de Cura (*Healing Index* – HI), tratado neste trabalho como IC. De modo geral, o IC é definido como a razão entre uma propriedade mecânica medida após um período de cura e o valor correspondente obtido antes do dano, podendo ser baseado em diferentes parâmetros, como resistência, rigidez, energia de fratura ou vida à fadiga. Entretanto, estudos de revisão apontam que a interpretação do IC depende fortemente do método de ensaio e do parâmetro adotado, não havendo ainda uma padronização universal para sua definição e aplicação (Sun *et al.*, 2018; Jwaida *et al.*, 2024).

Para o estudo do fenômeno da autocura em microescala, destacam-se as análises em microscopia: Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Microscopia de Força Atômica (MFA), que podem ser utilizadas a fim de introduzir uma trinca artificial para avaliar a evolução dos mecanismos de cura por meio de imagens de resolução atômica da superfície (DAS *et al.*, 2012; SUN *et al.*, 2018; LYU *et al.*, 2022).

Em mesoescala, análises em Microscopia de Fluorescência (MF) e Tomografia Computadorizada (TC) de raios-X são métodos que podem ser adotados (GARCIA *et al.*, 2012; SUN *et al.*, 2017; SUN *et al.*, 2018; SHU *et al.*, 2020; LIN *et al.*, 2022). Jing *et al.* (2023) acrescentam que o crescente uso de TC de raios X tem sido adotado por se tratar de uma técnica capaz de observar a distribuição de materiais encapsulados, variações em fissuras e vazios antes e após períodos de cura. Além disso, a TC de raios-X pode ser aplicada

também em microescala, a depender do nível de resolução do ponto focal da fonte de raios-X, permitindo uma análise mais detalhada do processo de cura.

Em macroescala os testes de avaliação da autocura podem ser feitos tanto com o ligante, quanto com a mistura asfáltica. Em se tratando de misturas asfálticas, Li *et al.* (2020) destacam que os principais métodos utilizados na atualidade são: teste de flexão em 3 pontos, teste de flexão em 3 pontos sob fundação elástica e teste de flexão semicircular. Liang *et al.* (2021) ainda acrescentam o teste de flexão em 4 pontos.

O ensaio de Flexão Semicircular – *Semi-Circular Bending* (SCB) tem sido amplamente adotado para avaliar a propriedade de fissuração por fadiga de misturas asfálticas devido ao seu procedimento de ensaio ser simples, os corpos de prova mais disponíveis, ter um padrão de tensão razoável e custo acessível. Por conseguinte, pesquisadores têm proposto modificações ao ensaio SCB com o intuito de aprimorar o método de ensaio e mensurar com o maior nível de precisão possível a capacidade de autocura das misturas asfálticas (TABAKOVIĆ *et al.*, 2017; FAN *et al.*, 2018; XU *et al.*, 2019; JIANG *et al.*, 2019; ZHU *et al.*, 2020; XU *et al.*, 2020; FAKHRI *et al.*, 2020; LOU *et al.*, 2020; KARGARI *et al.*, 2022; NALBADIAN e GONZÁLEZ, 2021; AFRIDI e KHATTAK, 2024).

Contudo, pesquisadores têm relatado que o ensaio SCB demonstra-se inadequado para a avaliação da autocura em misturas asfálticas com adição de fibras ocas devido à grande deformação que ocorre nos corpos de prova após a realização do teste (TABAKOVIC *et al.*, 2017; AGUIRRE *et al.*, 2019). Também foi relatado que em metodologias que investigaram valores de N_f em ensaios de fadiga com repouso, a recuperação do módulo provavelmente não está associada ao fenômeno de autocura, devendo estar mais relacionada a efeitos de fenômenos reversíveis, como a não-linearidade, o auto-aquecimento e a tixotropia (OLIVEIRA, 2019).

Recentemente, pesquisadores têm avaliado o desempenho reológico de ligantes asfálticos com adição de bio-óleos como agentes rejuvenescedores. Os estudos têm comprovado a eficácia desses materiais no aumento dos componentes leves do ligante, agindo de maneira contrária ao processo de envelhecimento (Al-SABAEI *et al.*, 2020; ZHANG *et al.*, 2022).

No processo de fabricação da indústria de refino de óleos vegetais um resíduo conhecido como “borra” é gerado. A borra de óleo de soja apresenta-se sob forma bruta ou concentrada a qual é nomeada como borra de soja acidulada. A sua forma bruta apresenta de

35% a 50% de ácidos graxos totais e sua forma concentrada apresenta de 85% a 95%. A forma concentrada é obtida por um processo de acidulação na presença de um ácido inorgânico que pode ser o sulfúrico ou clorídrico. Silva (2022) investigou o uso de ácidos graxos provenientes da borra de soja como material rejuvenescedor de microcápsulas, produzindo-os seguindo o processo de acidulação da barra em presença de ácido clorídrico e constatou que, diante dos resultados da avaliação física e reológica do ligante asfáltico, o efeito rejuvenescedor do ácido graxo da borra do óleo de soja foi constatado devido à redução de viscosidade do material.

1.1. Justificativa

Devido ao envelhecimento do pavimento asfáltico e ao carregamento repetitivo do tráfego durante a vida útil, a capacidade de autocura da mistura asfáltica é consideravelmente limitada em campo, dificultando a cura autônoma das trincas que são geradas (QIU, 2008). Portanto, é imperativo potencializar a capacidade de autocura dos materiais asfálticos por meio de métodos extrínsecos.

O método de aquecimento por indução funciona com base no aquecimento do material condutivo no pavimento asfáltico aumentando a temperatura do ligante asfáltico para melhorar a mobilidade de suas moléculas, levando à cura das fissuras. A limitação desse método consiste no fato de requerer intervenções humanas durante a vida útil do pavimento e acelerar a taxa de envelhecimento do ligante asfáltico devido ao processo de aquecimento (NORAMBUENA-CONTRERAS e GARCÍA, 2016).

Em contrapartida, o método da adição de rejuvenescedores encapsulados não requer manutenção externa após a incorporação das cápsulas no pavimento asfáltico, uma vez que a cápsula é produzida para resistir às condições mecânicas e térmicas durante o período da construção e, ao mesmo tempo, ter uma sensibilidade suficiente para romper automaticamente devido às trincas geradas no pavimento asfáltico (GARCÍA *et al.*, 2010).

Em se tratando de microcápsulas, a limitação principal desse método consiste no fato de sua adição na mistura asfáltica reduzir excessivamente a rigidez, resultando em um aumento do potencial de deformações permanentes (GARCIA *et al.*, 2015; SUN *et al.*, 2015). Aguirre *et al.* (2018) e Zaremotekhas *et al.* (2020) destacam que essa redução indesejável na rigidez pode ser eliminada com a substituição das microcápsulas por fibras ocas de alginato.

A cura de misturas asfálticas ainda não é completamente compreendida. Por este motivo, ainda não se tem conhecimento de um procedimento amplamente aceito que possa prever o comportamento de cura de uma mistura asfáltica (JIANG *et al.*, 2019). Além disso, os métodos experimentais tradicionais são baseados principalmente na mensuração da recuperação mecânica em macroescala, a exemplo dos ensaios baseados em fratura e em fadiga. Desse modo, Sun *et al.* (2018) sugerem que um conjunto de métodos de caracterização multiescala seja conduzido desde a microescala até a macroescala com a finalidade de quantificar a capacidade de cura de materiais asfálticos.

A difusão do rejuvenescedor pode reduzir a viscosidade do ligante asfáltico ao redor das trincas, melhorando suas propriedades reológicas. Desse modo García *et al.* (2010) destacam que as interações físicas e químicas entre o tipo de ligante e o rejuvenescedor devem ser investigadas para melhor compreensão dos mecanismos de autocura.

Apesar dos avanços no entendimento dos mecanismos associados à autocura de ligantes asfálticos, ainda existem lacunas no entendimento integrado dos efeitos do envelhecimento e da autocura, o que evidencia a necessidade de abordagens integradas para a caracterização do envelhecimento e de seus impactos no comportamento dos materiais asfálticos (Sun *et al.*, 2018; Wan *et al.*, 2022; Jwaida *et al.*, 2024).

Na área da pavimentação, estudos têm sido realizados com o intuito de utilizar os bio-óleos como agentes rejuvenescedores, como uma alternativa de substituição dos materiais provenientes de fontes não renováveis (Al-SABAEI *et al.*, 2020; ZHANG *et al.*, 2022). Esse fato é decorrente do baixo custo dos bio-óleos, além de serem produtos provenientes de fontes renováveis, acarretando pavimentos asfálticos menos nocivos ao meio ambiente (SANTOS; FAXINA, 2019). Sob este aspecto, Karkari *et al.* (2022) acrescentam que o tipo ideal de agente rejuvenescedor utilizado para a produção de cápsulas deve ser aquele que diminua os custos e a poluição ambiental durante o processo de autocura da mistura asfáltica.

Silva (2022) utilizou tanto a borra do óleo de soja quanto seu ácido graxo no núcleo de cápsulas de alginato de sódio com o intuito de estudar a influência de sua adição na capacidade de autocura de corpos de prova de mistura asfáltica. O autor concluiu que a borra de óleo de soja e seu ácido graxo elevaram os níveis de autocura da mistura a valores entre 9,8% e 106,9%, contudo a borra do óleo de soja evidenciou umidade elevada ao ser adicionada em teores elevados, contribuindo para uma oxidação mais rápida do ligante. Desse modo, mostra-se coerente o uso do ácido graxo da borra do óleo de soja como

rejuvenecedor encapsulado, além disso poucas pesquisas têm utilizado a borra do óleo de soja ou seu ácido graxo como rejuvenecedor.

1.2. Hipóteses da pesquisa

Para a pesquisa proposta, as seguintes hipóteses serão testadas:

- O uso de ácido graxo da borra de óleo de soja atua com eficácia quando usado como rejuvenecedor no interior de fibras de alginato de sódio com o intuito de potencializar a autocura do ligante e mistura asfáltica;
- A proporção alginato/rejuvenecedor de ácido graxo da borra de óleo de soja das fibras confeccionadas influencia na propriedade de autocura da mistura asfáltica;
- É possível compreender a influência e o mecanismo das fibras no processo de autocura de materiais asfálticos investigando esse fenômeno em micro e macroescala;
- O desempenho mecânico (resistência à tração, resistência à deformação permanente, vida de fadiga, etc.) de misturas asfálticas se mantém sob valores aceitáveis com a adição de fibras de ácido graxo da borra de óleo de soja.

1.3. Objetivos

1.3.1. Objetivo geral

Investigar a capacidade de autocura de materiais asfálticos com adição de fibras de ácido graxo da borra de óleo de soja.

1.3.2. Objetivos específicos

- Avaliar as propriedades reológicas (viscosidade, rigidez, elasticidade, resistência à deformações permanentes, integridade diante de danos de fadiga, etc.) de ligantes asfálticos modificados com fibras de ácido graxo da borra do óleo de soja em diferentes proporções de alginato/rejuvenecedor;
- Analisar a influência da adição de fibras de ácido graxo da borra do óleo de soja em diferentes proporções de alginato/rejuvenecedor nas propriedades químicas e térmicas do ligante asfáltico;

- Investigar o envelhecimento do ligante asfáltico modificado com fibras de ácido graxo da borra do óleo de soja em diferentes proporções de alginato/rejuvenecedor;
- Estudar a influência da adição de diferentes proporções de alginato/rejuvenecedor das fibras de ácido graxo da borra de óleo de soja no desempenho mecânico (resistência à tração, rigidez, resistência à deformação permanente, vida de fadiga, etc.) de misturas asfálticas;
- Investigar o mecanismo de autocura no ligante asfáltico com adição de fibras de ácido graxo da borra de óleo de soja em diferentes proporções de alginato/rejuvenecedor por meio de ensaios e análises em microescala;
- Avaliar a capacidade de autocura na mistura asfáltica com adição de fibras de ácido graxo da borra de óleo de soja em diferentes proporções de alginato/rejuvenecedor por meio de análises em micro e macroescala;

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste capítulo foram discutidos os temas que fornecem o embasamento teórico do estudo proposto. A princípio foram abordados temas concernentes ao fenômeno da autocura, sua forma de atuação e fatores que a influenciam. Na sequência, foram discutidos os métodos de avaliação da autocura tanto no ligante, quanto na mistura asfáltica. Os métodos discutidos foram divididos por sua escala de análise, microescala, mesoescala e macroescala.

Em seguida, foram descritos os métodos de melhoramento de autocura adotados na atualidade, quais os seus benefícios, quais as suas limitações e quais métodos são indicados para diferentes finalidades.

Por fim, foram tratados assuntos concernentes ao uso do ácido graxo da borra de óleo de soja, forma de obtenção, benefícios de seu uso e justificativa de sua adoção para o presente estudo.

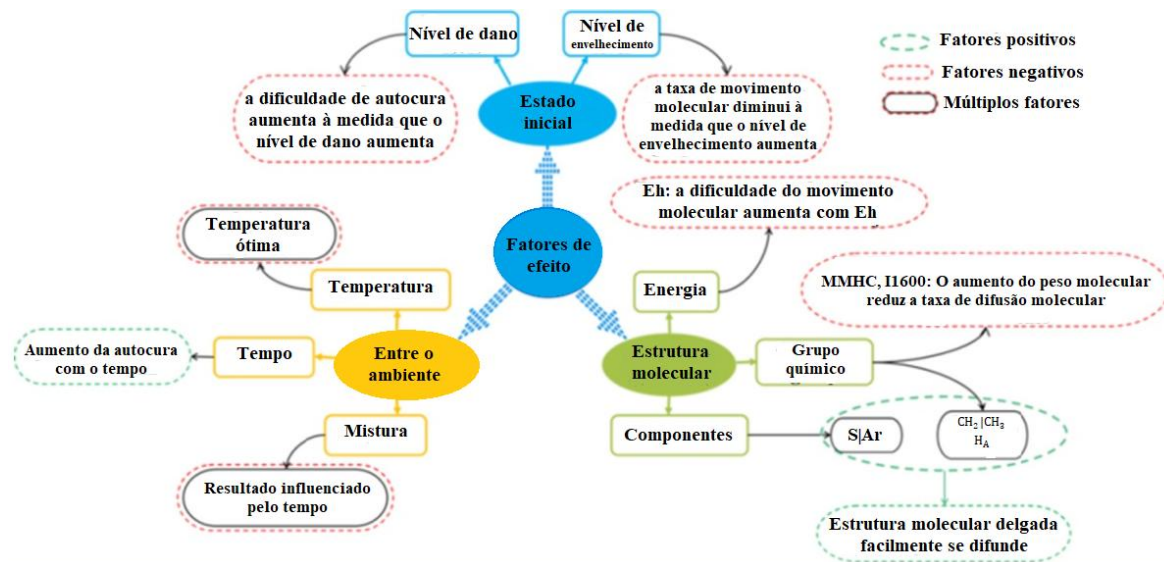
2.1. O fenômeno da autocura

A autocura é uma propriedade inerente ao ligante asfáltico com a função de diminuir as trincas provenientes do dano, segundo Sun *et al.* (2018) suas propriedades originais podem ser parcialmente recuperadas. Li *et al.* (2020) explicam que no processo de autocura ocorre o fechamento de interfaces de fissuras que possuem pontos de contato e a recuperação parcial das propriedades originais são decorrentes da interdifusão molecular sob uma condição ambiental adequada. Dessa forma, a autocura atua retardando o desenvolvimento de trincas no pavimento asfáltico prolongando sua vida útil.

Sun *et al.* (2018) destacam que o mecanismo de autocura pode ser observado apenas na restauração de microfissuras, pois a cicatrização atua unindo faces que ainda estejam em contato sem ter falhado completamente. Xu *et al.* (2018) acrescentam que a autocura pode ser observada em diferentes níveis de escala. Em escala macroscópica, parte das microfissuras pode sofrer processos de cicatrização durante os intervalos de repouso entre as passagens sucessivas de eixos, bem como ao longo do período de verão, quando as temperaturas mais elevadas favorecem a mobilidade e o rearranjo da matriz asfáltica. Em nível meso, a cura pode ser observada tanto nas regiões coesivas quanto nas regiões adesivas das misturas asfálticas. A cura é considerada coesiva quando ocorre no ligante asfáltico ou mástique e adesiva quando ocorre na interface ligante asfáltico-e-agregado.

Contudo, a ocorrência do mecanismo de autocura depende de fatores que influenciam no processo. Fatores como: composição química do ligante asfáltico, microestrutura, nível de envelhecimento, grau de dano, umidade, temperatura, tempo, etc. (Figura 1).

Figura 1: Diagrama esquemático de fatores de influência na eficiência de autocura.



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

Wan *et al.* (2022) afirmam que a reparação de microfissuras ocorre sob condições de elevadas temperaturas e tempo de descanso adequado, entretanto essa condição ideal para a ocorrência da autocura não é observada em condições normais de serviço de um pavimento asfáltico.

Lyu *et al.* (2021) identificam a composição do ligante asfáltico como um dos fatores que influenciam na sua autorregeneração. As quatro frações do ligante asfáltico, asfaltenos (As), saturados (S), aromáticos (Ar) e resinas (R) influenciam no seu IC conforme a seguinte ordem decrescente: $Ar > S > R > As$. Liang *et al.* (2021) acrescentam que o fenômeno da autocura pode ser potencializado por meio do aumento da razão entre saturados com longas cadeias alifáticas e aromáticos com as principais estruturas de anéis densos. A porcentagem de asfaltenos e resinas representa o volume de moléculas grandes no ligante asfáltico, ou seja, quanto maior a quantidade de moléculas, maior o peso molecular, diminuindo a movimentação das moléculas do ligante asfáltico e reduzindo sua habilidade de autocura.

O teor de anel de benzeno (I1600) e a razão entre metileno (CH_2) e metil (CH_3) são importantes na avaliação da estrutura química do ligante asfáltico. Longas cadeias com poucas ramificações conferem boa movimentação na interface de fissuras facilitando a autocura. Valores elevados de CH_2/CH_3 indicam baixo teor de cadeias ramificadas,

apresentando difusão mais rápida do que outros tipos de moléculas contribuindo, portanto, para uma maior tendência de cura das microfissuras (SUN *et al.*, 2018). A proporção de Metileno mais Metil Hidrogênio para Carbono (*Methylene + Methyl Hydrogen to Carbon ratio* – MMHC) identifica o grau de ramificações das estruturas em cadeias e quanto maior o seu valor, menor a eficiência da autocura. Liang *et al.* (2021) acrescentam que uma quantidade elevada de I1600 influencia no aumento do peso molecular contribuindo para uma redução da eficiência da difusão molecular e, dessa forma, a autocura demanda mais tempo.

Outro fator que influencia na eficiência da autocura é a energia de ativação caracterizada como a mínima energia requerida na reação química. Quando uma certa quantidade de energia é transferida para o sistema, moléculas com energia cinética conseguem cruzar a barreira da energia de ativação, molhar a superfície de fratura, difundir de uma superfície para a outra e, finalmente, fechar a fratura. Para o processo da autocura o ideal é superar a barreira da energia de ativação do processo, desse modo uma baixa energia de ativação implica numa aceleração do processo da autocura. A barreira da energia de ativação é alta para moléculas de ligante asfáltico e se a energia superficial do ligante asfáltico for igual ou maior que a energia de autocura, ocorre a autorregeneração (LIANG *et al.*, 2021).

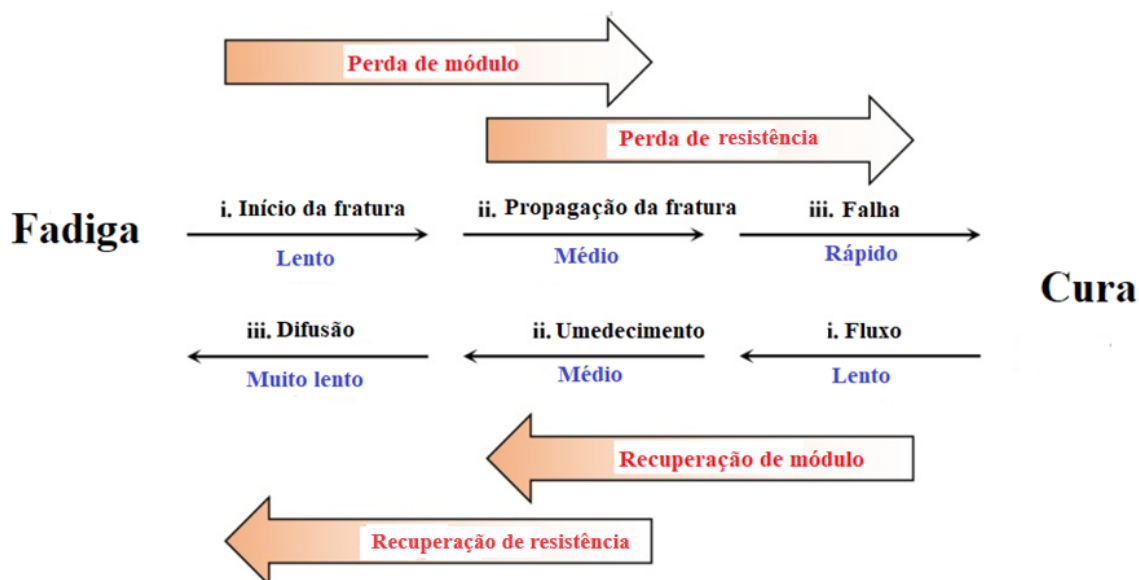
O estado inicial, antes do processo de cura, também influencia na eficiência do processo. Zhang *et al.* (2020) esclarecem que, em se tratando de ligante asfáltico envelhecido, o envelhecimento reduz sua capacidade intrínseca de cura. Esse fator, como destacam Liang *et al.* (2021), pode ser explicado devido a redução da mobilidade das moléculas do ligante asfáltico proporcionada pelo aumento molecular das frações de asfaltenos, resinas e aromáticos, bem como redução do volume de saturados. Sob este aspecto, Nalbandian e González (2021) evidenciaram que o grau de dano também tem influência no estado inicial, antes do processo de cura. O grau de dano está diretamente relacionado com a espessura e densidade da fratura, sendo assim, um elevado grau de dano requer uma elevada energia de autocura. Até certo ponto, o número e tamanho das microfissuras podem ser efetivamente recuperadas, no entanto, sob contínuo carregamento, as microfissuras tendem a tornar-se microfissuras dificultando, dessa forma, a reparação do dano na mistura asfáltica.

O ligante asfáltico é um material viscoelástico onde seu comportamento depende do tempo e da temperatura. O IC aumenta com o passar do tempo, velocidade da cura e aumento

da temperatura. Ayar *et al.* (2016) destacam que o ligante asfáltico pode fluir por entre as microfissuras geradas numa faixa de temperaturas entre 30°C e 70°C e, em seguida, caso a temperatura seja reduzida para valores menores, o ligante asfáltico pode selar as microfissuras contribuindo para o processo de autocura. Contudo, Li *et al.* (2020) acrescentam que, como não é possível controlar a temperatura em ambiente natural, apenas os pavimentos submetidos a temperaturas elevadas, ou em época de verão, conseguem apresentar uma parcela de autocura. Liang *et al.* (2021) acrescentam que o ligante asfáltico sofre influência da umidade, afetando, também, sua capacidade de autocura. A umidade ocasiona múltiplos efeitos no potencial de cura do ligante asfáltico, em condições secas, a eficiência da cura aumenta, contudo, em condições molhadas, esta aumenta durante um certo período de tempo e depois diminui.

O fenômeno da autocura ocorre de modo inverso ao fenômeno de fadiga (Figura 2). Jwaida *et al.* (2024) citaram um modelo de três estágios desenvolvido por Phillips (1998) para explicar a ocorrência dos dois processos em materiais asfálticos: (1) aproximação das interfaces da fissura devido a tensões de consolidação e fluxo (ou seja, compressão ou aquecimento); (2) fechamento de microfissuras e coesão impulsional devido ao umedecimento por ligante asfáltico e (3) recuperação de propriedades mecânicas por acúmulo limitado por difusão de estruturas de asfaltenos.

Figura 2: Mecanismo de cura em três etapas no asfalto.



Fonte: Adaptado de Jwaida *et al.* (2024).

O estágio (1), segundo Silva (2022), é considerado o mais rápido e tem por consequência a recuperação da rigidez, já os estágios (2) e (3) ocorrem de maneira mais lenta

gerando aumento de rigidez e resistência levando a recuperação das propriedades mecânicas. Sun *et al.* (2018) explicam que o estágio (2), referente a capacidade de umedecimento, está relacionado aos tipos e propriedades do ligante asfáltico, pois o ligante com maior energia superficial pode ter maior taxa de umedecimento. Já o estágio (3), referente ao processo de difusão/fluxo, relaciona-se com a mobilidade das moléculas do ligante asfáltico, quanto maior o número de cadeias longas com menos ramificações, maior a mobilidade molecular.

2.2. Avaliação da eficiência da autocura

Jiang *et al.* (2019) afirmam que o fenômeno da autocura de materiais asfálticos pode ser observado em diferentes escalas. Sun *et al.* (2018) explicam que, em macroescala (em torno de $10^{-3}m$), as fissuras podem ser vistas a olho nu e a cura pode ocorrer de duas formas, ou as microfissuras são curadas durante os períodos de descanso entre dois ciclos de carregamento, ou, quando geradas no período do inverno, podem ser curadas durante o período de um verão quente.

Em mesoescala (em torno de $10^{-5}m$) a fissura se manifesta como microfissuras, buracos dentro da estrutura contínua ou microfissuras dentro de materiais compósitos e é considerada coesiva quando ocorre no ligante asfáltico ou mástique e adesiva quando ocorre na interface ligante-agregado.

Em microescala (em torno de 10^{-9}) a fissura se manifesta como ligações quebradas, defeitos de cristal ou agregados atômicos quebrados e, durante o processo de cura, as moléculas de ligante asfáltico entre as faces da trinca se aproximam espontaneamente, entram em contato, molham e difundem impulsionadas pela energia de superfície.

Muitos métodos têm sido utilizados para mensurar a capacidade de autocura dos materiais asfálticos nas diferentes escalas. Em microescala destacam-se os métodos provenientes de análises em FTIR, MEV, MFA e Simulações de dinâmica molecular – *Molecular Dynamics* (MD). Em mesoescla análises em MF e TC de raios X podem ser adotadas. E em macroescala, os testes de avaliação da autocura podem ser realizados tanto no ligante asfáltico quanto na mistura asfáltica. Para ligantes, destacam-se o teste de força de ligação do ligante (*Binder Bond Strength* – BBS) e o ensaio de fadiga-cura-fadiga (*Fatigue-Healing-Fatigue* – FHF). Para misturas asfálticas, os principais métodos incluem o teste de flexão em três pontos, o teste de flexão em três pontos sobre fundação elástica, o teste de flexão semicircular e o teste de flexão em quatro pontos.

Liang *et al.* (2021) destacam que os métodos de avaliação de autocura básicos consistem em mediar a mudança ou recuperação das propriedades do material antes de depois da autocura. Badroodi *et al.* (2020) explicam que esses métodos examinam o comportamento de fadiga e autocura em amostras submetidas a carregamentos repetitivos com e sem período de descanso sob tensões e deformações constantes. No entanto, Lyu *et al.* (2021) esclarecem que não existe uma metodologia universal para a caracterização da autocura em materiais asfálticos devido à falta de clareza nos mecanismos que determinam sua ocorrência.

Independentemente da escala de análise ou do tipo de ensaio adotado, a autocura é, em geral, quantificada por meio de índices de recuperação, os quais permitem expressar a capacidade do material em restaurar propriedades degradadas após a ocorrência de dano. Dentre esses indicadores, destaca-se o IC, amplamente empregado na literatura para quantificar a recuperação de propriedades mecânicas após um período de repouso ou cura. De modo geral, o IC é definido como a razão entre uma propriedade medida após a etapa de cura e o valor correspondente obtido antes do dano, podendo ser baseado em diferentes parâmetros, tais como resistência, rigidez, energia de fratura ou vida à fadiga. Entretanto, estudos de revisão apontam que o valor e a interpretação do IC dependem fortemente do método de ensaio, da escala de análise e do parâmetro mecânico adotado, o que dificulta a comparação direta entre diferentes estudos e evidencia a ausência de uma padronização universal para sua definição e aplicação (Sun *et al.*, 2018; Jwaida *et al.*, 2024).

2.2.1. Estudo do fenômeno da autocura em microescala

Em se tratando de microescala, Kim *et al.* (1990) adotaram a razão MMHC por meio do FTIR para prever o potencial de cura de ligantes usando a Equação 1.

$$\text{MMHC} = \frac{H_{\text{-CH}_3} + H_{\text{-CH}_2}}{C_{\text{-CH}_3} + C_{\text{-CH}_2}} = \frac{\frac{A_{1380}}{5} + \frac{A_{2920}}{7}}{\frac{A_{1380}}{15} + \frac{A_{2920}}{14}} \quad (1)$$

Onde A_{1380} é a absorção de alongamento simétrico -CH_3 de 1385 cm^{-1} a 1365 cm^{-1} ; A_{2920} é a absorção de alongamento simétrico -CH_2 de 2936 cm^{-1} a 2916 cm^{-1} ; o 5, 7, 14 e 15 são as constantes para os números de H e C baseados no peso dos grupos atômicos funcionais; $H_{\text{-CH}_3}$ é o teor de átomos de H em metil; $H_{\text{-CH}_2}$ é o teor de átomos de H em CH_2 ; $C_{\text{-CH}_3}$ é o teor de átomos de C em CH_3 e $C_{\text{-CH}_2}$ é o teor de átomos de C em CH_2 . Os autores verificaram que o IC decresce com o aumento da razão MMHC do ligante asfáltico,

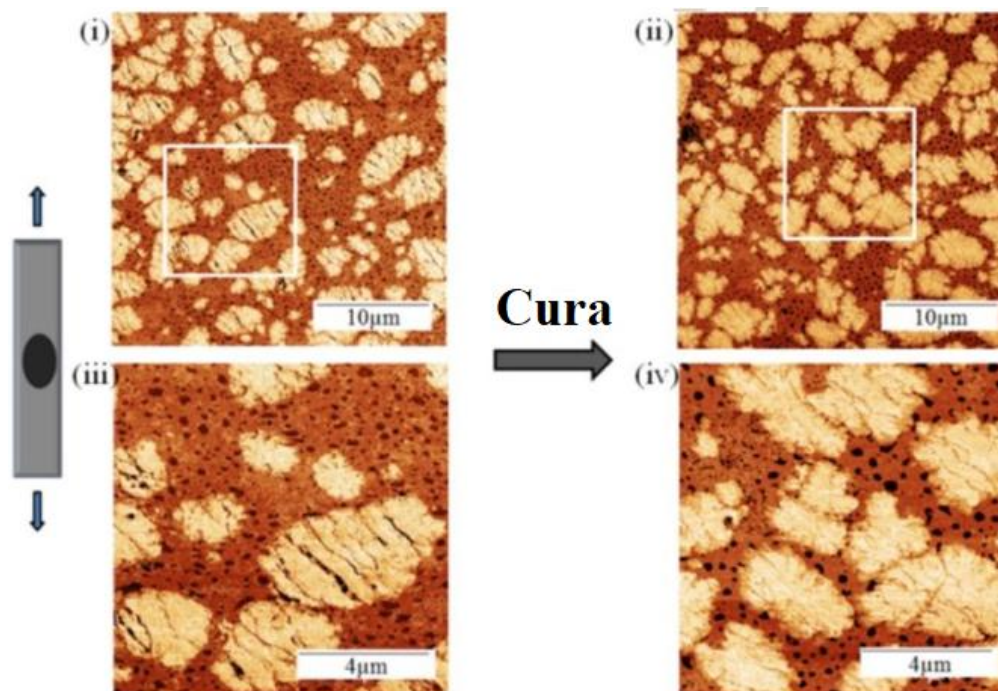
indicando um bom desempenho quanto a autocura de ligantes de base com longas cadeias alifáticas, contudo a obtenção da razão MMHC não é indicada para ligantes modificados.

Silva (2022) destacam que em microescala os métodos utilizados para investigar o processo de cura dinâmica microscópica geralmente são MEV e MFA. Das *et al.* (2012) esclarecem que esses métodos atuam introduzindo uma fissura artificial para avaliar os mecanismos de cura.

O MEV possui a funcionalidade de produzir imagens de resolução atômica de uma superfície utilizando um feixe focalizado de elétrons para realizar seu escaneamento (EGERTON, 2005). Na amostra, os elétrons interagem com os átomos produzindo, assim, vários sinais contendo informações sobre a composição e topografia da amostra. No caso de amostras não condutoras, Sun *et al.* (2018) esclarecem que, como o ligante asfáltico, o MEV convencional possui a limitação de requerer que a amostra esteja revestida com um filme de metal e sejam observadas em ambientes de alto vácuo.

No caso do MFA a topografia da superfície da amostra é revelada com maior nível de resolução e também pode ser utilizado para investigar propriedades mecânicas de fases de materiais em nanômetro a escala de micrômetro (PETER e PAUL, 2010; BINNIG *et al.*, 1987; BLANCHARD, 1996; RAGHAVAN *et al.*, 2000;). Na Figura 3 verifica-se um exemplo de análise de uma amostra deformada de Penetração (PEN) 70/100 por meio de MFA estudada por Nahar (2016) onde é possível constatar que a microestrutura original foi recuperada devido a introdução de calor moderado na amostra deformada, mostrando o fechamento parcial da trinca, percebido por meio da aproximação dos agregados.

Figura 3: Morfologia de trinca induzida em amostra deformada de PEN 70/100 por meio de MAF.



Fonte: Adaptado de Nahar (2016).

Liang *et al.* (2021) ainda acrescentam que simulação MD pode ser usada para obter o indicador em microescala de Coeficiente de Difusão (D) o qual é um valor equivalente ao IC. Garcia *et al.* (2012) e Sun *et al.* (2015) afirmam que a energia de ativação do movimento da molécula de ligante asfáltico pode ser usada como uma avaliação do potencial de autocura de ligantes modificados e de base. Nas Equações 2 e 3 é possível verificar o uso da energia de ativação para calcular os valores de D e IC.

$$IC = A \exp\left(-\frac{E_h}{RT}\right) \quad (2)$$

$$D = A \exp\left(-\frac{E_h}{RT}\right) \quad (3)$$

Onde A é o fator pre-exponencial, E_h é a energia de ativação, T é a temperatura e R é a constante universal dos gases (8,314 J/mol/K).

A energia de ativação pode indicar a influência do tipo de ligante asfáltico, tipo de filler e teor de filler na melhoria da aglutinação do ligante asfáltico. E_h pode influenciar na habilidade de cura de diferentes tipos de ligante de modo a depender do tempo. O tempo de cura efetivo em diferentes temperaturas pode ser calculado por meio do tempo de cura completo do ligante asfáltico na temperatura de referência e na energia de ativação. Quanto

maior o coeficiente de difusão, mas rápido ocorre o processo de cura uma vez que o valor de D , segundo a Equação 3, varia com o valor da energia de ativação (E_h) e temperatura (T).

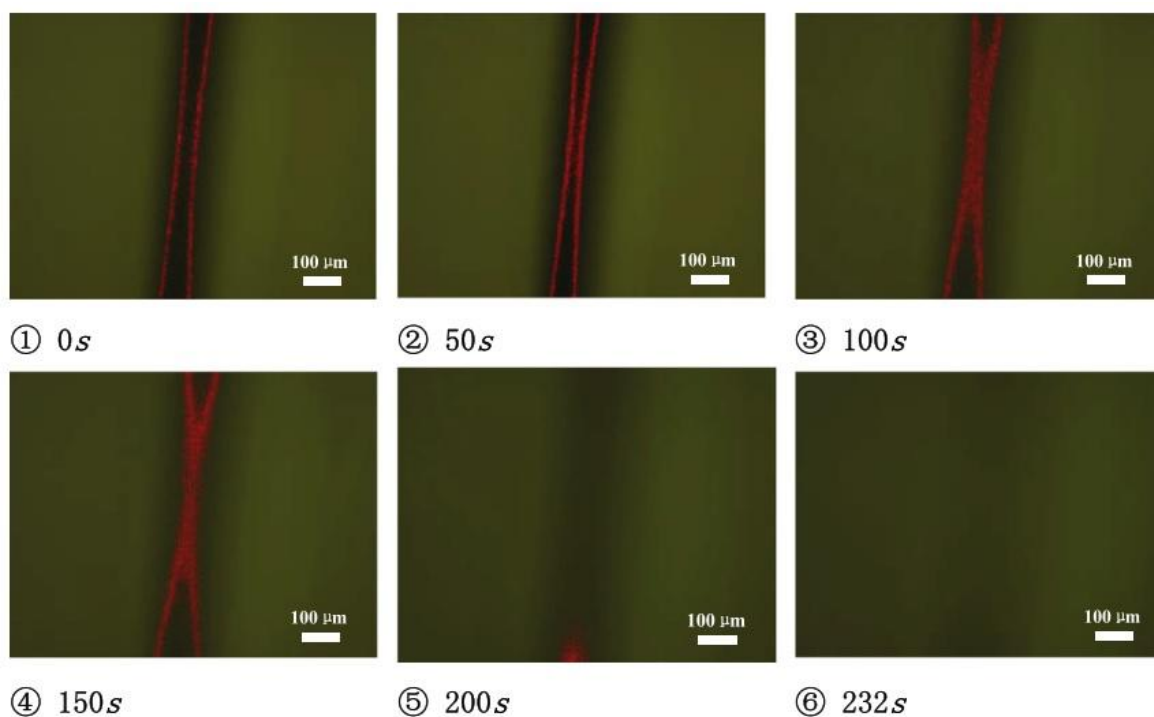
Uma vez que a heterogeneidade das microestruturas asfálticas influencia a geração de fissuras, investigações adicionais devem ser conduzidas, com o intuito de saber se as microestruturas observadas nas superfícies das amostras de ligante asfáltico podem ser estendidas ao volume total de ligante asfáltico. Para isto torna-se necessário conhecer a relação entre as complexas interações intermoleculares, as microestruturas e o processo dinâmico de cura em microescala (SUN *et al.*, 2018).

2.2.2. Estudo do fenômeno de autocura em mesoescala

Embora o processo de cura dos materiais asfálticos esteja baseado nos mecanismos de difusão molecular ou transição de fase termodinâmica, Sun *et al.* (2018) destacam que o efeito externo da cura pode ser detectado por meio do nível meso da escala espacial e temporal, no qual a cura ocorre sob a forma de fluxo de ligante asfáltico e fechamento de trincas. Segundo Silva (2022), nesse nível, os métodos típicos de ensaio incluem MF e TC de raios-X.

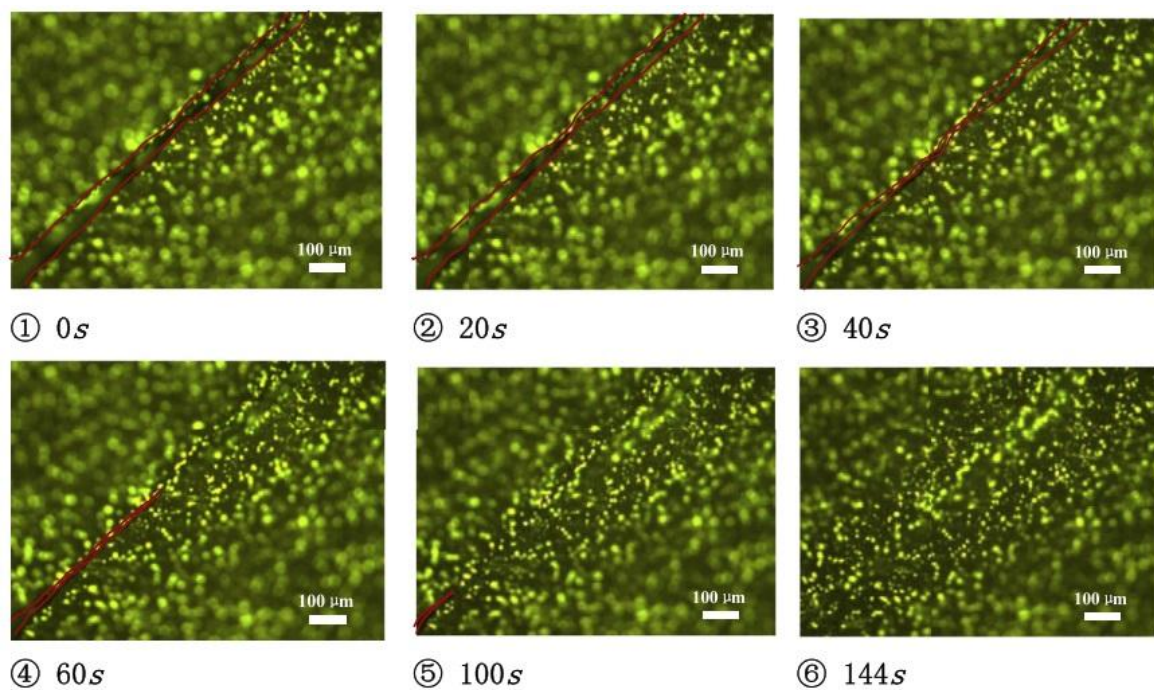
Sun *et al.* (2017) estudaram o processo de cicatrização de fissuras em algumas amostras de ligante asfáltico por meio do método MF. O processo consistiu em aplicar uma fratura prévia a amostra e, em seguida, reunir as duas partes fraturadas, colocando-as em contato a 25°C, com isso a MF foi adotada para observar o processo de cura das fissuras. Nas Figuras 4 e 5 é possível verificar imagens de duas amostras, uma de PEN 70 e outra modificada com SBS.

Figura 4: trinca induzida em amostra deformada de PEN 70/100 por meio de MF.



Fonte: Sun *et al.* (2017).

Figura 5: trinca induzida em amostra deformada de ligante modificado com SBS por meio de MF



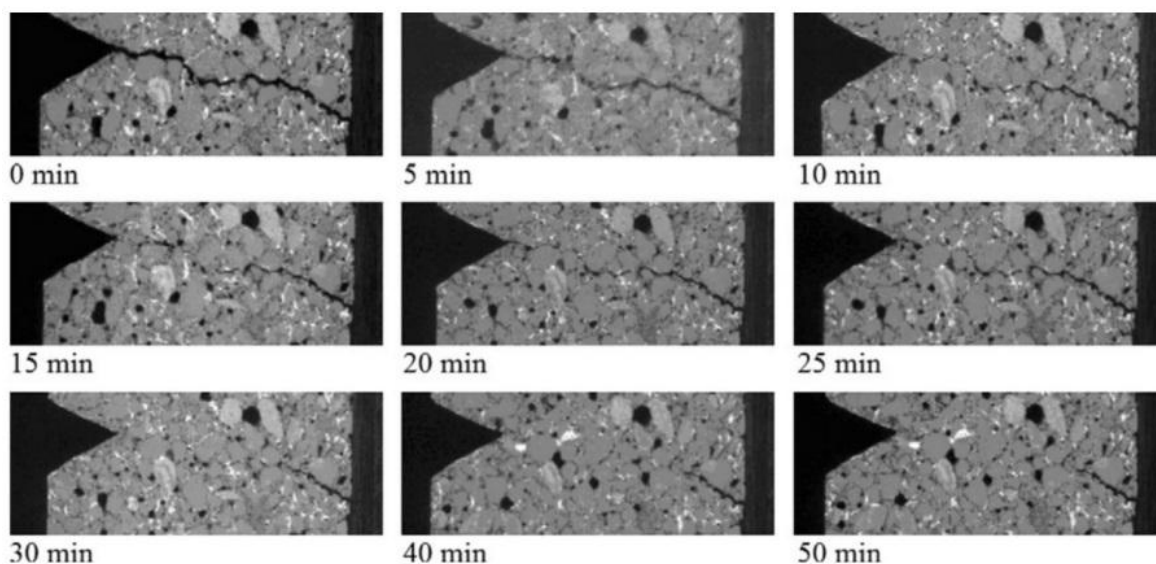
Fonte: Sun *et al.* (2017).

Durante o processo de cura, a mudança da área da fissura foi observada e calculada por MF, no seguimento, o índice de cura foi definido pela razão entre a área da fissura reduzida e a área da fissura original. No entanto, como uma técnica de observação bidimensional, a MF apenas revela o processo de cura de fissuras na superfície do corpo de prova de ligante asfáltico, sendo incapaz de observar o comportamento da cura em 3D.

Devido ao aumento do interesse por ensaios não destrutivos em misturas asfálticas, o uso de TC ultrassônica e de raios X tem sido gradualmente utilizada para avaliar danos e efeitos de cura. De acordo com Jing *et al.* (2023) essa tecnologia é bastante intuitiva e, frequentemente, usada para observar a distribuição de materiais encapsulados, variações em fissuras e vazios antes e após períodos de cura, etc. O estudo sobre as características dos vazios tem buscado conhecer seu número, área, volume, distribuição e morfologia, no entanto, Jing *et al.* (2023) esclarecem que há relativamente poucos estudos sobre a cura de vazios, e não há um método padrão para a classificação da escala de vazios.

García *et al.* (2012) utilizaram imagens de TC para visualizar a evolução da autocura em amostras de mistura asfáltica submetidas ao processo de aquecimento por indução (a 70°C) após o ensaio *Three-Point Bending* – flexão em três pontos (3PB). Na Figura 6 é possível observar as análises de TC que foram realizadas a cada 5 minutos de aquecimento em uma dessas amostras.

Figura 6: Imagem de TC para visualização do processo de cura de trinca em mistura asfáltica.



Fonte: Garcia *et al.* (2012).

Verifica-se que os dois lados da fissura estão em contato no estado inicial e a ocorrência da cura cresce a partir da área em contato. Durante o processo de cura, o ponto

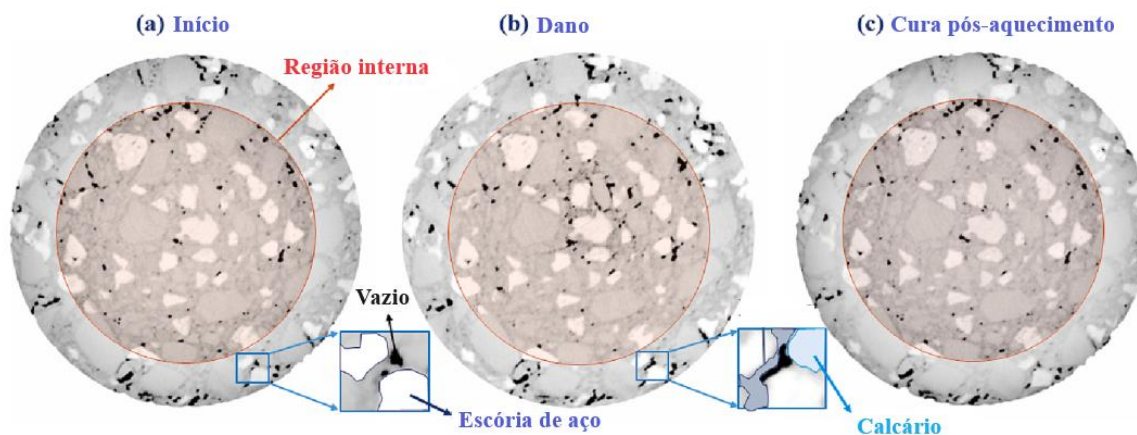
de contato aumenta gradualmente, e a área da fissura decresce. Em todas as imagens nota-se ainda que o processo de cura é forte na parte inferior das amostras se comparado a parte superior, esse fenômeno ocorre devido à forte pressão estática que ocorre nessas áreas (GARCIA *et al.*, 2012).

Shu *et al.* (2020) estudaram o efeito de ambientes aquáticos críticos na capacidade de autocura de misturas asfálticas contendo fibras de Ca-alginato/SiO₂. O ensaio de TC de raios-X foi adotado para estudar a estabilidade e a distribuição espacial da fibra na mistura asfáltica. A partir das imagens de TC obtidas, os autores verificaram que o comprimento da maioria das fibras permaneceu em torno de 10 mm, e o contorno das fibras estava intacto, indicando que as fibras não foram rompidas durante os processos de mistura e compactação. Além disso, os autores verificaram que as fibras apresentaram uma boa capacidade de distribuição dentro da mistura asfáltica, e não houve aglomeração.

Lin *et al.* (2022) investigaram a evolução e as características da geração de fissuras por fadiga em misturas asfálticas recicladas a frio com emulsão asfáltica (CRME) em diferentes dimensões. O ensaio de TC de raios-X foi usado para obter a estrutura interna de amostras submetidas ao carregamento de fadiga SCB. As amostras foram submetidas a varredura por TC de raios-X em três momentos: antes do ensaio de fadiga SCB, no estágio de extensão da curva de fadiga e no ponto de fratura. Como resultado os autores obtiveram que, na primeira varredura, o vazio de ar médio foi de 11,26%, na segunda varredura, o vazio de ar médio foi de 11,47% e na terceira varredura, o vazio de ar médio foi de 12,09%. Desse modo, o vazio de ar aumentou em 0,83% quando a carga de fadiga atingiu o ponto de fratura.

Jing *et al.* (2023) avaliaram o processo de autocura em misturas asfálticas com adição de escória de aço submetidas a cura por aquecimento de micro-ondas. As amostras eram previamente danificadas por meio de um processo de congelamento-degelo e, em seguida, eram aquecidas por micro-ondas. Para estudar o processo de autocura das amostras, análises em TC foram utilizadas para quantificar a mudança das características dos vazios em três estágios: estado inicial, estado pós-congelamento-degelo e estado pós-cura (Figura 7).

Figura 7: imagens em TC do estado inicial, do dano e da cura.



Fonte: Adaptado de Jing *et al.* (2023).

Os autores estabeleceram diferentes escalas para comparar o número e a área dos vazios das amostras. Diante dos resultados obtidos para os diferentes estágios das amostras, a taxa de variação relativa entre vazios grandes (ΔAt), vazios médios (ΔN) e vazios pequenos (ΔAa) foi de 42,96%, 39,84% e 28,66%, respectivamente. Segundo Jing *et al.* (2023) a diferença entre as porcentagens representa a regularidade da ação, quanto maior a diferença, pior a regularidade. Portanto, os autores observaram que a regularidade da mudança de dano de pequenos vazios foi a mais forte, evidenciando que a cura de pequenos vazios também é mais forte.

Embora os métodos de análise em mesoescala forneçam resultados satisfatórios quanto a observação do processo de cura em materiais asfálticos sob diferentes condições, a análise adequada dos resultados requer um conhecimento abrangente de matemática, estatística e processamento de imagem (AYAR *et al.*, (2016). Além disso, Sun *et al.* (2018) explicam que, o ideal para o uso de TC de raios-X modificada é anexar um dispositivo de carregamento em tempo real com sistema de temperatura constante para capturar o processo dinâmico de desenvolvimento e cura de fissuras sob diferentes condições.

2.2.3. Estudo do fenômeno de autocura em macroescala

Em macroescala os testes de avaliação da autocura podem ser feitos com o ligante asfáltico ou a mistura asfáltica. Liang *et al.* (2021) esclarecem que a caracterização do desempenho do ligante asfáltico antes e após o período de descanso é o método mais comum de medição da autocura.

Sob este aspecto Lv *et al.* (2017) usaram o teste de BBS para avaliar o potencial de autocura em ligantes modificados. O processo experimental consistiu em três etapas: (1) preparação das amostras de ligante; (2) ciclo de autocura de fadiga (F – C); (3) teste de tração. O índice de autocura é baseado na Equação (4).

$$IC_i = \frac{POTS_{Ai}}{POTS_i} \quad (4)$$

Onde IC_i é o Índice de Cura, $POTS_{Ai}$ é a resistência à tração recuperada depois de “i” ciclos de (F – C) e $POTS_i$ é a resistência à tração inicial antes da cura.

Sun *et al.* (2016) realizaram ensaios usando o DSR para avaliar o quanto a autocura do ligante asfáltico é baseada na mudança de módulo complexo. O limite do grau de dano é definido em 30%, ou seja, o carregamento é interrompido quando o módulo inicial cai para 70% do valor inicial. O índice de autocura é obtido por meio da Equação (5).

$$IC_G = \frac{|G^*|_{cura} - |G^*|_{final}}{|G^*|_{inicial} - |G^*|_{final}} \quad (5)$$

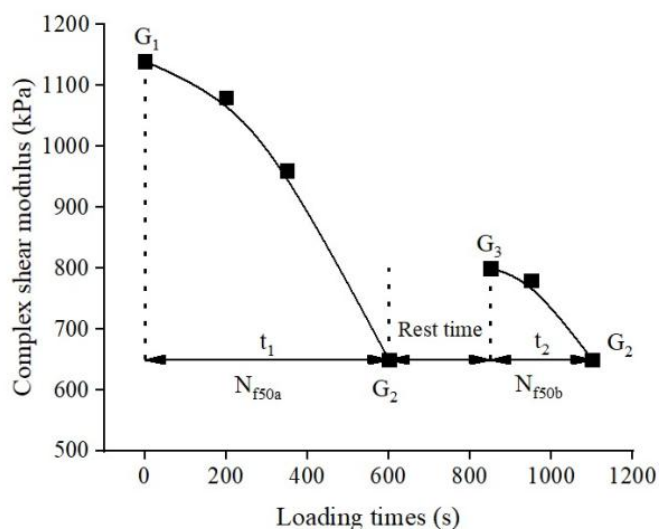
Onde $|G^*|_{inicial}$ é o valor do módulo inicial; $|G^*|_{final}$ é o valor de quando o carregamento finaliza, e $|G^*|_{cura}$ é o valor do módulo inicial depois do período de descanso. A eficácia do índice de avaliação depende da temperatura de cura e do período de descanso, e a habilidade de cura de diferentes materiais asfálticos pode ser classificada sob diferentes condições.

Jwaida *et al.* (2024) citam o ensaio F-C-F como um dos ensaios mais comumente adotados na atualidade para mensurar a autocura do ligante asfáltico. Os autores explicam que o ensaio F-C-F consiste primeiramente na aplicação de um dano controlado a amostra de ligante, como carga de fadiga ou rachaduras térmicas. Em seguida aguarda-se um determinado tempo para que a amostra possa se regenerar e, após esse período de descanso, realiza-se a mesma aplicação de dano anterior. Por fim, propriedades reológicas incluindo rigidez, viscosidade e módulo complexo, são utilizadas para calcular o potencial de cura.

Wang *et al.* (2023) afirmam que o ensaio F-C-F pode ser utilizado para avaliar o desempenho de autocura por meio da mudança de G^* na amostra ensaiada. Lyu *et al.* (2022) e Wen *et al.* (2023) explicam que o ensaio, baseado numa varredura temporal, tem início com a aplicação de uma carga de cisalhamento para criar trincas por fadiga no ligante asfáltico. Wang *et al.* (2023) acrescentam que o teste é interrompido quando o G^* diminui para 50% do módulo inicial G_1 , e o G^* neste ponto é denominado G_2 . Então, sob determinado valor de temperatura, o carregamento é interrompido e o reparo da trinca é

realizado durante um período de cura. Em seguida, o segundo teste de dano por fadiga é realizado, e o módulo inicial durante esta etapa é denominado G3. O teste é então conduzido até o final das medições. Na Figura 8 é possível verificar como a mudança no G^* durante o teste de F-C-F pode ser usada para avaliar o desempenho de autocura do ligante asfáltico.

Figura 8: Diagrama esquemático do teste F-C-F.



Fonte: Wang *et al.* (2023).

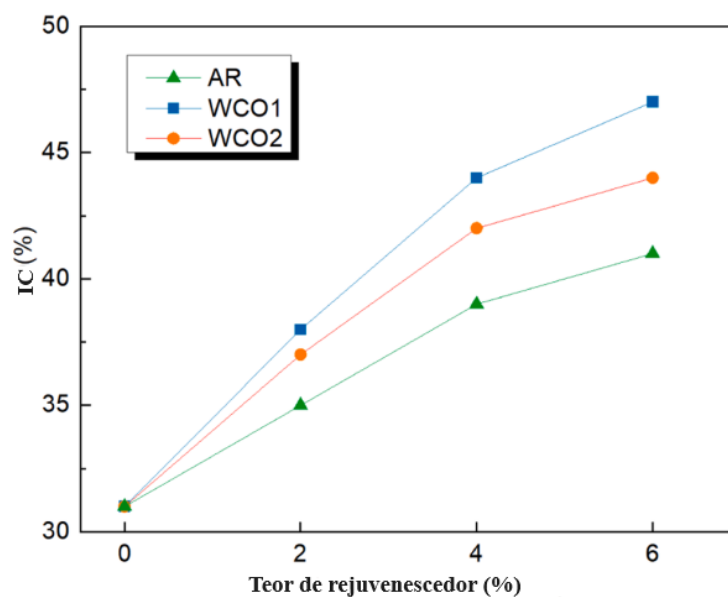
Lyu *et al.* (2022) estudaram a propriedade de autocura de amostras de ligante asfáltico modificado pelo elastômero de poli(ureia-uretano) (PE) contendo ligações dissulfeto por meio do ensaio F-C-F. Os autores estudaram a adição de 2%, 4%, 6%, 8% e 10% de PE ao ligante de referência e verificaram que a adição de PE resulta em uma média de 41,42% e 65% de aumento no IC em relação ao ligante de referência após 1 h e 2 h de período de descanso. Contudo, os autores indicam que o teor de 6% é o recomendado como dosagem ideal de adição de PE ao ligante asfáltico, com valores de IC de 49,58% e 71,34% após 1 h e 2 h, respectivamente.

Wang *et al.* (2023) investigaram, pela primeira vez, a viabilidade do uso de pó de casca de amendoim, um resíduo vegetal, como um modificador para ligante asfáltico. A capacidade de autocura das amostras de ligante preparadas com diferentes teores de pó de casca de amendoim (0%, 1%, 2%, 3%, 4%, 5% e 6%) foi investigada por meio do ensaio F-C-F. Os autores observaram que, após um período de descanso de 10 min, a adição de 4% do modificador estudado, apresentou um valor de IC=35,7%, conferindo uma melhoria de 79,4% em relação ao ligante de referência.

Wen *et al.* (2023) confeccionaram microcápsulas com várias proporções núcleo-casca envolvendo óleo de soja com resina de Melamina-Ureia-Formaldeído (MUF) e investigaram a capacidade de autocura de ligantes asfálticos com adição de cápsulas por meio do ensaio F-C-F. Os autores verificaram que, a 25°C, conforme o tempo de cura aumentou de 5 min para 20 min, o IC do ligante de referência aumentou de 0,283% para 2,572% e para o ligante modificado por 5% de microcápsulas, o IC aumentou de 2,459% para 6,402%.

Wang *et al.* (2024) estudaram a capacidade de autocura de amostras de ligantes asfálticos envelhecidos com adição de três agentes de cura diferentes, rejuvenescedor de asfalto (AR), mistura de óleos vegetais residuais (WCO1) e óleo de cozinha residual (WCO2) por meio do ensaio F-C-F. Conforme pode ser visto na Figura 9, aumentar o teor do rejuvenescedor aumenta gradualmente a cura do ligante envelhecido. E o ligante envelhecido com adição de WCO1 tem o maior grau de cura em relação as outras amostras para o mesmo teor de rejuvenescedor.

Figura 9: Mudança do IC em relação à variação do teor de rejuvenescedor.



Fonte: Adaptado de Wang *et al.* (2024).

Em se tratando de misturas asfálticas, Lyu *et al.* (2021) destacam que os métodos de avaliação de autocura em laboratório são divididos em testes de cura por fadiga e testes de cura de fratura de acordo com o nível de dano. Os testes de cura de fraturas baseiam-se na análise da cicatrização por meio da aplicação de períodos de descanso entre duas superfícies fraturadas da massa asfáltica onde o corpo de prova sofre falha total com uma grande

deformação (SUN *et al.*, 2018). Já os ensaios de cura por fadiga são utilizados para investigar a cura de microfissuras em corpos de prova intactos danificados durante o período de carregamento de fadiga cíclica, proporcionando uma boa simulação do pavimento asfáltico na situação real de tráfego. Liang *et al.* (2021) explicam que a cura de materiais asfálticos é usualmente relacionada a microfissuras provenientes de danos por fadiga, contudo Li *et al.* (2020) acrescentam que esse tipo de teste é demorado e relativamente complicado em princípio.

Segundo Jiang *et al.* (2019) os ensaios de cura por fadiga podem ser divididos em duas categorias com diferentes métodos de inserir o tempo de descanso: um método, chamado de interrompido, permite que a amostra descanse por um certo período de tempo após ser danificada a um certo nível, o que pode ser citado como um teste de cura por armazenamento. Outro método, chamado de intermitente, é baseado na definição de um tempo de descanso curto em cada aumento de carga no teste de fadiga cíclica, que pode ser citado como um teste de cicatrização intermitente. Quanto ao ensaio de cicatrização do tipo intermitente, Sun *et al.* (2018) afirmam que esse padrão de carregamento corresponde mais de perto ao que ocorre na prática, pois, na realidade, sempre há um período de descanso entre as aplicações de carga dos eixos sucessivos dos veículos.

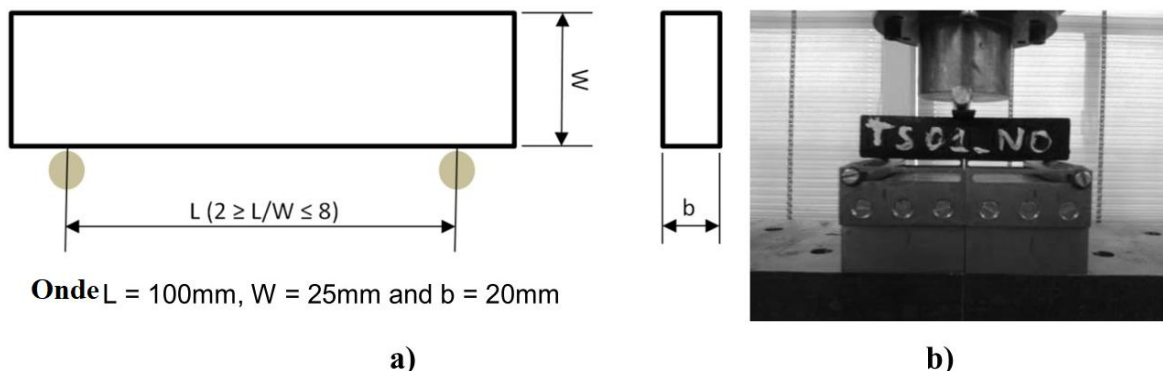
Com relação aos métodos para medição da autocura em campo Silva (2022) esclarece que são limitados quando comparados com as investigações laboratoriais. Sun *et al.* (2018) destacam que existem dois tipos de métodos de medição para avaliar a capacidade de cura em misturas asfálticas, as observações dos resultados de *Falling Weight Deflectometer* (FWD) e a análise espectral de ondas de superfície (SW).

Entre os métodos de avaliação da autocura em misturas asfálticas Li *et al.* (2020) destacam que os principais métodos utilizados na atualidade são: teste de flexão em 3 pontos, teste de flexão em 3 pontos sob fundação elástica e teste de flexão semicircular. Liang *et al.* (2021) ainda acrescentam o teste de flexão em 4 pontos.

2.2.3.1. Teste de flexão em três pontos

O ensaio 3PB é bastante utilizado para avaliar o desempenho de misturas asfálticas antes e após o processo de autocura. Tabakovic *et al.* (2016) adotaram as recomendações descritas na ASTM E 1820 que descreve o método de teste padrão para medição da resistência à fratura. De acordo com esta norma as representações esquemáticas do sistema de ensaio e da amostra utilizadas no ensaio podem ser observadas na Figura 10.

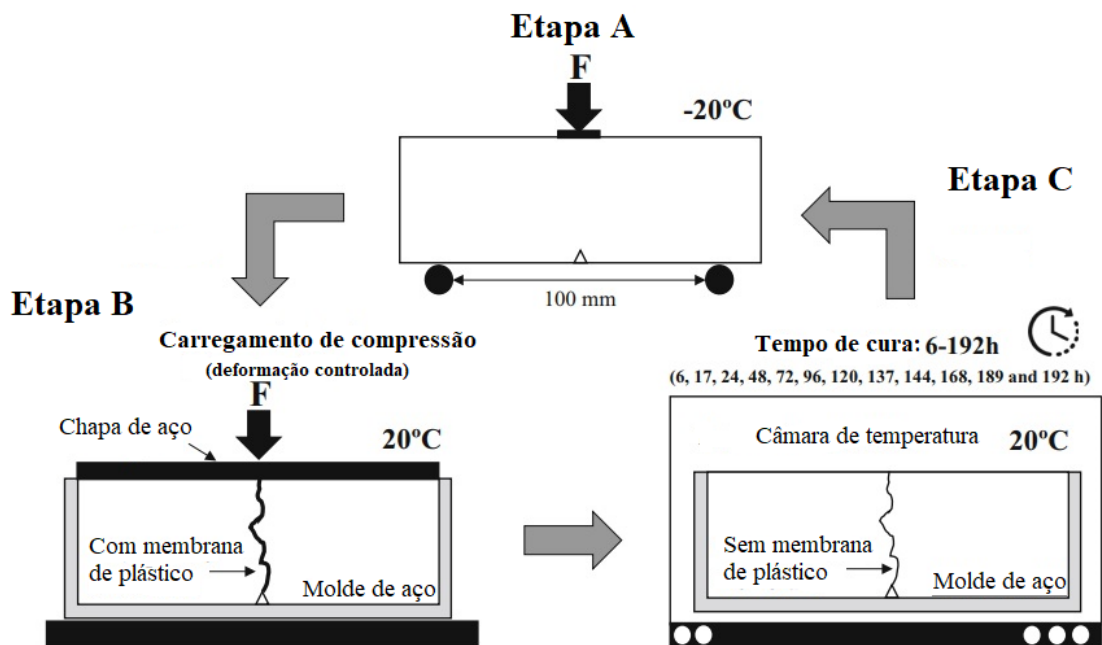
Figura 10: (a) Representação esquemática de um corpo de prova 3PB; (b) vista do dispositivo de carregamento 3PB



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

Al-Mansoori *et al.* (2017) aperfeiçoou o método de teste com o intuito de avaliar a eficiência da autocura de fissuras em misturas asfálticas. Neste método, a autocura é quantificada por meio da recuperação da resistência à flexão em amostras fissuradas. Norambuena-Contreras *et al.* (2018) descreveram as etapas do procedimento metodológico do ensaio 3PB em três etapas (Figura 11):

Figura 11: Diagrama esquemático do teste 3PB



Fonte: Adaptado de Al-mansoori *et al.* (2018)

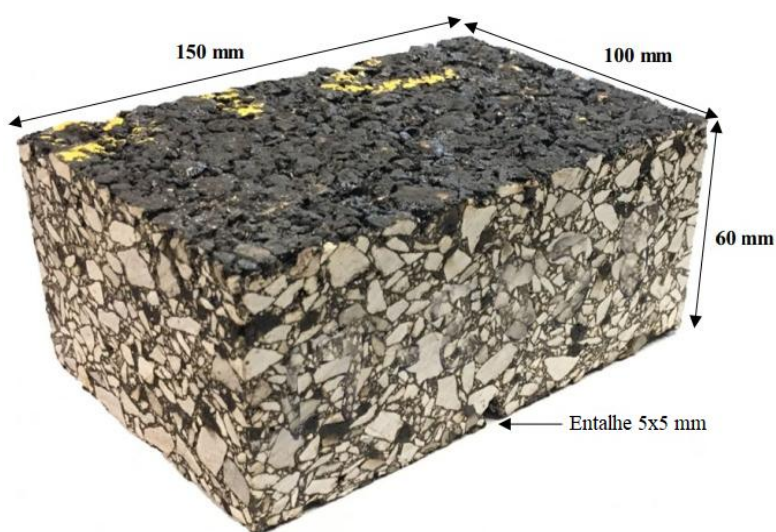
(1) As amostras de misturas asfálticas com ou sem cápsulas são condicionadas a -20°C por 4 horas e para iniciar o ensaio, uma ranhura de 5 mm de profundidade é esculpida no ponto médio da superfície inferior (Figura 12),

em seguida aplica-se uma taxa de carregamento de 2 mm/min até a amostra se quebrar em duas partes

(2) Após a realização do teste 3 PB, uma fina membrana plástica, obtida a partir de um saco de polietileno de baixa densidade, foi posicionada entre os dois pedaços quebrados da amostra. Feito isso, os dois pedaços foram posicionados de modo a entrarem em contato novamente e, em seguida, foram colocados num molde de aço. As amostras foram submetidas a uma câmara de temperatura controlada a 20°C durante 2 horas. Em seguida, um carregamento compressivo foi aplicado no topo da superfície sob uma taxa de carregamento de 2mm/min até a deformação vertical alcançar 5 mm. Posteriormente, a membrana plástica foi removida e os dois pedaços da amostra foram postos em contato novamente (a membrana plástica é usada para prevenir que o fechamento da fissura ocorra devido ao estado de compressão interna induzido).

(3) As amostras foram submetidas a um período de descanso a 20°C, que pode variar de 6h a 192h, dependendo do tipo de amostra. O período de descanso tem como finalidade permitir que o ligante asfáltico seja drenado dentro da fissura. Finalmente a amostra foi colocada em um freezer a -20°C durante 4 horas e, no seguimento, repete-se a etapa 1 para completar o ciclo de dano-autocura.

Figura 12: Dimensões da amostra de mistura asfáltica usada no ensaio 3PB.



Fonte: Adaptado de Al-Mansoori *et al.* (2018).

O IC alcançado para cada viga de mistura asfáltica fissurada após um determinado tempo de cura foi definido como a relação entre a carga máxima da viga inicialmente testada, F_0 , e a carga máxima medida na mesma viga após o processo de cura, F_t (Equação 6).

$$IC = \frac{F_t}{F_0} \quad (6)$$

Muitas pesquisas têm adotado o teste 3PB para quantificar a eficiência de cura de fissuras da mistura asfáltica (GARCÍA *et al.*, 2012; TABAKOVIC *et al.*, 2016; AL-MANSOORI *et al.*, 2017; AL-MANSOORI *et al.*, 2018; NORAMBUENA-CONTREAS *et al.*, 2017; NORAMBUENA-CONTREAS *et al.*, 2018; NORAMBUENA-CONTREAS *et al.*, 2019; ZHANG *et al.*, 2019).

Tabaković *et al.* (2016) realizaram o teste 3PB em mastique asfáltico a -5°C e 20°C , respectivamente, para investigar a influência da fibra de alginato de cálcio na eficiência de autocura de microfissuras e microfissuras. A fibra de alginato de cálcio mostrou-se capaz de cicatrizar microfissuras, mas só conseguiu promover a cicatrização residual quando ocorreram microfissuras.

Al-mansoori *et al.* (2018) avaliaram a autocura de misturas asfálticas com adição de cápsulas de alginato de cálcio contendo óleo de girassol por meio do ensaio 3PB. Os autores investigaram as propriedades físicas, morfológicas, térmicas e mecânicas das cápsulas e o efeito do teor de rejuvenescedor e da temperatura nestas propriedades. Os resultados da pesquisa indicaram que o IC obtido nas amostras contendo cápsulas foi 40% maior do que o das amostras sem cápsulas e variava de maneira proporcional de acordo com o teor de rejuvenescedor.

Norambuena-Contreras *et al.* (2018) também investigaram as propriedades de autocura em misturas asfálticas com adição de cápsulas poliméricas contendo óleo de girassol como rejuvenescedor por meio do ensaio 3PB. Os resultados obtidos indicaram que as cápsulas resistem às condições de mistura e compactação e quebram dentro da composição, permitindo a liberação do óleo encapsulado. Além do mais, verificou-se que a adição de cápsulas a misturas asfálticas envelhecidas proporcionou incrementos no IC entre 19,55% e 26,33%, dependendo da ordem de mistura, indicando que as misturas com cápsulas proporcionaram maior autocura do que as misturas sem cápsulas.

2.2.3.2. Teste de viga em fundação elástica

No ensaio 3PB, Li *et al.* (2020) explicam que o corpo de prova de mistura asfáltica em formato de viga pode sofrer grandes deformações causando dificuldades no processo de

cura. Dessa forma, com o intuito de superar essa problemática, Qiu *et al.* (2012) propuseram uma metodologia modificada de ensaio denominada *Beam On Elastic Foundation* - viga sobre fundação elástica (BOEF), onde a viga foi posicionada sobre uma fundação de borracha possibilitando um fechamento automático da superfície fraturada.

Qiu *et al.* (2012) esclarecem que a configuração BOEF pode ser útil na investigação de trincas e curas uma vez que a fundação elástica absorve a maior parte das deformações, eliminando a influência das deformações permanentes. Além disso, após um ciclo de carga-descarga, a fundação elástica influencia no fechamento da trinca durante a descarga, contribuindo, assim, no processo de cura das misturas asfálticas.

Su *et al.* (2015) adotaram um BOEF modificado para investigar o comportamento de autocura de misturas asfálticas com adição de microcápsulas. Os autores explicam que a questão chave do BOEF é usar uma viga de ligante asfáltico entalhado colada em uma fundação de borracha de baixo módulo. Durante o ensaio uma carga monotônica simétrica é aplicada com ciclos de carga-descarga-cura-recarga e a viga asfáltica é colada na fundação de borracha para simular o contato total e o atrito total.

A viga ensaiada pelos autores era constituída por dois blocos retangulares de alumínio com ligante asfáltico entre elas. O ligante tinha um entalhe em forma de V fabricado por um molde de silício sob temperatura de 0°C. Os dois blocos de alumínio das extremidades da viga foram colados em uma base de borracha, simulando, assim, o contato total e o atrito total. Dois dispositivos de rolamento foram posicionados sob ambos os blocos de alumínio. O suporte duro foi adotado para conectar a borracha e furar a base com cola. A carga com velocidade foi aplicada no centro da amostra de ligante por meio de um bastão de ferro perpendicular à viga. Em seguida, uma fissura foi gerada por meio do entalhe. As curvas carga-deslocamento eram, então, registradas. Quando a carga era retirada, a rachadura no ligante se fechava devido a borracha elástica na fundação. Em seguida, a viga de ligante asfáltico foi submetida a uma temperatura de 0° C por 24 h para permitir o processo de autocura. Após a cura, a viga passou novamente por um recarregamento controlado a 0°C para gerar uma trinca.

Dai *et al.* (2013) avaliaram a capacidade de cura de vigas de misturas asfálticas com adição de lâ de aço eletricamente condutoras para aquecer o ligante circundante por meio de energia de indução. As vigas foram testadas com ciclos de cura de fratura usando o ensaio BOEF. Os resultados dos ensaios evidenciaram que o desempenho de cura aumenta com as temperaturas de aquecimento (60°C, 80°C e 100°C) e, no geral, verificou-se que as vigas de

mistura asfáltica conservavam, ainda, pelo menos metade da resistência à fratura original após seis ciclos de consolidação da fratura.

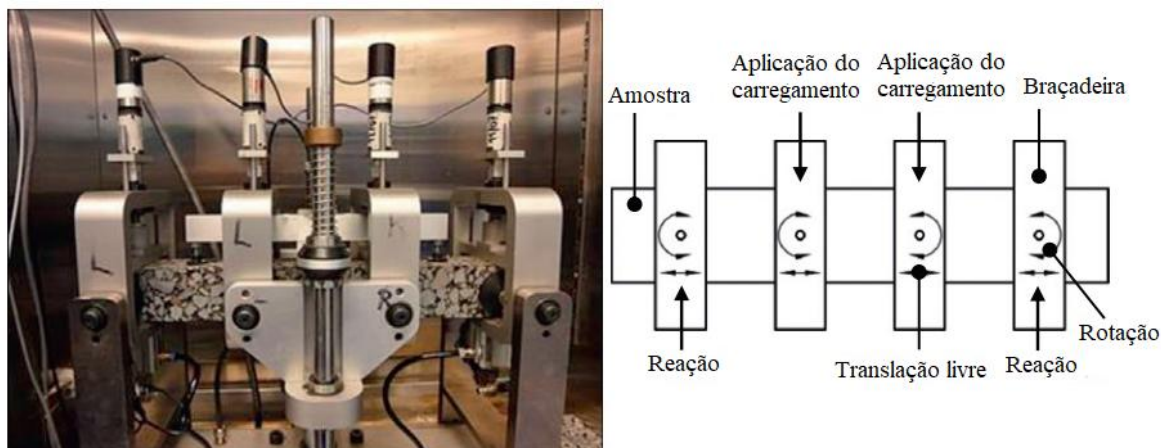
Su *et al.* (2015) propuseram um método de BOEF modificado para analisar a autocura de misturas asfálticas com adição de microcápsulas. As microcápsulas foram confeccionadas em diferentes tamanhos médios. Como o comportamento de autocura varia de acordo com o tamanho da trinca, os testes foram realizados em amostras com diferentes níveis de *Crack Opening Displacement* - Deslocamento de Abertura de Trinca (COD). Verificou-se que a viga ensaiada fletiu durante o início da propagação da trinca (COD entre 0,2 e 0,4 mm) e, quando o tamanho médio das microcápsulas não era inferior a 15 μm , a amostra curada podia ser recuperada para a sua condição original devido ao fornecimento suficiente de rejuvenescedor nas microcápsulas. Foi possível constatar também que a amostra de ligante asfáltico pôde recuperar seus valores de carga originais após a cura em tempo e temperatura adequados devido à cura viscosa.

Su *et al.* (2019) projetaram um ligante asfáltico inteligente que combinasse as funções anti-gelo e autocura usando microcápsulas eletrotérmicas de grafeno contendo rejuvenescedor oleoso. A eficiência de autocura das amostras de ligante asfáltico foi avaliada por meio do ensaio BOEF. Por meio dos resultados, os autores verificaram que, com o efeito da conversão de energia eletrotérmica, as amostras de ligante asfáltico mantiveram uma maior eficiência de autocura após cinco ciclos de cura sob baixa temperatura (0°C).

2.2.3.3. Teste de flexão em quatro pontos

A resistência à fadiga por flexão de quatro pontos – *4 Point Bending* (4PB) das vigas foi primeiro estudada por Liu *et al.* (2012). Os autores avaliaram os efeitos do aquecimento por indução em amostras de mistura asfáltica porosa com adição de lã de aço. A taxa de extensão da vida de fadiga em amostras submetidas ao dano por fadiga após o aquecimento por indução foi usada para quantificar a capacidade de cura da mistura asfáltica porosa. A recuperação da rigidez após o dano e o aquecimento também foi usado como um indicador da eficiência da cura. Os autores explicam que o propósito do estudo foi obter a vida de fadiga em vigas submetidas a diferentes níveis de deformação e, posteriormente, calcular o dano no teste de cura subsequente. A configuração e esboço do ensaio podem ser vistos na Figura 13. O ensaio ocorreu a uma temperatura de 20°C, com uma frequência de 8Hz. A rigidez de flexão inicial foi calculada a partir da força medida e deslocamento após o centésimo ciclo ($n = 100$) de acordo com as Equações 7, 8 e 9:

Figura 13: Configuração e esboço do ensaio 4PB.



Fonte: Adaptado de Liu *et al.* (2012).

$$\varepsilon = \frac{12\delta h \times 10^6}{3G_0^2 - 4G_i^2} \quad (7)$$

$$\sigma = \frac{G_0 P}{Wh^2} \quad (8)$$

$$S = \frac{1000 \times \sigma}{\varepsilon} \quad (9)$$

Onde ε é a máxima microdeformação aplicada na viga, δ é a deflexão de pico no centro da viga, h é o comprimento médio da viga (mm), G_0 é o comprimento do medidor externo (355,5 mm), G_i é o comprimento do medidor interno (118,5 mm), σ é a máxima tensão de tração, P é a força de pico (kN), W é a espessura média da viga e S é a rigidez de flexão da viga (MPa).

Dá-se prosseguimento ao ensaio de fadiga até que a rigidez de flexão reduza até a metade do seu valor inicial. Após submeter a viga ensaiada a 6 níveis de deformação (150, 200, 250, 300, 350 e 400 $\mu\text{m/m}$) de um carregamento senoidal, a vida de fadiga da viga é determinada por meio da Equação 10:

$$N_f = a\varepsilon^{-b} \quad (10)$$

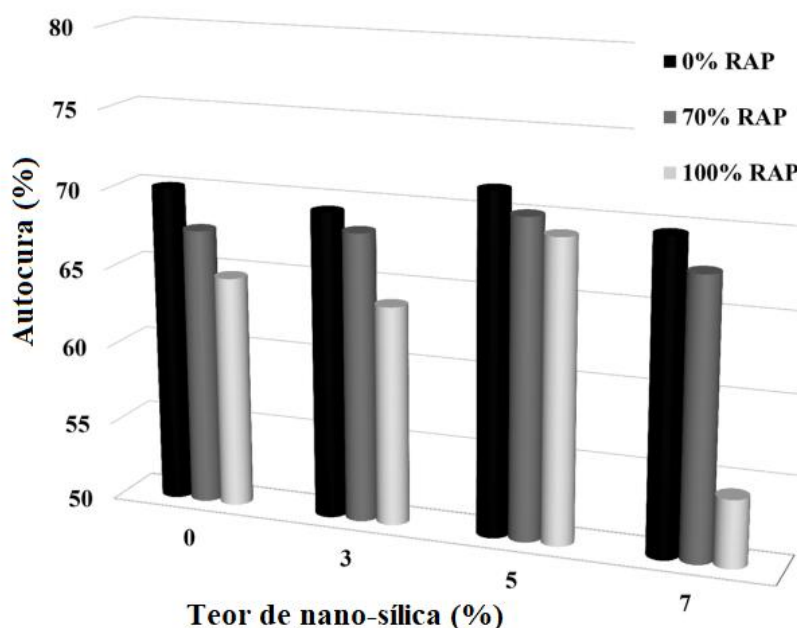
Onde N_f é o número de ciclos de carregamento até a fadiga, ε é a amplitude de microdeformação, a e b são constantes de fadiga.

Com o valor de N_f determinado, Li *et al.* (2020) explicam que o IC pode ser determinado por meio da razão do N_f da amostra antes e depois do processo de cura.

No ensaio 4PB a deformação e o grau de dano da amostra podem ser efetivamente controlados, possibilitando a ocorrência de pequenas deformações e microfissuras. Dessa forma, o ensaio 4PB é reconhecido como um método eficaz na investigação do desempenho da cura (Khiavi e Rasouli, 2018; Tabaković *et al.*, 2017).

Baldroodi *et al.* (2020) investigaram o desempenho à fadiga de misturas asfálticas a quente modificadas com 0%, 3%, 5% e 7% de nano-sílica contendo RAP - *Recycled Asphalt Pavement* (pavimento asfáltico reciclado) com propriedades autocuráveis. Para simular o envelhecimento nas amostras, 0%, 70% e 100% em peso do RAP foram usados para preparar vigas de ensaio 4PB. Os resultados indicaram que, para todas as porcentagens de RAP, as amostras com 5% de nano-sílica evidenciaram a maior taxa de autocura, como pode ser visto na Figura 14.

Figura 14: Comparação entre a taxa de autocura de misturas asfálticas com e sem RAP e nano-sílica sob constante deformação de 800 μm .



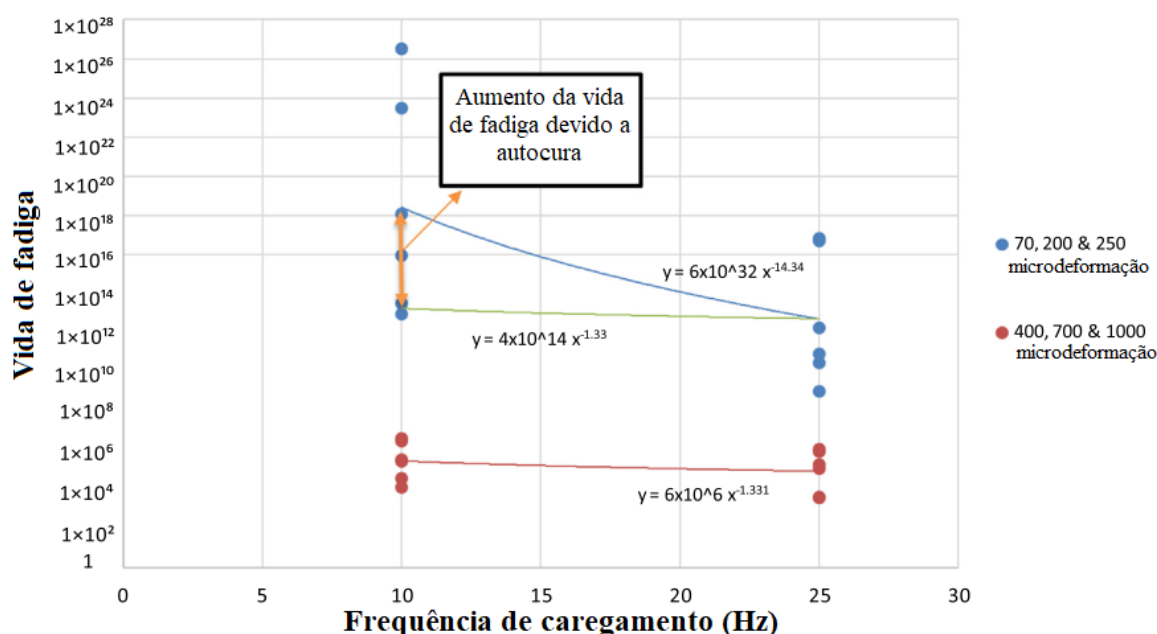
Fonte: Adaptado de Baldroodi *et al.* (2020)

A adição de nano-sílica pode melhorar consideravelmente o comportamento de autocura de misturas asfálticas. Além disso, as amostras curadas evidenciaram uma significativa rigidez à flexão.

Khiavi e Rasouli (2018) utilizaram um novo método para determinar o efeito de autocura de misturas asfálticas em laboratório por meio do ensaio 4PB realizado em níveis baixos de deformação. A metodologia consistiu em plotar num gráfico de escala semi-

logarítmica para níveis de deformação baixa a vida de fadiga versus frequência de carregamento, desenhar uma linha paralela à linha de tendência de deformação normal a partir do final da linha de tendência de baixa deformação (correspondente a 25 Hz) e calcular a diferença entre a nova linha paralela e a linha de tendência de baixa deformação na frequência de carregamento de 10 Hz. Assim, o fator de cura é definido como a diferença entre os logaritmos da nova vida à fadiga e a obtida no teste, conforme exemplificado na Figura 15. Com base nos resultados, os fatores de autocura variam entre 2,51 e 9,45 e aumentam com a redução do nível de deformação do teste de fadiga de 4PB.

Figura 15: Gráfico da vida de fadiga versus frequência de carregamento das misturas asfálticas.



Fonte: Adaptado de Khiavi e Rasouli (2018).

Lv *et al.* (2017) estudaram o efeito de diferentes modificadores e seus teores na capacidade de autocura do ligante asfáltico. Esse estudo foi conduzido por meio do ensaio BBS e, posteriormente, confirmado pelo ensaio 4PB. De acordo com os resultados obtidos por meio do 4PB, verificou-se que as amostras preparadas com 4,5% de SBS evidenciaram o melhor desempenho em termos de vida à fadiga e potencial de cura com valores de IC variando entre 49,03% e 50,33%.

Zhang *et al.* (2020) verificaram o efeito da nano montmorilonita em diferentes graus de dano nas múltiplas propriedades de autocura da mistura asfáltica por meio do ensaio SCB. A vida à fadiga da mistura asfáltica foi avaliada por meio do ensaio 4PB. Os resultados evidenciaram que, no início da propagação da microfissura, o IC do ligante modificado com

SBS com adição de montmorilonita (MMT) pode chegar a 40%. Com o aumento do grau de dano, o índice de cura diminui gradativamente, e a diferença de valor do IC diminui. Portanto, a MMT pode melhorar a resistência à fadiga e a capacidade de autocura da mistura asfáltica, especialmente quando o grau de dano é pequeno.

2.2.3.4. Teste SCB

O ensaio SCB tem sido adotado devido ao seu processo simples de preparação do corpo de prova e, em comparação com o 3PB, sua configuração de teste se mostra mais benéfica, uma vez que no 3PB uma grande viga de mistura asfáltica é preparada como corpo de prova, tornando-o um procedimento mais caro. Li *et al.* (2020) ainda acrescentam que o SCB demonstra boa conformidade com a situação mecânica real do pavimento asfáltico. Fan *et al.* (2023) explicam que isso se deve ao fato de, no período de realização do ensaio SCB, a tensão no corpo de prova ser muito próxima às tensões encontradas no pavimento real.

O ensaio SCB foi adotado inicialmente na mecânica das rochas (AYATOLLAHI e ALIHA, 2004; CHONG e KURUPPU, 1984). Krans *et al.* (1996) aplicaram pela primeira vez o ensaio SCB a misturas asfálticas com o intuito de avaliar seu desempenho à fadiga. Desse modo, na segunda metade da década de 1990, o ensaio SCB foi utilizado basicamente para estudar a resistência à fratura de misturas asfálticas.

A adoção de testes laboratoriais que estimam a resistência até a ruptura de misturas, antes e após a autocura, permite investigar a capacidade de cura e comparar a eficácia das técnicas ou aditivos adotados para potencializar essa característica. No entanto, não é possível estabelecer com clareza o efeito na extensão da vida útil ou na progressão da deterioração e fissuração do pavimento (NALBADIAN e GONZÁLEZ, 2021).

A mecânica da fratura analisa a geração e propagação das fissuras. Para delinear o comportamento de fissuração dos materiais, alguns parâmetros considerados críticos são mensurados experimentalmente. A resistência à fratura (J_c) tem sido utilizada por vários autores para estudar a propagação da trinca por fadiga em misturas asfálticas, uma vez que esse parâmetro tem se mostrado eficaz para descrever o comportamento da fissura (MULL *et al.*, 2002; MULL *et al.*, 2005; ZHU e JOYCE, 2012; MOHAMMAD *et al.*, 2012; KIM *et al.*, 2012; TANG, 2014; WEST *et al.*, 2017).

Desse modo, Nalbadian e González (2021) constataram que o J_c é um parâmetro adequado para descrever o comportamento de fissuração de misturas asfálticas, fazendo com que o índice de cura calculado a partir do J_c seja uma boa ferramenta para avaliar o

desempenho das técnicas de autocura e seu efeito na resistência a fissuração do pavimento resistência.

O ensaio SCB monotônico tem sido largamente utilizado para avaliar as técnicas de melhoramento da autocura na capacidade de cicatrização de misturas asfálticas (NORAMBUENA-CONTRERAS e GARCIA, 2016; NORAMBUENA-CONTRERAS e GONZALEZ-TORRE, 2017; GONZÁLEZ *et al.*, 2018a; GONZÁLEZ *et al.*, 2018b; PHAN *et al.*, 2018; NORAMBUENA-CONTRERAS *et al.*, 2018; GONZÁLEZ *et al.*, 2019; XU *et al.*, 2020; VO *et al.*, 2020; ZHU *et al.*, 2020;). A partir dos resultados desse ensaio, pesquisadores calculam o IC para as misturas asfálticas por meio da Equação 11:

$$IC_{SCBFi} = \frac{F_{maxSCBi}}{F_{maxSCB0}} \times 100\% \quad (11)$$

Onde $F_{maxSCB0}$ é a carga de pico alcançada em amostras não danificadas e $F_{maxSCBi}$ é a carga de pico alcançadas em amostras danificadas após o i-ésimo ciclo de cura.

Fan *et al.* (2018) propuseram outros dois IC relacionados à energia de fratura (U) e Jc por ser o parâmetro mais adequado para modelar a fissuração em misturas asfálticas devido à sua natureza viscoelastoplástica. Os autores propõem o índice de cicatrização IC_{SCBUi} por meio da Equação 12:

$$IC_{SCBUi} = \frac{U_i}{U_0} \times 100\% \quad (12)$$

Onde IC_{SCBUi} é o índice de consolidação relacionado à energia de fratura, U_0 é a energia de fratura inicial e U_i é a energia de fratura após o i-ésimo ciclo de consolidação, sendo a energia de fratura a área sob a curva força-deslocamento. O outro índice está associado ao valor crítico de Jc e é obtido por meio da Equação 13:

$$IC_{SCBJci} = \frac{Jc_i}{Jc_0} \times 100\% \quad (13)$$

Onde IC_{SCBJci} é o índice de cura relacionado ao valor crítico do Jc, Jc_0 é o valor crítico do Jc da amostra de teste na condição inicial e Jc_i , na amostra de teste após o i-ésimo ciclo de cura.

Fan *et al.* (2023) acrescentam que, no ensaio SCB monotônico, além do J_c , e da U , outros índices comuns de avaliação são a tenacidade à fratura (KIC), Rigidez e índice de flexibilidade (IF). A pesquisa mostra que o índice de flexibilidade tem correlação positiva com a velocidade de fissuração. Por este motivo, o índice foi adotado pelo Departamento de Transportes de Illinois.

De acordo com diferentes objetivos de pesquisa, o ensaio SCB pode ser dividido em ensaio SCB monotônico sob carga de deslocamento e ensaio SCB dinâmico sob carga cíclica. Atualmente, os resultados da pesquisa de SCB monotônico são relativamente ricos, contudo, não existem padrões que especifiquem os parâmetros de índices e métodos de ensaio para o SCB dinâmico, conseqüentemente um número menor de pesquisas são encontradas em relação ao SCB monotônico dessa forma os pesquisadores precisam determinar os métodos e parâmetros de ensaio de acordo com suas reais necessidades. Entretanto, o ensaio SCB dinâmico possui uma vantagem em relação ao ensaio SCB monotônico na avaliação da falha por fadiga, o SCB dinâmico cria condições de falha por fadiga mais próximas às condições de falha por fadiga do pavimento real (FAN *et al.*, 2023).

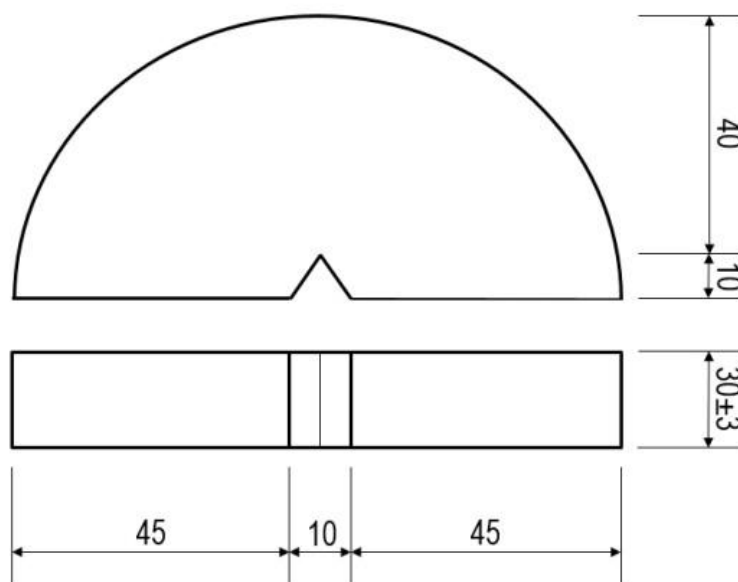
Jwaida *et al.* (2024) explicam que o SCB dinâmico consiste numa técnica para determinar a resistência à fadiga aplicando carga cíclica em temperaturas e taxas reguladas em corpos de prova semicirculares de misturas asfálticas. Segundo Fan *et al.* (2023), diferente dos testes SCB monotônicos, as principais variáveis do ensaio SCB dinâmicos são faixa de carregamento, frequência de carregamento, forma de onda de carregamento, etc., e a caracterização da autocura é principalmente devido a vida à fadiga, taxa de crescimento de fissura, etc.

Os pesquisadores podem ajustar com flexibilidade as dimensões geométricas e os parâmetros de ensaio das amostras semicilíndricas. Segundo Tabakovic *et al.* (2017) o corte do ensaio SCB é realizado em três etapas:

1. Os corpos de prova são cortados em três partes iguais de 30 ± 3 mm, usando uma lâmina de serra;
2. Essas amostras são cortadas de modo transversal ao diâmetro para a obtenção de corpos de prova semicirculares. A espessura da peça é ajustada para 20 ± 2 mm para facilitar a propagação da trinca, criando uma melhor visibilidade e acelerando o processo de cicatrização;

- Um entalhe triangular de 10 ± 2 mm de comprimento e altura é criado na parte inferior da amostra. Por meio da Figura 16 é possível verificar um diagrama esquemático de um corpo de prova de SCB.

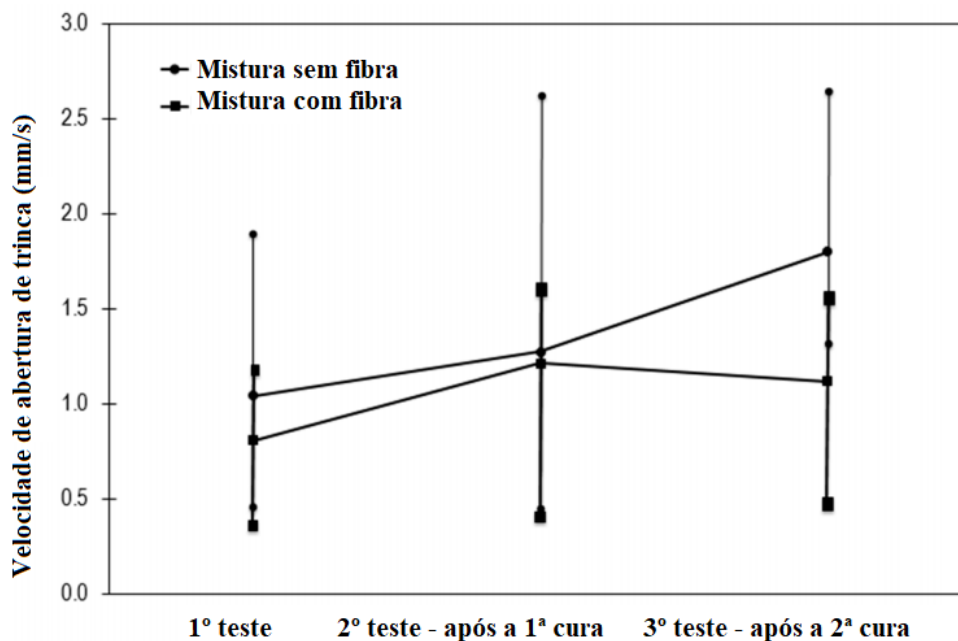
Figura 16: Diagrama esquemático de um corpo de prova de SCB.



Fonte: Tabakovic *et al.* (2017).

Tabaković *et al.* (2017) usaram o ensaio SCB monotônico para estudar o potencial de cura em amostras de mistura asfáltica porosa com adição de fibras de alginato de cálcio. A propriedade de autocura do corpo de prova SCB foi avaliada por meio da velocidade de abertura da trinca, energia de fratura e tenacidade à fratura. Por meio dos resultados foi possível constatar que as amostras com adição de fibras de alginato de cálcio evidenciaram retardo no processo de abertura da trinca em comparação com a amostra sem fibra, isso se deve ao rejuvenescimento e amolecimento do ligante envelhecido causado pela liberação do rejuvenescedor na mistura asfáltica. O comportamento da velocidade de abertura de trinca para os dois tipos de amostra pode ser observado na Figura 17.

Figura 17: Velocidade de abertura da trinca.

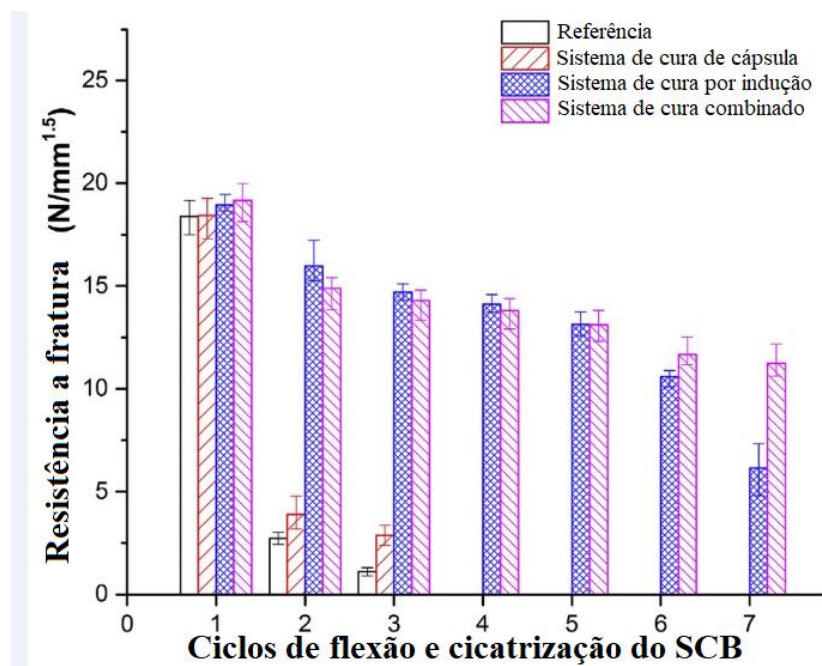


Fonte: Adaptado de Tabakovic *et al.* (2017).

Xu *et al.* (2019) adicionaram cápsulas de alginato de cálcio em misturas de asfalto poroso e realizaram três testes de SCB monotônico na temperatura de 0°C seguidos do processo de cura a 23°C por 20 horas na mesma amostra. A eficiência de cura da fissura da amostra foi avaliada por meio da carga de pico medida em cada teste. Por meio dos resultados foi possível verificar que as cápsulas de alginato de cálcio contribuíram para a melhoria da eficiência de cura da mistura asfáltica porosa, uma vez que, nas amostras envelhecidas, a adição de cápsulas proporcionou índice de cura de 40%, muito superior às amostras sem cápsulas (4%).

Em 2020, Xu *et al.* (2020) analisaram o efeito da sinergia entre duas tecnologias de cura, uso de rejuvenescedor encapsulado e o aquecimento por indução, em amostras de mistura asfáltica porosa e investigou a eficiência da cura do sistema combinado e de cada tecnologia isolada. A resistência à fissuração e eficiência de cura destes sistemas foi investigada por meio dos resultados obtidos no ensaio SCB monotônico. Os resultados indicaram que o sistema de cura combinado demonstrou uma perspectiva de extensão de vida mais longa em relação aos outros sistemas de cura isolados, conforme Figura 18.

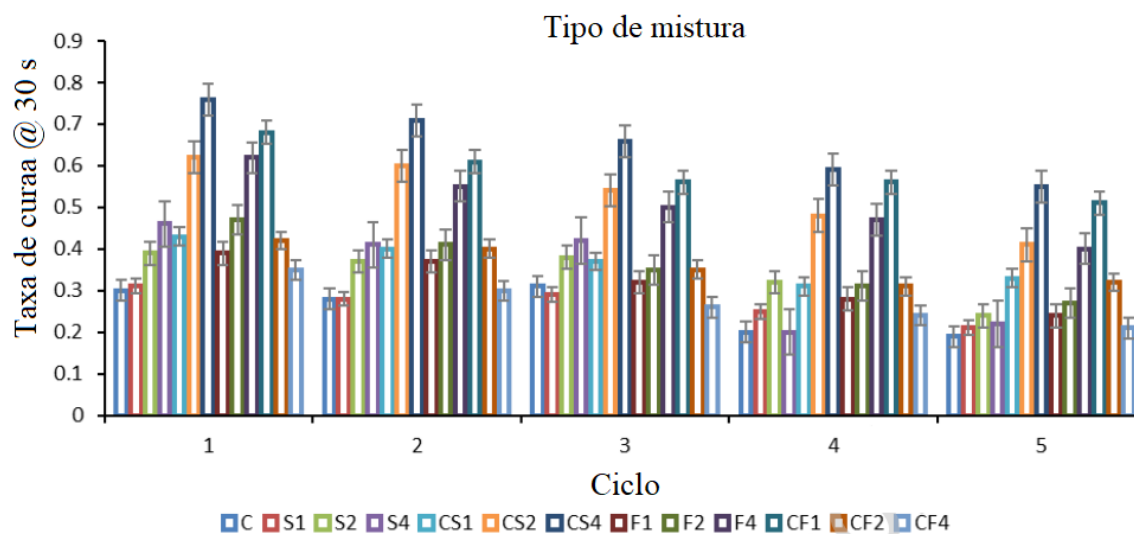
Figura 18: Análise dos resultados de diferentes sistemas obtidos por meio do ensaio de SCB.



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

Fakhri *et al.* (2020) avaliaram os efeitos de aditivos de sucata metálica nas propriedades mecânicas e na autocura de misturas asfálticas submetidas a aquecimento por micro-ondas. O potencial de autocura das amostras de mistura asfáltica foi avaliado por meio do ensaio SCB monotônico. Três tipos de sucata de metal foram usados nessa pesquisa e treze diferentes tipos de misturas asfálticas foram preparadas, uma amostra de controle sem aparas de aço e sem carga de escória de cobre (C); três misturas com aparas de aço, mas sem carga de escória (S); três misturas com fibras de aço de pneus recicladas sem carga de escória (F); três misturas com aparas de aço e carga de escória (CS); três misturas com fibras recicladas de pneus e carga de escória (CF). Os resultados indicaram que a adição de escória de cobre ou aparas de aço a mistura asfáltica em pequenas quantidades (inferior a 2%) pode melhorar a taxa de autocura e o tempo de aquecimento da mistura, como pode ser visto na Figura 19.

Figura 19: Taxa de cura das amostras 30 segundos após o aquecimento por micro-ondas.



Fonte: Adaptado de Fakhri *et al.* 2020.

Lou *et al.* (2020) avaliaram a autocura de misturas asfálticas submetidas a aquecimento por radiação de micro-ondas com adição de resíduos metálicos. O desempenho de autocura das misturas foi avaliado por meio de testes de cura de fissuras com o SCB monotônico. Os autores verificaram que as amostras de referência (compostas por calcário) mostraram desempenho de cura insatisfatório devido à falta de materiais para absorver e conduzir energia de aquecimento. Por outro lado, a eficiência de autocura das amostras com adição de resíduos metálicos foi aproximadamente duas vezes maior que a das amostras de referência.

Kargari *et al.* (2022) adicionaram cápsulas de alginato de cálcio com óleo de palma como rejuvenescedor em misturas asfálticas e investigaram o potencial de autocura por meio do ensaio SCB monotônico. Misturas asfálticas com adição de cápsulas foram preparadas em condições normais e envelhecidas a longo prazo. O ensaio SCB foi adotado para investigar as propriedades de autocura das misturas asfálticas envelhecidas e não envelhecidas com e sem cápsulas com variação do período de repouso. Os resultados evidenciaram que, usando cápsulas de óleo de palma, o IC obtido da cura por micro-ondas de misturas asfálticas envelhecidas e não envelhecidas pode ser aumentado em 32% e 7%, respectivamente. Portanto, o uso de cápsulas de óleo de palma contribuiu para o aumento da capacidade de autocura das misturas asfálticas envelhecidas e não envelhecidas.

Atakan e Yildiz (2024) estudaram a autocura da mistura asfáltica por meio do dano ocasionado no agregado. Para tanto, o ensaio de SCB monotônico foi adotado em diferentes

temperaturas (-20, -10, 0, 10 e 20 °C) com o intuito de criar várias situações de dano ao agregado. Em seguida, as superfícies de fratura das amostras foram fotografadas e as porcentagens dos tipos de dano (agregados adesivos, coesivos e quebrados) foram obtidas por meio de técnicas de Correlação de Imagem Digital (DIC). Após o período de cura a uma temperatura constante de 55 °C, o ensaio SCB foi realizado novamente para mensurar a capacidade de cura das amostras e, em seguida, as superfícies de fratura foram fotografadas novamente.

Os autores verificaram que danos adesivos entre agregados têm uma correlação negativa com temperaturas de ruptura nos valores de $R=-0,67$ e $R=-0,56$, enquanto danos coesivos têm uma correlação positiva com a temperatura de ruptura no valor de $R=0,67$ e concluíram que, em altas temperaturas, o ligante asfáltico amolece, levando a uma fratura com mais danos coesivos. Enquanto que, em baixas temperaturas, o ligante sólido tem menos probabilidade de quebrar, em vez disso, o agregado quebra ou o ligante se descola do agregado. Isso significa que baixas temperaturas levam a mais danos adesivos e menos danos coesivos.

Os autores também verificaram que as temperaturas de ruptura e níveis de cura têm uma correlação negativa de $R = -0,62$. Isso pode ser atribuído ao fato do desempenho de amostras fraturadas em baixas temperaturas ser melhor em comparação com fraturas originadas em altas temperaturas. Os autores explicam que isso ocorre porque as fraturas quebradiças eram tão perfeitas que, quando os pedaços quebrados eram colocados juntos, eles se encaixavam perfeitamente, proporcionando um melhor contato durante a cura.

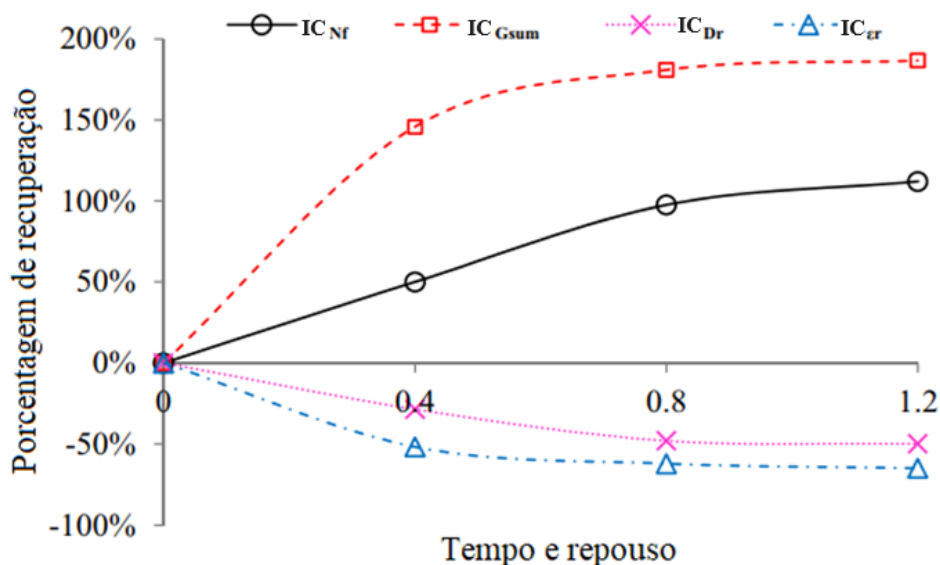
Afridi e Khattak (2024) estudaram a viabilidade da utilização de fibras de Álcool Polivinílico (PVA) na cura de misturas asfálticas. Para tanto ensaio SCB monotônico foi utilizado com diferentes intervalos de cura e temperaturas por vários ciclos de carga. Os autores concluíram que a adição de fibras de PVA na mistura asfáltica pode contribuir para o aumento da resistência à fratura, rigidez e índices de cura. Uma dosagem ótima de 0,3% conferiu melhoria de quatro vezes no IC em relação a mistura asfáltica de referência, indicando cura em níveis macro, meso e micro.

O ensaio SCB dinâmico tem sido largamente utilizado para avaliar as propriedades de fadiga em misturas asfálticas, porém Jiang *et al.* (2019) propuseram uma modificação na metodologia desse ensaio com a finalidade de avaliar também o potencial de autocura adicionando um certo período de repouso em cada sequência de carregamento cíclico e diferentes profundidades do entalhe.

Os autores conduziram as investigações em amostras de mistura graduada densa e amostras de matriz de pedra asfáltica - *Stone Matrix Asphalt* (SMA), também utilizaram três tipos de ligante, dois modificados com Estireno-Butadieno-Estireno - *Styrene-Butadiene-Styrene* (SBS) e um ligante puro, no total, quatro tipos de misturas foram avaliadas. O tempo de repouso (0s, 0,4s, 0,8s e 1,2s) e a profundidade do entalhe (0, 15mm e 25mm) foram variados.

Os resultados dos ensaios mostraram que a amplitude de variação do índice de cura de 0 a 0,8s é muito maior do que de 0,8s a 1,2s, como pode ser visto na Figura 15. Dessa forma, conclui-se que a maior parte da recuperação do desempenho ocorre no período de descanso de 0,8s. O índice de cura foi obtido a partir da obtenção de 4 parâmetros, vida de fadiga, energia total dissipada, taxa de crescimento médio de deformação e taxa de tensão média de tração. Os autores verificaram que o índice de cura baseado na vida de fadiga da amostra de SMA com ligante modificado com SBS (PG 76-22) é mais de 10 vezes maior que a amostra de SMA com ligante puro. De modo semelhante, os autores observaram que o índice de cura calculado a partir da energia total dissipada apresentou um incremento expressivo, passando de 23,9% na mistura SMA com ligante puro para 181% na mistura SMA com ligante modificado com SBS (PG 76-22). Portanto, é possível concluir que as amostras de mistura asfáltica com ligante modificado demonstraram melhor desempenho quanto à fadiga e autocura e as amostras de SMA apresentaram potencial de cura muito melhor do que as amostras de mistura graduada densa (Figura 20).

Figura 20: Índices de cura obtidos sob diferentes períodos de repouso.



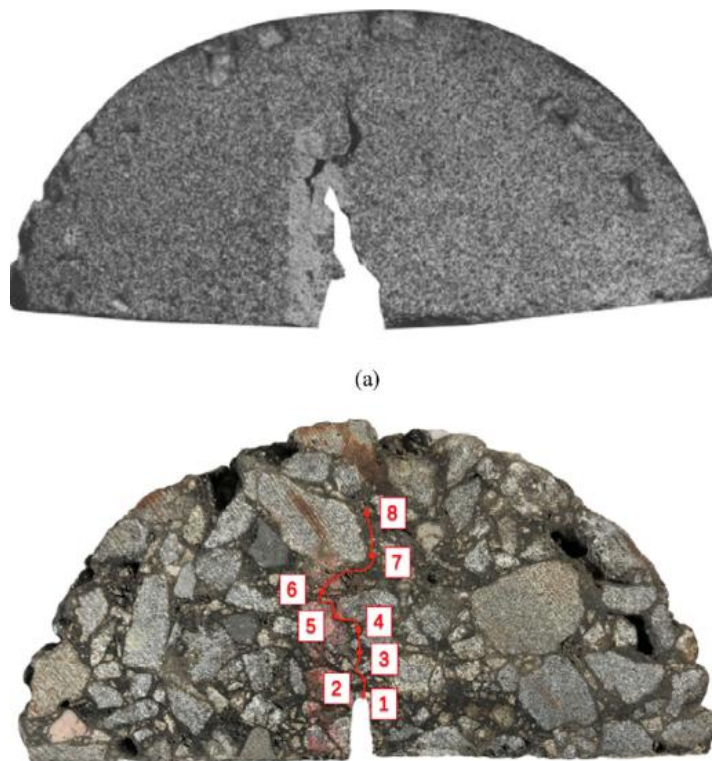
Fonte: Adaptado de Jiang *et al.* (2019).

Zhu *et al.* (2020) realizaram ensaios de SCB dinâmico e SCB monotônico para estudar as influências do tempo de aquecimento por micro-ondas e do tempo de cura na autocura de misturas asfálticas com 5% de ferrita e sem ferrita. Parâmetros como tempo de início de fissura, taxa de propagação da fissura e deformação horizontal foram avaliados por meio de DIC, técnica amplamente aplicada para essa finalidade por ser capaz de mensurar diretamente o campo de deslocamento e o campo de deformação de um objeto sob carga.

Os tempos de início de fissura das amostras com e sem ferrita foram obtidos por meio do ensaio de SCB dinâmico. Os autores verificaram que houve influência do tempo de cura no tempo de início de fissura da amostra ensaiada após a cura. O tempo de início de fissura da amostra com ferrita curada por 15 h foi 16,7% maior que a da amostra curada por 5 h. Enquanto que o tempo de início de fissura da amostra sem ferrita curada por 15 h foi 15,7% maior do que a da amostra curada por 5 h.

As condições de propagação de trincas das amostras com e sem ferrita foram obtidas por meio do ensaio SCB monotônico. Foi observado que, conforme o tempo de cura aumentou, a taxa de propagação de trincas das amostras de mistura asfáltica com 5% de ferrita diminuiu 31% em relação às amostras sem ferrita. Dessa forma, os autores constataram que a adição de ferrita pôde reduzir a propagação de trincas da mistura asfáltica. Um exemplo de amostra com propagação de trinca pode ser visualizado na Figura 21.

Figura 21: (a) imagem da conclusão da formação da fissura (b) curva do comprimento da fissura mudando com o tempo.



Fonte: Zhu *et al.* (2020).

2.3. Métodos de melhoramento da autocura

O desenvolvimento de materiais e tecnologias para melhoramento da capacidade de autocura dos materiais asfálticos tem sido interesse de muitos pesquisadores da área. Alguns dos métodos mais estudados da atualidade tem sido o aquecimento por indução, tecnologia de encapsulamento e adição de fibras às misturas asfálticas.

2.3.1. Aquecimento por indução

A habilidade de autocura dos materiais asfálticos está amplamente relacionada a temperatura e ao tempo de repouso. Contudo, segundo Ayar *et al.* (2016) o processo de cura é muito lento em temperatura ambiente necessitando de um período muito longo de descanso ou reforço externo. O aquecimento por indução tem se mostrado um método muito eficiente por aumentar a capacidade de cura dos materiais asfálticos, prolongando sua vida útil. Estudos como os de Garcia (2012), Garcia *et al.* (2015), Tang *et al.* (2016), Liu *et al.* (2012) indicam aquecer o pavimento a uma temperatura adequada (geralmente a 40 ~ 85 °C) para que o ligante asfáltico flua lentamente por longos períodos de tempo. Desse modo, ao

encontrar uma fissura em desenvolvimento, esse ligante asfáltico penetra na face da fissura por capilaridade.

Entretanto, a limitação desse método consiste no fato de o fluxo do ligante não possuir a habilidade de recuperar o estado inicial do material, pois as deformações plásticas que são geradas não podem ser recuperadas. Além disso, micro vazios são gerados dentro da zona fraturada uma vez que as moléculas de ligante asfáltico entre as faces fechadas da trinca não são suficientes para fechá-la. Sob este aspecto, Qiu (2012) e Morenonavarro *et al.* (2015) sugerem que um período de tempo maior seja adotado para atingir o equilíbrio de difusão e randomização.

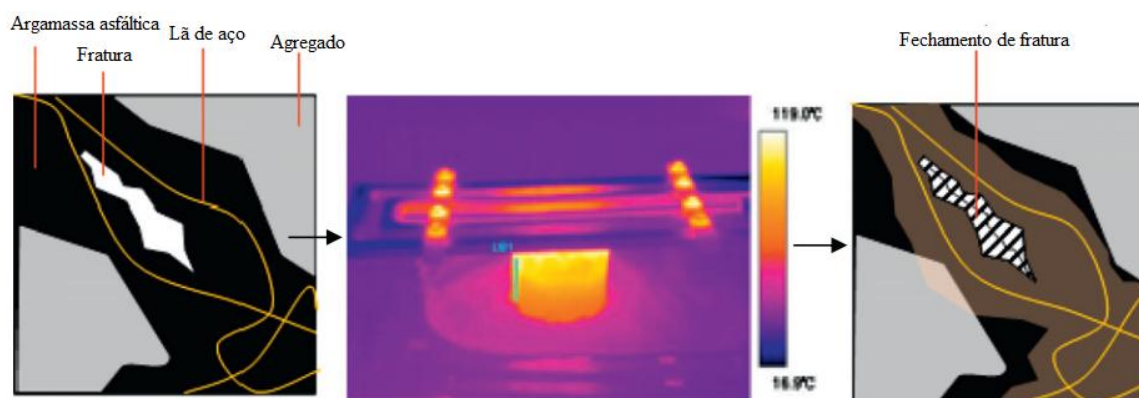
Existem dois métodos de aquecimento dos pavimentos asfálticos a granel, Aquecimento por Indução Eletromagnética (AIE) e Aquecimento por Indução por Micro-ondas (AIM). No AIE, partículas condutivas e magneticamente suscetíveis são adicionadas à mistura asfáltica (fibras de aço, partículas de aço fundido, etc.). Os campos eletromagnéticos alternados são gerados por meio de um aparelho de aquecimento por indução, influenciando as partículas condutoras a facilitar o aquecimento por indução eficazmente na mistura asfáltica.

Dai *et al.* (2013) estudaram a aplicação da metodologia de AIE em mistura asfáltica densa com 5,66% de fibra de aço em volume. Por meio dos resultados, os autores verificaram que a temperatura ideal de aquecimento por indução para mistura asfáltica foi de 100 °C, porém uma temperatura de aquecimento variando entre 60 °C e 80 °C também foi considerada aceitável, uma vez que mais de 50% da resistência foi recuperada após seis ciclos de cura da fratura.

García *et al.* (2013) também investigaram o comportamento de AIE de mistura asfáltica densa com diferentes teores de fibra de aço (2%, 4%, 6%), variando a temperatura de aquecimento entre 30°C e 130°C. Por meio dos resultados, foi possível constatar que 60% da resistência mecânica pode ser recuperada a uma temperatura de 100°C. Porém, a recuperação do ligante pode ocorrer acima de 50 °C, correspondendo, assim, à temperatura quase newtoniana do ligante asfáltico.

Liu *et al.* (2012) estudaram a capacidade de autocura da mistura asfáltica porosa reforçada com lã de aço com teor de 1,27% em peso, com representação esquemática conforme Figura 22. Por meio dos resultados foi possível verificar que o AIE aumentou a taxa de cura dos corpos de prova de mistura asfáltica porosa e a vida de fadiga foi amplamente prolongada por vários períodos de repouso do aquecimento por indução.

Figura 22: Representação esquemática do aquecimento por indução na mistura asfáltica porosa.



Fonte: Adaptado de Liu *et al.* (2012).

Em se tratando da tecnologia AIM, materiais absorvedores de micro-ondas, como pó de ferro, fibra de aço e ferrita, são incorporados às misturas asfálticas. Apostolidis *et al.* (2016) indicaram que a adição de pó de ferro e fibra de aço na mistura asfáltica podem melhorar sua capacidade de absorção de micro-ondas.

Gallego *et al.* (2013) concluíram que a adição de lã de aço a mistura asfáltica teria a habilidade de melhorar a eficiência energética fazendo com que o aquecimento por micro-ondas promovesse o processo de autocura, devido a mistura asfáltica ter atingido entre 130°C e 160°C após 120s de aquecimento usando 0,2% de lã de aço em peso.

Zhu *et al.* (2017) estudaram a eficiência da autocura em misturas asfálticas com adição de pó de ferrita, Ni-Zn. Por meio dos resultados foi possível constatar que o pó de ferrita promoveu amplamente a autocura de misturas asfálticas. Os autores também verificaram que, com 80% de pó de ferrita (em volume de pó mineral), sob cura por 3h após aquecimento a 55 °C por micro-ondas, a extensão da vida útil de 50% das misturas asfálticas pode chegar a 1,33.

O AIM tem demonstrado ser uma técnica promissora como aquecimento *in situ*, uma vez que o teor ideal de palha de aço é menor do que para o AIE. Outro ponto a se considerar é que a quantidade de eletricidade adotada pelos dispositivos AIM é muito menor do que a necessária para resultar num efeito parecido pelo AIE.

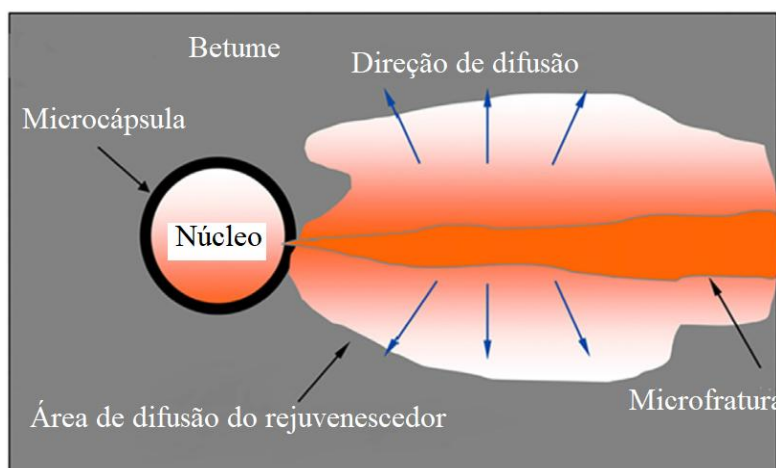
2.3.2. Tecnologia de encapsulamento

2.3.2.1 Microcápsulas

Cápsulas contendo rejuvenescedor têm sido utilizadas com sucesso em misturas asfálticas com o intuito de melhorar a capacidade de autocura desses materiais. Quando uma

microtrinca surge na mistura asfáltica, a cápsula será quebrada pela energia de fratura na ponta da trinca, o rejuvenescedor líquido-oleoso será liberado e fluirá para as microfissuras por meio da capilaridade e difusão, de acordo com o ilustrado na Figura 23. Desse modo, o ligante asfáltico que envolve a microfissura é amolecido e origina seu fechamento.

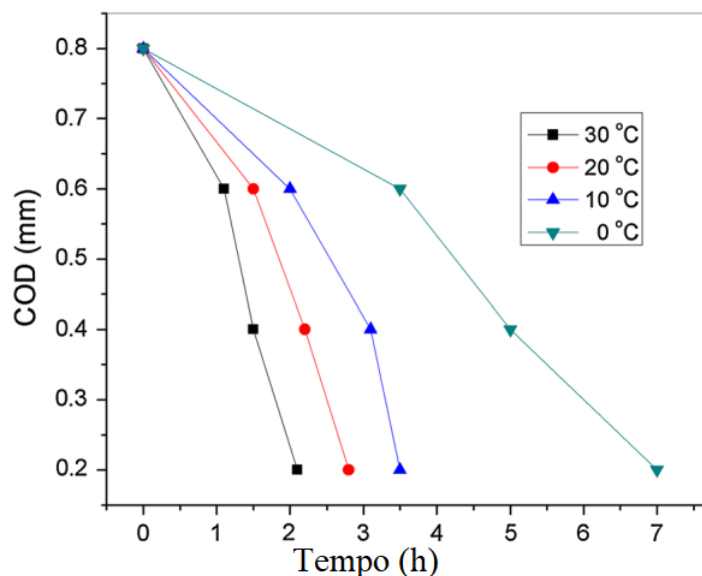
Figura 23: Ilustração do processo de difusão do rejuvenescedor microencapsulado em ligante asfáltico.



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

Em seus estudos, Su *et al.* (2015) analisaram a autocura de amostras de ligante asfáltico com adição de microcápsulas por meio do ensaio BOEF. A análise da morfologia por meio do MF comprovou que as microcápsulas podem ser quebradas por microfissuras, pois o líquido do rejuvenescedor vazou das microcápsulas e fluiu para dentro da microfissura. Os autores observaram ainda que, o tamanho das microcápsulas, a temperatura e o tempo foram considerados parâmetros que influenciam na capacidade de autocura. Por meio da Figura 24 é possível observar os valores de COD em diferentes condições de temperatura (30, 20, 10 e 0°C). Verificou-se que a amostra submetida a 30°C tem a maior velocidade de cura da fissura. Os autores ainda observaram que, quando o tamanho médio das microcápsulas não é inferior a 20 μm , a amostra curada pode ser recuperada para sua carga original devido ao rejuvenescedor suficiente ser liberado pelas microcápsulas.

Figura 24: Curvas COD-tempo de amostras de ligante sob temperaturas de cura de 0, 10, 20 e 30 C.

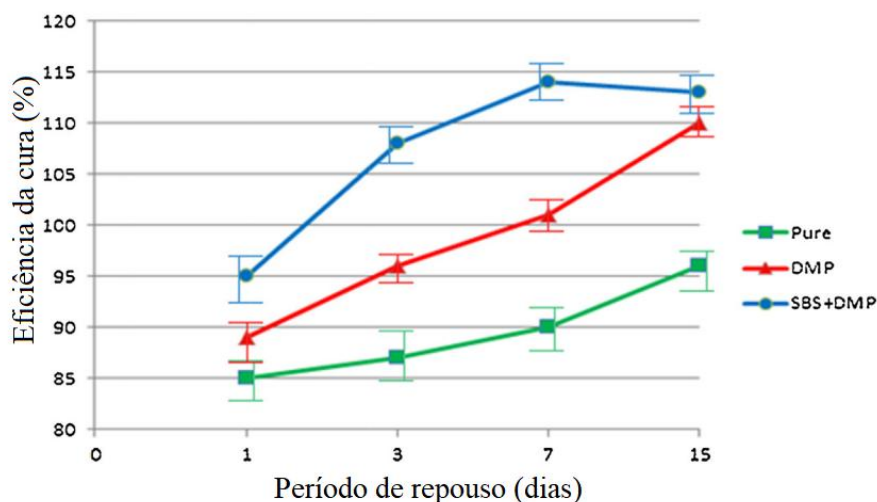


Fonte: Adaptado de Su *et al.* (2015).

Sun *et al.* (2015) confeccionaram as cápsulas por polimerização *in situ* e verificaram que a capacidade de cura aumenta em 39% se comparado com o ligante asfáltico sem cápsulas. Depois disso, Sun *et al.* (2017) aprimoraram ainda mais a tecnologia e obtiveram cápsulas melhoradas de MUF contendo rejuvenescedor. Verificou-se melhor estabilidade térmica e estabilidade à agitação mecânica das cápsulas de MUF e a eficiência de autocura aumentou 40% se comparado ao ligante puro.

Chung *et al.* (2015) confeccionaram cápsulas nas quais o dimetilfenol (DMP) ou SBS/DMP formavam o núcleo enquanto a resina de uréia/formaldeído constituía o invólucro da microcápsula. A tendência de autocura foi calculada a partir da relação entre a força nos períodos de descanso e força original. A resistência ao impacto do ligante contendo microcápsula (DMP) após sete dias de descanso restaurou 101% da força original. O ligante contendo microcápsulas (SBS/DMP), após sete dias, restaurou 114% de sua força original. A Figura 25 ilustra a capacidade autocurante do ligante contendo microcápsulas no período de repouso em diferentes situações: ligante puro, com adição de microcápsula (DMP), e com adição de microcápsula (SBS/DMP).

Figura 25: Autocura do ligante contendo microcápsulas no período de repouso em diferentes situações: ligante puro, com adição de microcápsula (DMP), e com adição de microcápsula (SBS/DMP).



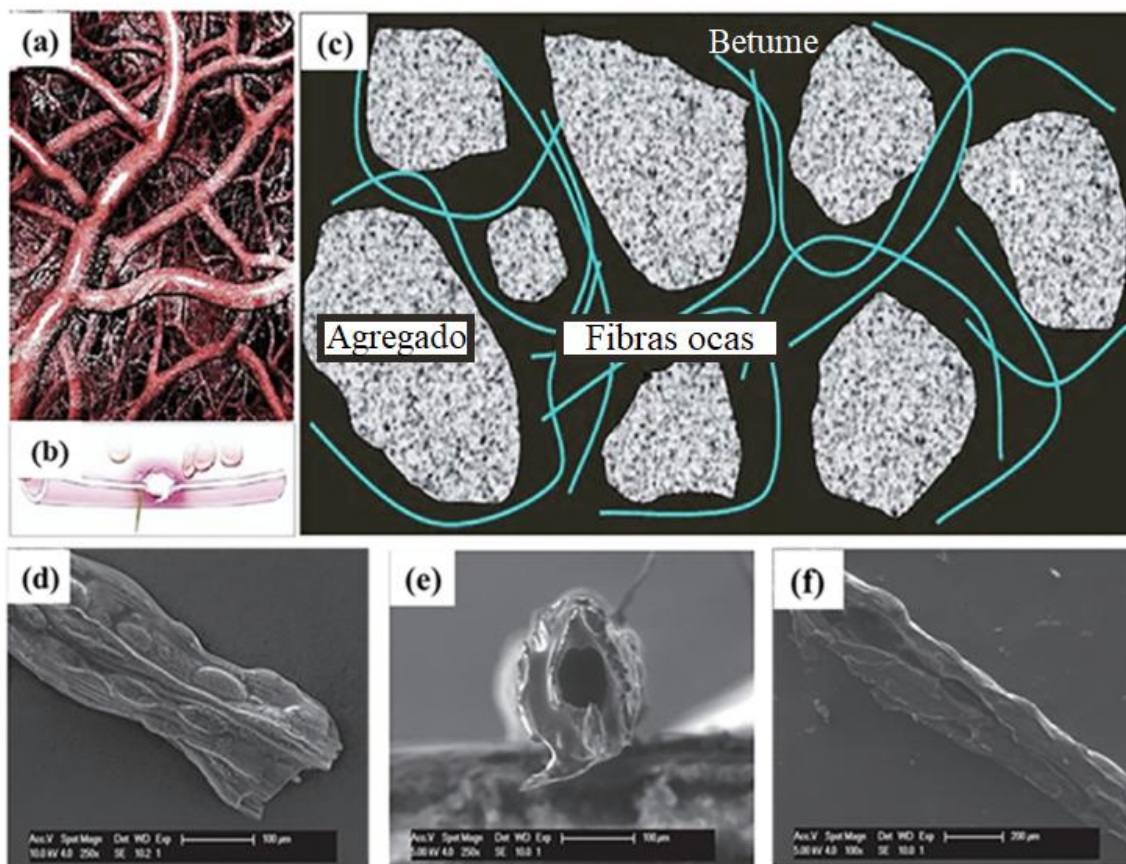
Fonte: Adaptado de Chung *et al.* (2015).

Li *et al.* (2015) confeccionaram cápsulas contendo resina de ureia-formaldeído como material de núcleo. Os resultados do estudo evidenciaram que a dosagem ótima de microcápsula para melhorar a eficiência da cura foi de 38,67%. Desse modo, os autores concluíram que as microcápsulas influenciam na autocura de trincas no pavimento asfáltico, economizando nos custos de manutenção e melhorando o desempenho do pavimento asfáltico.

2.3.2.2. Fibras encapsulando rejuvenescedor

A possibilidade de preencher fissuras das pequenas microcápsulas esféricas é limitada devido à pequena dosagem de rejuvenescedor por cápsula, contudo o uso excessivo de microcápsulas em misturas asfálticas pode afetar negativamente seu desempenho e gerar falhas prematuras no pavimento, como observaram Xu *et al.* (2018). Garcia *et al.* (2015) e Sun *et al.* (2015) acrescentaram que a adição de microcápsulas pode gerar redução da rigidez das misturas asfálticas. Dessa forma, Tabakovic *et al.* 2015 observaram que o uso de um rejuvenescedor em fibras de alginato de cálcio pode ser eficaz para superar essas limitações. Na Figura 26 é possível verificar a ilustração do ligante asfáltico autocurante usando fibras ocas capilares.

Figura 26: (a) Capilares biomiméticos; (b) ruptura de um capilar biomimético; (c) ligante autocurável usando fibras ocas contendo rejuvenescedor; (d) vista geral de uma fibra; (e) diâmetro da seção transversal da fibra; (f) seção transversal longitudinal da fibra.



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

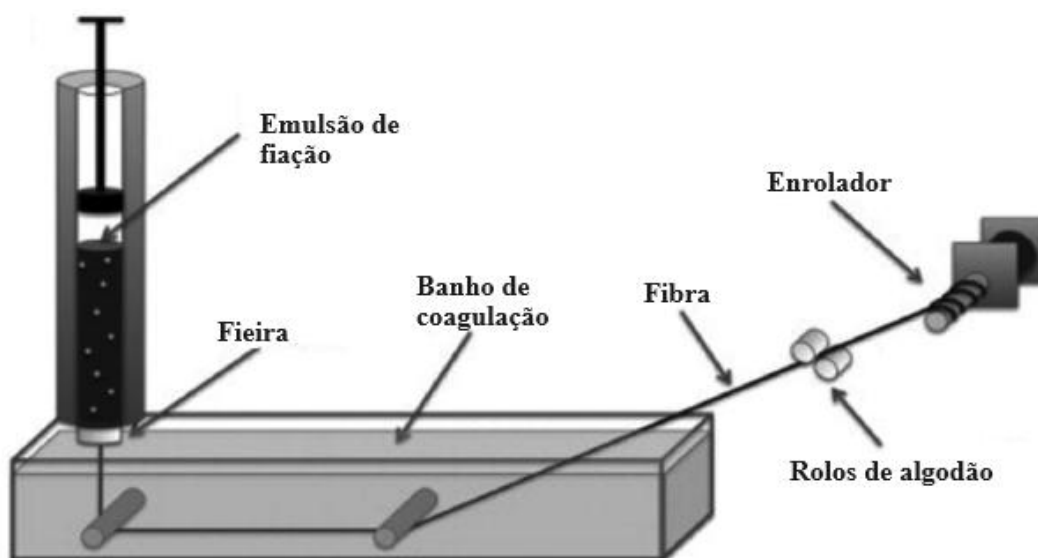
Em relação ao procedimento de produção de fibras, Kobayashi *et al.* (1987) foram os pioneiros a sintetizarem fibras de alginato de cálcio contendo glucoamilase pelo método de fiação úmida. Em seguida, vários pesquisadores confeccionaram fibras de alginato de cálcio pelo mesmo método para diferentes finalidades (KIM *et al.*, 2000; KONG *et al.*, 2009; MIRAFATAB *et al.*, 2002; MURAKAMI *et al.*, 2010; SA e KORNEV, 2011; STĘPLEWSKI *et al.*, 2006; WATTHANAPHANIT *et al.*, 2008).

Mookhoek *et al.* (2012) confeccionaram fibras de alginato de cálcio compartimentadas contendo rejuvenescedor para melhorar os sistemas de encapsulamento de rejuvenescedor existentes com a finalidade de promover autocura em materiais asfálticos por meio de um dispositivo de fiação úmida (Figura 27). Em seguida, outros pesquisadores utilizaram o método de fiação úmida na síntese de fibras de alginato de cálcio (PRAJER *et al.*, 2015; TABAKOVIC *et al.*, 2016; ZAREMOTEKHASES *et al.*, 2020).

Shu *et al.* (2018) inovaram a tecnologia de síntese de fibras e utilizaram um equipamento microfluídico (Figura 28). Outras pesquisas também utilizaram equipamento microfluídico na confecção das fibras (SHU *et al.*, 2019a; SHU *et al.*, 2019b; LI, HAO e LI, 2022), pois o método de fiação úmida é complicado e a eficiência da produção é baixa, enquanto que o método de síntese microfluídica é simples, fácil de controlar, e o rendimento é relativamente alto, como afirmam Wan *et al.* (2022).

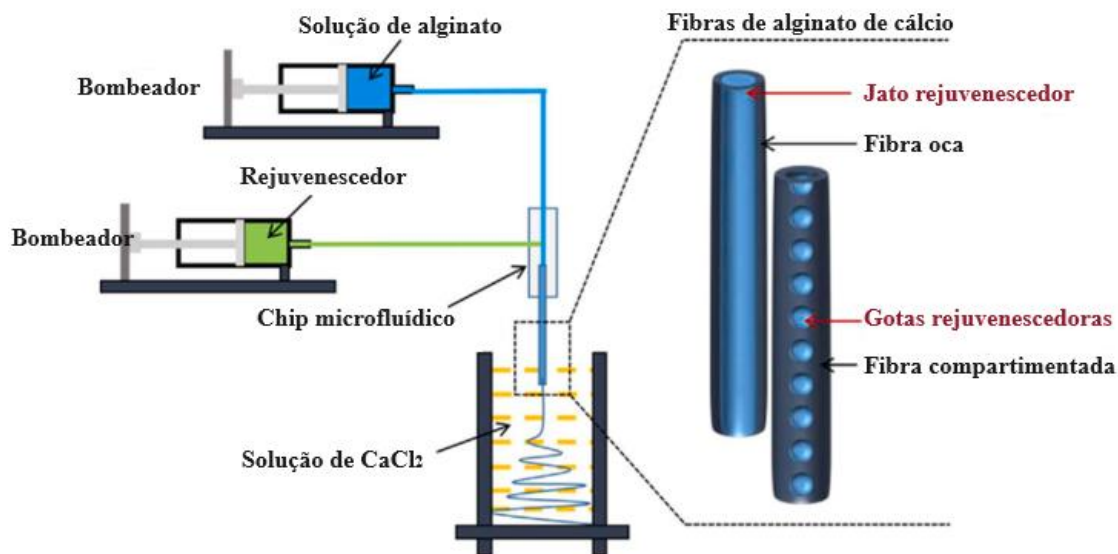
Também é possível confeccionar fibras de alginato de cálcio por meio de uma seringa de gel manual, contudo Mookhoek *et al.* (2012) esclarecem que, dessa forma, há pouco controle da taxa de extrusão e tempo de residência da fibra no banho de coagulação.

Figura 27: Esquema da linha de fiação úmida.



Fonte: Adaptado de Mookhoek *et al.* (2012).

Figura 28: Esquema de preparação de fibras de alginato de cálcio por dispositivo microfluídico.

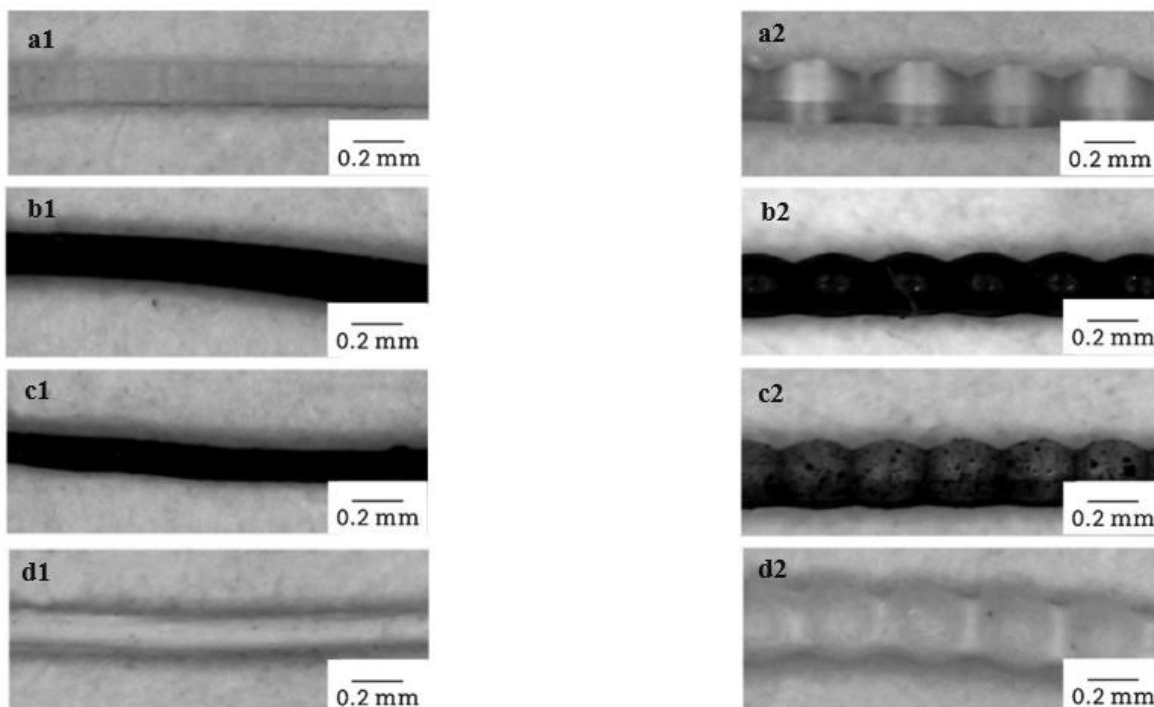


Fonte: Adaptado de Shu *et al.* (2019b).

De acordo com Wan *et al.* (2022) existe duas formas de encapsulamento de rejuvenecedor em fibras de alginato de cálcio para melhorar a autocura de materiais asfálticos: fibras compartimentadas e fibras ocas. Na fibra de alginato de cálcio compartimentada, o rejuvenecedor é armazenado aleatoriamente em forma de pequenas gotículas dentro da parede do polímero. Enquanto que na fibra oca de alginato de cálcio, o rejuvenecedor é encapsulado em forma de jato contínuo na parede do polímero. Li, Hao e Li (2022) observaram a distribuição do rejuvenecedor nos dois tipos de fibras por meio de *Optical microscope* – Microscopia ótica (MO) (Figura 29).

He *et al.* (2024) esclarecem que as fibras ocas podem acomodar uma maior quantidade de rejuvenecedor de uma só vez e tem uma capacidade de cura mais forte em relação as fibras compartimentadas, portanto o uso de fibras ocas é uma tecnologia de autocura promissora em materiais asfálticos.

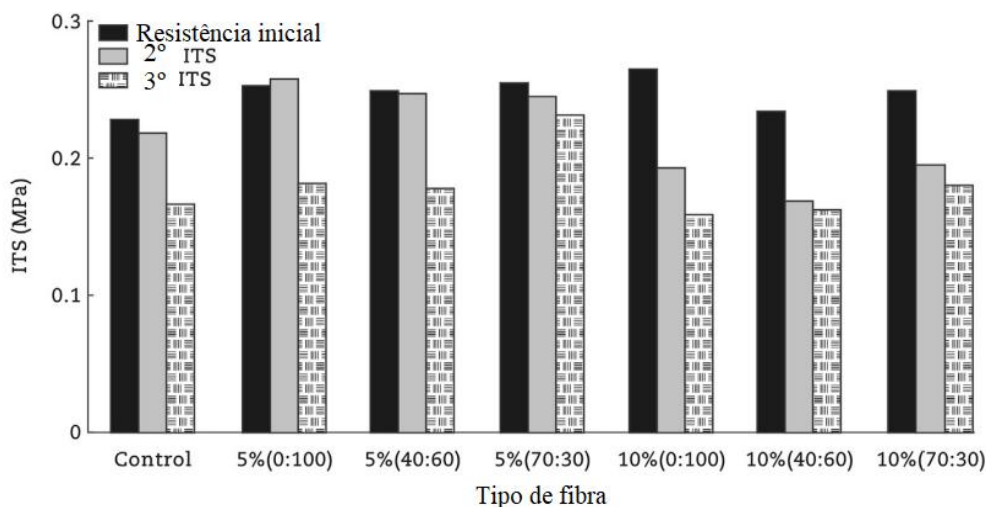
Figura 29: Imagens obtidas por MO de fibras ocas (índice 1) e fibras compartimentadas (índice 2). A letra "a" refer-se a fibras com casca comum. A letra "b" refere-se a fibras com casca modificada com grafite. A letra "c" refere-se a fibras com casca modificada com tetraóxido de triferro. E a letra "d" refere-se a fibras com casca modificada com dióxido de titânio.



Fonte: Li, Hao e Li (2022).

Tabakovic *et al.* (2017) confeccionaram fibras compartimentadas de alginato de cálcio encapsulando rejuvenecedor e adicionaram em misturas asfálticas. A eficiência de cura das misturas asfálticas com adição das fibras foi avaliada e comparada com uma mistura convencional em diferentes períodos de cura por meio do ensaio de Resistência a Tração Indireta (ITS). Foi observado que as amostras de mistura asfáltica contendo 5% de fibras com proporção de 70:30 de rejuvenecedor/alginato evidenciaram maiores valores de resistência e autocura do que as amostras sem fibras ou com outras porcentagens, como pode ser visto na Figura 30. Dessa forma, os autores concluíram que fibras compartimentadas com material rejuvenecedor representam uma abordagem promissora para o desenvolvimento de sistemas de pavimentos asfálticos autocuráveis.

Figura 30: Efeito das fibras na resistência da mistura asfáltica.



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

Hassan e Aguirre (2018) avaliaram a autocura de fibras de alginato de cálcio contendo rejuvenescedor em misturas asfálticas com vários tipos de ligantes e materiais reciclados. Os autores explicam que o sucesso dessa metodologia de cura depende da ocorrência da quebra da fibra, uma vez que o rejuvenescedor é liberado quando as fibras se quebram adequadamente. Doutra forma, quando as fibras não se quebram, elas enrijecem a mistura asfáltica. Os resultados dos testes de autocura mostraram que a adição de 5% de fibra em peso de ligante puro resultou no maior aumento de cura dentre as misturas avaliadas com uma eficiência de até 71,3% de autocura. Portanto, um teor de fibra de 5% foi identificado como o teor ótimo.

Aguirre *et al.* (2019) estudaram a adição de 5% de fibras por peso de ligante em misturas asfálticas recicladas. As fibras adicionadas tinham como material encapsulante o alginato de cálcio e, como rejuvenescedor, um produto de bio-óleo verde. Os autores verificaram a eficiência de cura usando ensaios 3PB. Os autores constataram que a adição de fibras influenciou na recuperação de 100% da resistência quando as misturas asfálticas são preparadas com ligante PG 64-22 não modificado.

Shu *et al.* (2019) sintetizaram três tipos de fibras de alginato de cálcio, Ca-alginato (A2), Ca-alginato=SiO₂ (A3) e Ca-alginato=GO (A4) encapsulando um rejuvenescedor e utilizou o teste 3PB para investigar seus efeitos na autocura de misturas asfálticas. Os autores também utilizaram a tecnologia do aquecimento por micro-ondas para verificar a melhora da autocura. De posse dos resultados, foi possível constatar que os três tipos de fibras melhoraram a capacidade de autocura da mistura asfáltica. Sob o efeito do rejuvenescedor,

o IC de A2, A3 e A4 aumentou de 50,7% para 68,8%, 65,3% e 61,4%, respectivamente. Sob a ação sinérgica do aquecimento por micro-ondas e do rejuvenecedor, o IC de A2, A3 e A4 aumentou de 53,2% para 74,5%, 72,1% e 89,2%, respectivamente.

Shu *et al.* (2020) estudaram o efeito de ambientes aquáticos críticos na capacidade de autocura de misturas asfálticas contendo fibras com Ca-alginato/SiO₂ como material encapsulante e óleo de girassol como rejuvenecedor. O teste de 3PB foi adotado para estudar a influência de diferentes ambientes aquáticos (incluindo soluções ácidas, alcalinas e de água salgada) nas propriedades de autocura de misturas asfálticas com e sem fibras. Comparado com as soluções salina e alcalina sem fibras, o IC das soluções salina e alcalina com fibras aumentou relativamente em 54% e 45,6%, respectivamente. Desse modo, os autores verificaram, comparado com a condição seca, que os ambientes aquáticos críticos não enfraqueceram o efeito de autocura da fibra de Ca-alginato/SiO₂.

Shu *et al.* (2021) estudaram as propriedades de cura da mistura asfáltica por meio da combinação de duas técnicas de aprimoramento da autocura, aquecimento por micro-ondas e adição de dois tipos de material encapsulante, fibras compartimentadas de Ca-alginato/SiO₂ e fibras compartimentadas de Ca-alginato/óxido de grafeno. Os autores estudaram a adição de 5% de cada tipo de fibra (por peso de ligante) na mistura asfáltica utilizando os ensaios de fadiga e 3PB. Os resultados obtidos evidenciaram que, após 30s de aquecimento por micro-ondas, a cura dos ciclos de carga de fadiga da mistura asfáltica com fibra compartimentada de Ca-alginato/óxido de grafeno foi quatro vezes maior do que a da mistura asfáltica de referência. Também foi visto que o IC da amostra com adição de fibras de Ca-alginato/SiO₂ foi aumentado em 28% em relação a mistura de referência. Desse modo, os autores concluíram que a propriedade de autocura da mistura asfáltica pode ser potencializada sob o efeito combinado do aumento da temperatura e do agente de cura encapsulado.

Em relação a proporção de material encapsulante/rejuvenecedor da fibra, alguns pesquisadores estudaram diferentes proporções com o intuito de encontrar a que proporcionaria maiores benefícios diante da adição em materiais asfálticos. Zaremotekhas *et al.* (2020) estudaram a adição de 1,5:1, 1:2 e 1:3 em misturas asfálticas e em ligantes extraídos das misturas. Os autores verificaram que a proporção de 1,5:1 foi a que conferiu um comportamento mais elástico ao ligante asfáltico e proporcionou misturas com maiores valores de J_c, parâmetro relacionado a resistência à fratura das misturas asfálticas.

Tabakovic *et al.* (2017b) adicionaram seis diferentes proporções de alginato/rejuvenescedor, a saber: 100:0, 60:40, 50:50, 40:60, 30:70, 20:80. Por meio dos resultados obtidos, os autores observaram que a proporção ideal seria a de 30:70 (1:2,3) por demonstrar melhor estabilidade em diferentes temperaturas, dessa forma misturas asfálticas com fibras desse tipo permaneceriam estáveis durante o processo de mistura e compactação asfáltica. Os autores também verificaram, por meio da inserção de fissuras artificiais, que no momento em que há propagação da fissura através da fibra 30:70 (1:2,3), o seu rompimento acontece e, então, o conteúdo de rejuvenescedor é liberado de seu interior, preenchendo a fissura e potencializando seu processo de cura.

Em se tratando da escolha do teor adequado de adição de fibras na mistura asfáltica, Zaremotekhas *et al.* (2020) testaram três diferentes teores, 5%, 10% e 15% em relação ao peso do ligante asfáltico. Os autores verificaram que as misturas com adição de 15% de fibras apresentaram maior eficiência de cura, contudo o maior valor de Jc foi obtido com 5% de teor de fibra. Os autores também estudaram os ligantes extraídos das misturas asfálticas e, de acordo com os resultados do Jnr, constataram que os ligantes asfálticos com 5% de teor de fibra apresentaram a maior resistência à deformação permanente. Os autores ainda verificaram que os resultados do teste LAS indicaram que ligantes asfálticos com 5% de teor de fibra apresentaram o melhor desempenho contra fissuração por fadiga.

Tabakovic *et al.* (2017b) testaram a adição de 5% e 10% de fibras na mistura asfáltica, considerando o peso do ligante. Por meio dos resultados do ensaio *Indirect Tensile Strength Test* - teste de resistência à tração indireta (ITSM) foi possível constatar que a mistura com maior teor de fibras melhorou a resistência inicial, mas, nesse caso, reduziu a cura e a recuperação de danos. Desse modo, os autores concluíram que a adição de 5% de fibras (por peso de ligante) seria a melhor alternativa para proporcionar autocura em misturas asfálticas.

2.4. Uso do ácido graxo da borra de óleo de soja como rejuvenescedor

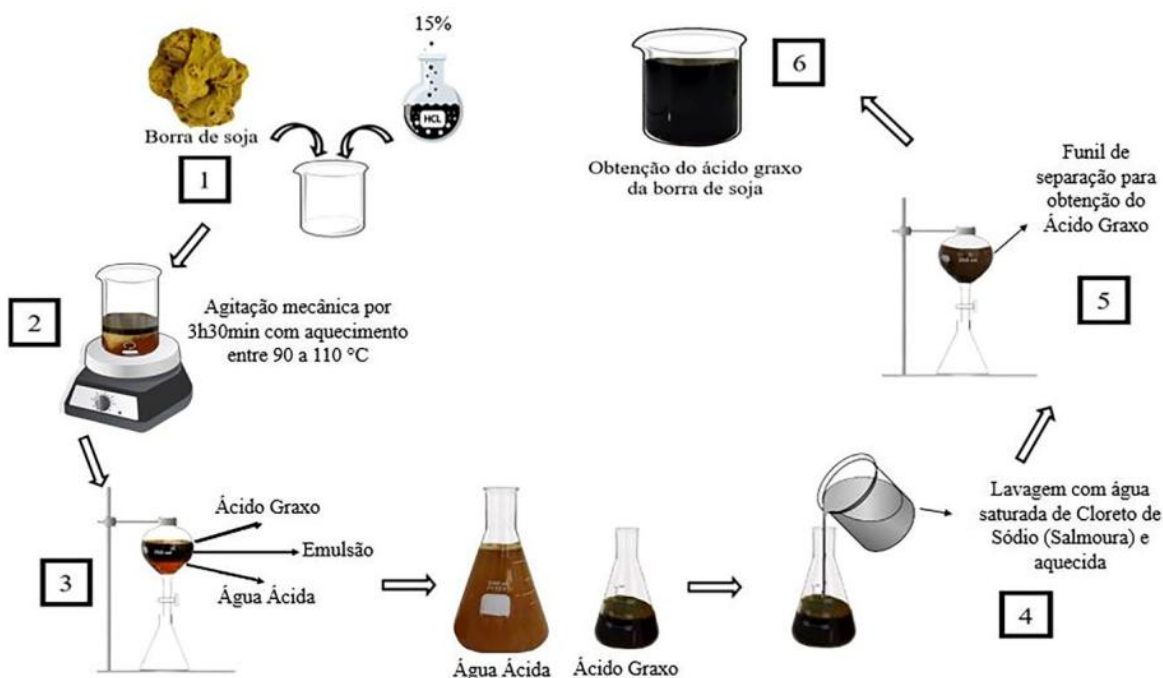
Devido a atual necessidade do uso de rejuvenescedores que promovam redução de custos em sua obtenção e produção e permitam a utilização de fontes renováveis, óleos orgânicos, de base vegetal, e os resíduos gerados em sua produção (chamados bio-óleos) têm sido alvo de interesse de pesquisadores da área e vem ganhando notoriedade em sua utilização como agentes rejuvenescedores (SANTOS; FAXINA, 2019).

O principal componente dos rejuvenescedores convencionais é o óleo mineral com baixa viscosidade, que pode melhorar a proporção dos componentes no ligante asfáltico envelhecido com adição de componentes soltos de óleo leve, reduzindo a viscosidade do ligante asfáltico em um curto período de tempo. Zhang *et al.* (2021) afirmam que o ligante asfáltico rejuvenescido por meio de óleo de soja residual pode ser uma solução tão boa ou até melhor do que o uso de rejuvenescedores tradicionais de óleo mineral. Os autores ainda acrescentam que o uso de resíduos de óleo de soja em aplicações de reciclagem pode ser uma alternativa viável para reduzir efetivamente o custo das tecnologias de cura de pavimentos asfálticos. Além disso, essa também seria uma maneira de reduzir o desperdício de recursos, transformando os resíduos de óleo de soja em novos recursos e conservando o meio ambiente (ZHANG *et al.*, 2021).

A borra de óleo de soja é oriunda do processo de refino do óleo de soja, sendo o seu principal subproduto. A borra gerada durante o processo de refino do óleo de soja pode ser identificada como uma emulsão oleosa alcalina constituída, basicamente, por água, ácidos graxos saponificados, fosfatídeos, triglicerídeos, pigmentos e outros compostos em menor quantidade. O processo de refino do óleo de soja produz um volume de 6%, em média, de borra proveniente do volume total de óleo bruto. Dessa forma, Da Fré (2009) esclarecem que este subproduto pode gerar problemas relacionados ao seu descarte inadequado.

A borra do óleo de soja apresenta-se sob a forma bruta ou concentrada, a qual é denominada borra de soja acidulada, comercialmente, seu valor é dado por meio da quantidade de ácidos graxos totais. Sua forma bruta possui de 35% a 50% de ácidos graxos totais e sua forma concentrada possui cerca de 85% a 95%, aumentando, assim, seu valor comercial. A forma concentrada é obtida por meio de um processo de acidulação em presença de ácido inorgânico, podendo ser o sulfúrico ou clorídrico (SILVA, 2022). A Figura 31 ilustra o processo de acidulação da borra de óleo de soja executado por Silva (2022).

Figura 31: processo de acidulação para obtenção do ácido graxo.



Fonte: Silva (2022).

Devido ao fato de poucas pesquisas abordarem o estudo da borra de óleo de soja como rejuvenescedor, faz-se necessário expandir a avaliação de suas propriedades físicas, reológicas e mecânicas quando adicionada em materiais asfálticos. Em se tratando de ácido graxo da borra do óleo de soja, Silva (2022) avaliou seu uso como agente rejuvenescedor encapsulado por meio de gelificação ionotrópica de alginato na presença de cálcio.

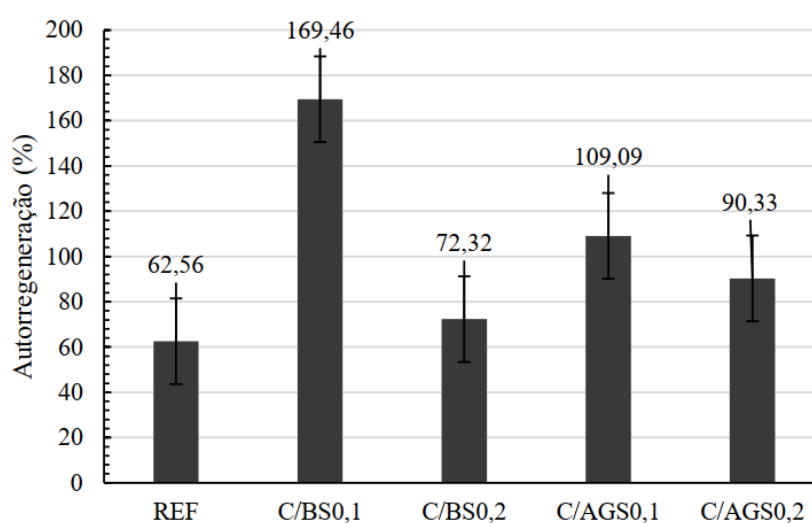
A Figura 32 contém as imagens das cápsulas utilizadas em sua pesquisa antes e após a secagem. Verificou-se, a partir dos resultados do ensaio SCB, o comportamento de autocura das amostras de mistura asfáltica com e sem adição de cápsulas. Os dados mostraram a presença de efeito rejuvenescedor associado à incorporação das cápsulas de ácido graxo proveniente da borra do óleo de soja. As amostras modificadas apresentaram índices de cura entre 90,33% e 109,09%. Em contraste, a amostra sem adição de cápsulas apresentou índice de cura em torno de 62,56%. Esses resultados podem ser observados na Figura 33.

Figura 32: Aspecto das cápsulas (a) úmidas e (b) após secagem.



Fonte: Silva (2022).

Figura 33: Índice de cura para as amostras sem e com cápsulas.



Fonte: Silva (2022).

2.5. Considerações finais

Por meio da revisão bibliográfica realizada foi possível compreender que, apesar do processo de autocura ser um fenômeno intrínseco aos materiais asfálticos, faz-se necessário dispor de artifícios que potencializem essa capacidade com o intuito de prolongar a vida útil do pavimento asfáltico e diminuir sua necessidade de intervenções e manutenções.

A técnica do encapsulamento de rejuvenescedores, em comparação com a técnica do aquecimento por indução, possui a vantagem de não demandar intervenção no pavimento asfáltico durante sua vida útil para potencializar sua autocura uma vez que o rejuvenescedor encapsulado é incorporado à mistura asfáltica antes dela ser lançada e compactada no pavimento. Um método de encapsulamento de rejuvenescedores estudado, atualmente, são as microcápsulas, contudo, para alcançar o potencial de autocura desejado, é necessário a

adição de uma grande quantidade de microcápsulas o que resulta na redução de rigidez do ligante asfáltico quando o rejuvenescedor é liberado com a quebra das microcápsulas.

Para contornar essa limitação, o encapsulamento de rejuvenescedores também vem sendo investigado por meio do uso de fibras ocas ou compartimentadas. Essas estruturas têm demonstrado capacidade de potencializar a autocura da mistura asfáltica a níveis adequados, sem comprometer a rigidez do ligante.

No interior das fibras, diferentes tipos de rejuvenescedores têm sido estudados. O presente estudo adotou como rejuvenescedor o ácido graxo da borra do óleo de soja devido ao seu potencial rejuvenescedor, além de ser um material de teor sustentável, contribuindo para o aproveitamento de materiais que seriam descartados na natureza.

Para a mensuração da autocura no ligante e mistura asfáltica, diferentes técnicas vêm sendo estudadas por pesquisadores da área, contudo ainda não foi possível difundir um procedimento que meça com eficácia o fenômeno de autocura do ligante e mistura asfáltica. Por este motivo a presente pesquisa propõe-se a investigar o fenômeno da autocura, tanto no ligante quanto na mistura asfáltica, por meio de diferentes metodologias e em diferentes escalas, micro e macroescala.

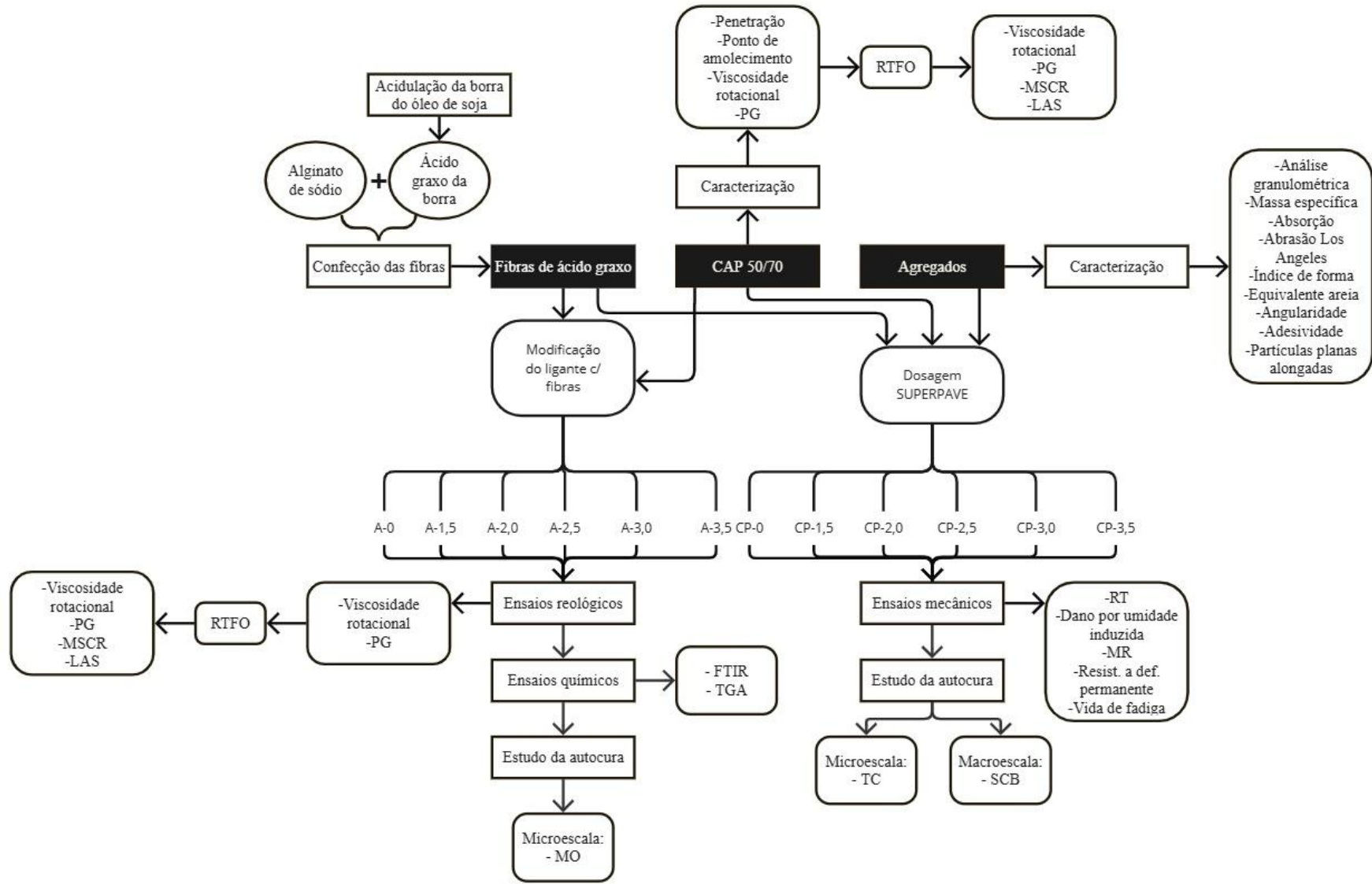
3. MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo foram descritos os materiais envolvidos na pesquisa e a metodologia utilizada para caracterização de cada um. Na sequência foram apresentados os métodos utilizados para efetuar a confecção das fibras de ácido graxo da borra de óleo de soja.

Em seguida, foram relatados os procedimentos para execução da dosagem dos corpos de prova das misturas asfálticas com os materiais propostos e seus respectivos ensaios para mensuração do desempenho mecânico.

Por fim, foram apresentados os métodos escolhidos para efetuar a mensuração da autocura no ligante e mistura asfáltica. O procedimento metodológico proposto para esta pesquisa está apresentado no fluxograma da Figura 34.

Figura 34: Fluxograma do procedimento metodológico adotado no presente estudo.



O procedimento experimental do presente estudo foi estruturado em quatro etapas metodológicas. A primeira etapa compreendeu a caracterização do ligante asfáltico e dos agregados, bem como a confecção das fibras de ácido graxo.

Na segunda etapa, as fibras foram incorporadas ao ligante asfáltico em diferentes teores, sendo posteriormente realizados ensaios reológicos e químicos nas amostras com e sem adição de fibras.

A terceira etapa consistiu na dosagem das misturas asfálticas contendo fibras de ácido graxo em diferentes teores, seguida da avaliação de suas propriedades mecânicas, em comparação às misturas de referência.

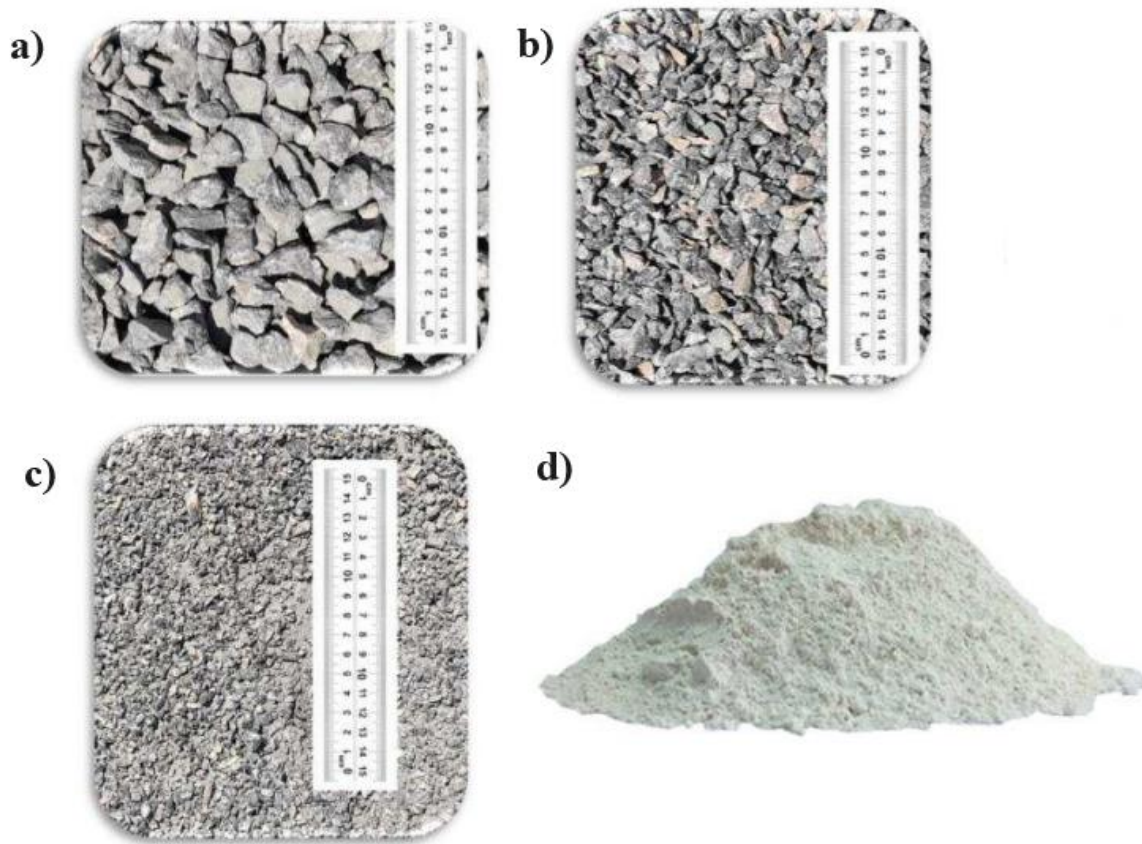
Por fim, na quarta etapa, investigou-se o fenômeno da autocura no ligante asfáltico e nas misturas asfálticas, considerando amostras com e sem a adição de fibras de ácido graxo provenientes da borra de óleo de soja. A descrição detalhada dos materiais, ensaios e procedimentos metodológicos adotados em cada etapa é apresentada nos tópicos subsequentes.

3.1. Materiais

3.1.1. Agregados

Os agregados utilizados na execução da pesquisa foram: as britas graníticas de diâmetros nominais máximos 19 mm e 12,5 mm, como agregados graúdos; pó de pedra, também de natureza granítica, como agregado miúdo e como filler foi utilizada a cal hidratada. Os agregados utilizados na pesquisa podem ser visualizados na Figura 35.

Figura 35: Agregados utilizados na pesquisa: a) Brita 19 mm; b) Brita 12,5 mm; c) Pó de pedra; d) Cal hidratada.



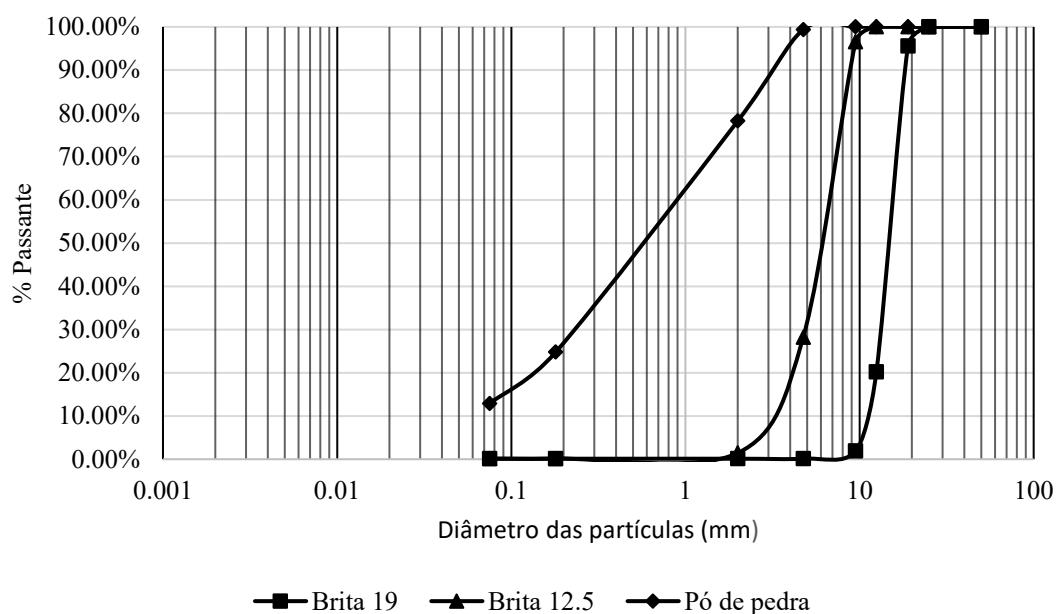
Fonte: Arquivo pessoal.

A caracterização dos agregados foi realizada por meio dos procedimentos de: análise granulométrica, massa específica e absorção do agregado graúdo e miúdo, índice de forma, abrasão Los Angeles, equivalente areia, angularidade, adesividade, e partículas planas e alongadas. Na Figura 36 são apresentadas as curvas granulométricas para cada agregado. Os ensaios de caracterização dos agregados foram conduzidos no Laboratório de Engenharia de Pavimentos – LEP, seus valores e suas respectivas normas podem ser vistos na Tabela 1.

Tabela 1: Ensaios e procedimentos para caracterização dos agregados e suas respectivas normas.

Ensaio/Procedimento	Norma	Limites	Valores obtidos		
			Brita 19	Brita 12,5	Pó de pedra
Massa específica real (g/cm ³)	ASTM C127:2015		2,82	2,83	2,52
Massa específica aparente (g/cm ³)	ASTM C127:2015		2,80	2,77	2,51
Absorção (%)	ASTM C127:2015	≤2	0,28	0,75	0,17
Índice de Forma	ASTM D4791:2019	≥0.5	0,848	0,521	
Equivalente Areia (%)	ASTM D2419:2015	≥55	-	-	63
Abrasão “Los Angeles” (%)	ASTM C131:2020	≤55	18,5	20,4	-
Partículas alongadas e achatadas (%)	ASTM D4791:2019	≤10	1,13	5,45	-
Angularidade (%)	ASTM C1252:2017	≥45	-	-	38,48
Adesividade	DNER-ME 079/94		Satisfatório	-	-

Figura 36: Curvas granulométricas dos agregados utilizados.



As britas 19 e 12,5 exibiram massas específicas reais em torno de 2,8 g/cm³ e baixos teores de absorção (≤0,75%), evidenciando baixa porosidade e boa estabilidade volumétrica. As britas 19 e 12,5 apresentaram valores de abrasão Los Angeles de 18,5% e 20,4%, esses valores são inferiores ao limite normativo, indicando resistência ao desgaste. Os índices de forma e de partículas alongadas e achatadas mantiveram-se dentro dos limites estabelecidos, garantindo geometria favorável ao entrelaçamento e ao comportamento mecânico das

misturas. O pó de pedra apresentou equivalente de areia igual a 63%, acima do limite mínimo normativo (55%), indicando fração fina limpa e adequada para ajuste da matriz mineral.

A análise granulométrica confirmou a adequada graduação dos materiais, com curvas bem definidas e separação clara entre as faixas correspondentes às britas e ao pó de pedra. No conjunto, os resultados demonstraram que os agregados utilizados atendem plenamente às exigências normativas.

3.1.2. Ligante asfáltico

O ligante asfáltico utilizado foi o Cimento Asfáltico de Petróleo (CAP) de classificação 50/70. A caracterização do CAP 50/70 foi realizada por meio dos testes de penetração, ponto de amolecimento, viscosidade rotacional, *Performance Grade* – grau de desempenho (PG), antes e após o envelhecimento à curto prazo *Rolling Thin Film Oven* (RTFO). Além disso, o desempenho à deformação foi avaliado por meio do teste de *Multiple Stress Creep Recovery* (MSCR) - Recuperação de fluência de tensão múltipla. Os ensaios de caracterização do ligante asfáltico foram conduzidos no Laboratório de Engenharia de Pavimentos – LEP, seus valores e suas respectivas normas podem ser visualizados na Tabela 2.

Tabela 2: Ensaio e procedimentos para caracterização do ligante asfáltico e suas respectivas normas.

Ensaio/Procedimento	Norma	Valores obtidos
Penetração 0.1 mm (100g, 5s a 25°C)	ASTM D5/D5M: 2020	53
Ponto de amolecimento (°C)	ASTM D36/D36M – 14: 2020	46
Viscosidade rotacional (Cp)		
135°C		401,03
142°C		284,25
150°C	ASTM D4402/D4402M-23	200,44
165°C		111,16
177°C		73,97
Performance Grade – PG	ASTM D6373-21	64
Rolling Thin Oven Test - RTFOT		
Perda de massa		0,06
Penetração		27
Ponto de amolecimento		52
Viscosidade rotacional – 135		570,8
Viscosidade rotacional – 142	ASTM D 2872/12	396,38
Viscosidade rotacional – 150		272,18
Viscosidade rotacional – 165		146,12
Viscosidade rotacional – 177		94,42
Performance Grade – PG (°C)		64
Multiple Stress Creep Recovery - MSCR		
Jnr a 3,2 kPa	ASTM D7405-20	3,64

A penetração obtida para o ligante asfáltico, 53, e ponto de amolecimento, 46 °C, demonstram valores compatíveis com um ligante de dureza intermediária e apropriado para uso em regiões de clima quente. Os valores das viscosidades rotacionais mostraram comportamento reológico típico, com redução progressiva da viscosidade com o aumento da temperatura (401 cP a 135 °C para 73,97 cP a 177 °C), assegurando boa trabalhabilidade nas faixas usuais de usinagem e compactação. Após o envelhecimento a curto prazo, o ligante apresentou perda de massa baixa (0,06%), com aumento no ponto de amolecimento (52 °C) e redução da penetração (27), indicando sensibilidade ao envelhecimento dentro de limites aceitáveis.

A classificação PG resultante (PG 64) confirma desempenho adequado para pavimentos sujeitos a temperaturas máximas de serviço próximas a 64 °C. No ensaio MSCR, o valor de Jnr a 3,2 kPa (3,64 kPa⁻¹) caracteriza um ligante com maior susceptibilidade à

deformação permanente em altas temperaturas, comportamento compatível com CAPs convencionais sem modificação polimérica e coerente com a classificação obtida.

3.1.3. Borra de óleo de soja

O agente rejuvenescedor utilizado nessa pesquisa foi o ácido graxo da borra de óleo de soja. A borra do óleo de soja, material de descarte no processamento do óleo de soja, foi obtida pela empresa IMCOPA, localizada no estado do Paraná, Brasil e pode ser visualizada na Figura 37.

Figura 37: Borra do óleo de soja.



Fonte: Melo Neto (2022).

Procedimentos e ensaios laboratoriais foram executados com o intuito de caracterizar o material. Os ensaios foram conduzidos conforme as normas da *American Oil Chemists' Society* (AOCS), baseados em estudos realizados por Da Fré (2009) e adaptados dos estudos de Araújo (2016). Na Tabela 3 é possível verificar os resultados dos ensaios realizados para caracterizar a borra do óleo de soja.

Tabela 3: Resultados da caracterização da borra do óleo de soja.

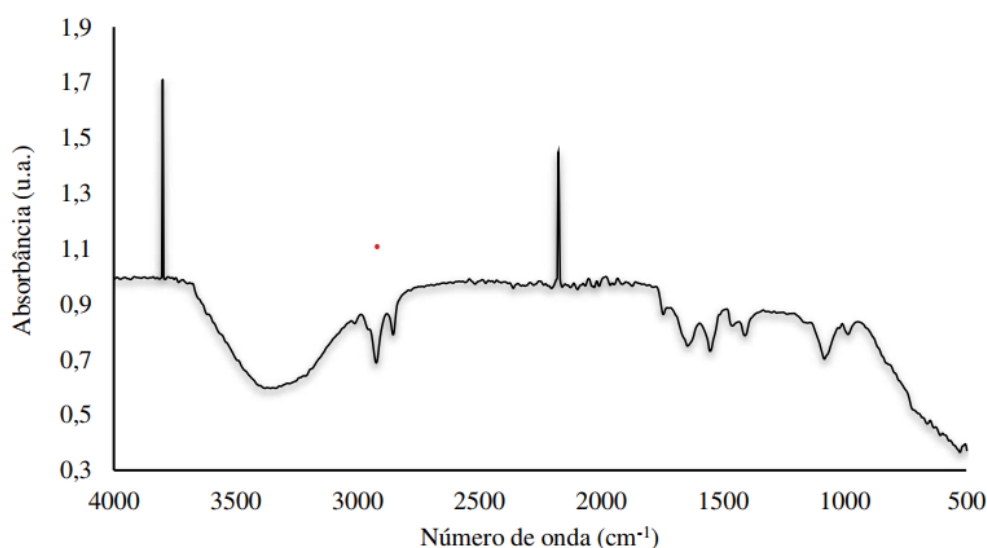
Ensaio	Resultados	Norma
Ácidos graxos livres em ácido oleico (%)	0.68	AOCS Ca 5a-40:2017
Teor de ácidos graxos totais (%)	41.59	AOCS G 3-53: 2017
Teor de ácidos graxos oxidados (%)	1.22	AOCS G 3-53: 2017
Teor de matéria insaponificável (%)	0.87	AOCS Ca 6a-40: 2017
Teor de óleo neutro (%)	12.44	AOCS G5-40: 2017
pH a 25°C	9.96	AOCS G 7-56: 2017
Teor de umidade e voláteis (%)	41.85	AOCS Ca 2c-25: 2017

Fonte: Adaptado de Melo Neto (2022).

A borra de óleo de soja apresentou teor moderado de ácidos graxos livres (0,68%) e elevado teor de ácidos graxos totais (41,59%), indicando a presença significativa de lipídeos ainda disponíveis para reação ou modificação química. O teor de ácidos graxos oxidados foi baixo (1,22%), sugerindo baixa degradação oxidativa, enquanto o teor de matéria insaponificável (0,87%) se manteve dentro de faixas típicas para resíduos oleosos. O teor de óleo neutro (12,44%) demonstra a presença de frações não reagidas ou parcialmente processadas, compatíveis com subprodutos industriais. O pH quase neutro (9,96) caracteriza um material ligeiramente alcalino, sem tendência a reatividade extrema. Por fim, o elevado teor de umidade e voláteis (41,85%) confirma que se trata de um resíduo altamente hidratado.

Silva (2022) concluiu que, como a borra de óleo de soja apresenta alta umidade e, quando adicionada em maiores teores, acelera a oxidação do ligante, o ácido graxo obtido pela acidulação dessa borra mostra-se mais viável como agente rejuvenescedor. Além disso, foi analisado o espectro obtido no ensaio de FTIR para a borra (Figura 38).

Figura 38: FTIR da borra do óleo de soja.



Fonte: Melo Neto (2022).

O teste do FTIR (ASTM D 7653:2018) foi realizado com o intuito de identificar os grupos químicos funcionais presentes na amostra. O espectro da composição química da borra do óleo de soja que foi obtido exibiu modos e combinações vibracionais de grupos funcionais de ácidos graxos presentes, evidenciando bandas de absorção na região de 3.010 a 2.800 cm^{-1} , que correspondem às vibrações de deformação axial de ligações C-H de grupamentos metila (CH_3), metileno (CH_2) e das ligações duplas ($=\text{C-H}$). As bandas com intensidade intermediária localizadas na região de 1.743 a 1.404 cm^{-1} estão relacionadas a

vibração de deformação axial do grupamento carbonila (C=O) presente nos grupos ésteres constituintes dos triacilglicerídeos. A existência de bandas de forte absorção na região de 1.080 a 987 cm^{-1} ocorre devido às vibrações de deformação axial da ligação C–O dos ésteres constituintes dos triacilglicerídeos. Desse modo, Melo Neto (2022) verificou que, devido à presença dessas bandas, que não existem no ligante asfáltico de referência, é possível que o material atue como um antioxidante, possibilitando o retardo do envelhecimento do ligante asfáltico.

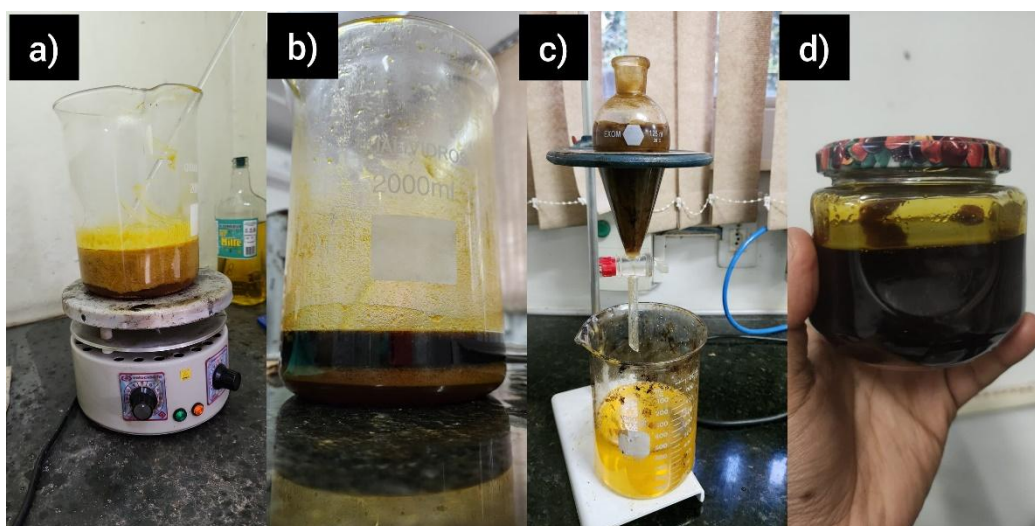
3.1.3.1 Acidulação da borra do óleo de soja

O procedimento adotado para a acidulação da borra do óleo de soja baseou-se nos estudos de Melo Neto (2022), de acordo com a sequência metodológica descrita a seguir:

- A princípio adicionou-se 200 gramas de borra em um béquer de 2 litros;
- Em seguida, uma determinada quantidade de ácido foi adicionada ao conjunto. Araújo *et al.* (2016) indicam o uso de ácido sulfúrico e água. Melo Neto (2022) utilizou 48 mL de ácido clorídrico e 245 mL de água. Nesta pesquisa foi utilizado o ácido muriático devido à facilidade de seu acesso o qual demonstrou-se eficaz para a finalidade em questão. Por se tratar de um ácido diluído, não é necessário a adição de água, desse modo indica-se a adição de 200 mL de ácido, podendo variar dependendo da velocidade de reação;
- A reação foi mantida a uma temperatura de 80 a 100°C em um agitador magnético com aquecimento Fisatom 752A para conversão dos sabões em ácidos graxos durante um período de 3 horas e 30 minutos;
- Feito isso, a composição foi deixada em um período de descanso para que o componente oleico seja separado da fase água por decantação devido à gravidade;
- Após esse período, observam-se três fases: água ácida (camada inferior), emulsão oleosa (camada intermediária) e ácido graxo (camada superior);
- A fase água ácida foi descartada e a fase oleica obtida é lavada com 25 – 50% de água saturada com cloreto de sódio, aquecida e decantada novamente com o auxílio de um funil decantador;
- Essa etapa da lavagem com a “salmora” e posterior decantação é repetida tantas vezes quantas forem necessárias até que se obtenha unicamente o ácido graxo da borra do óleo de soja.

Após a obtenção do ácido graxo, Melo Neto (2022) realizou ensaios de caracterização do ácido graxo da borra do óleo de soja, o qual também foi utilizado na presente pesquisa. Os resultados evidenciaram um teor de umidade de 2.26% e um teor de ácidos graxos totais de 91%, indicando que o ácido graxo da borra de óleo de soja oferece maior concentração de compostos efetivamente ativos e menor presença de água e impurezas em relação à borra de óleo de soja *in natura*, o que o torna mais adequado para aplicações que demandam maior potencial rejuvenescedor. Na Figura 39 é possível visualizar algumas imagens do processo de acidulação da borra do óleo de soja.

Figura 39: Processo de acidulação: a) Borra do óleo de soja com ácido muriático em aquecimento e agitação; b) Fases após processo de acidulação e decantação por gravidade; c) Funil de decantação para separação do ácido graxo da salmora; d) Obtenção final do ácido graxo da borra do óleo de soja.



Fonte: Arquivo Pessoal.

3.1.4. Obtenção das fibras de ácido graxo

Para formar a estrutura, que encapsula os rejuvenescedores, foram utilizados o sal aniônico alginato de sódio ($C_6H_7O_6Na$) e o cloreto de cálcio dihidratado ($CaCl_2 \cdot 2H_2O$) para o banho de coagulação. Ambos os reagentes foram adquiridos por meio da empresa Dinâmica Química Contemporânea LTDA, localizada em Recife, Pernambuco. O procedimento de confecção das fibras foi realizado no Laboratório de Engenharia de Pavimentos – LEP e, como recomendado por Mookhoek *et al.* (2012) e Zaremotekhase *et al.* (2020) e foi baseado nas etapas a seguir:

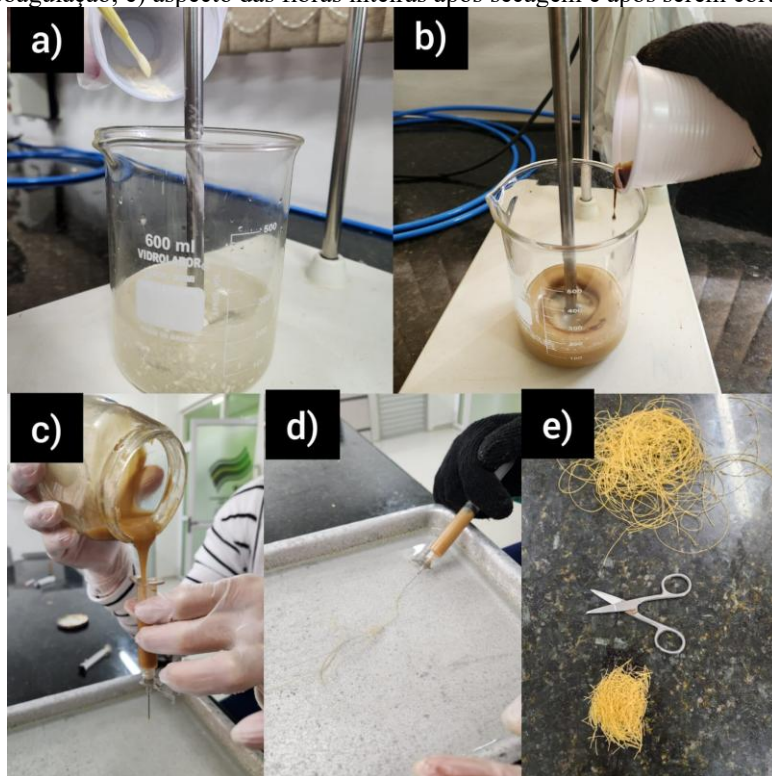
- Em um béquer colocou-se 95 ml de água destilada à 25°C e adicionou-se o alginato de sódio em pequenas quantidades, essa solução foi agitada em um

agitador de baixo cisalhamento à uma rotação de aproximadamente 500 rpm até sua completa homogeneização, por aproximadamente 10 minutos;

- Em seguida incorporou-se o ácido graxo aos poucos para garantir a homogeneização. A mistura foi então agitada por aproximadamente 20 minutos até formar uma emulsão homogênea;
- Uma solução de coagulação foi preparada contendo 0,255 M de cloreto de cálcio dissolvidos em 1L de água destilada à 25°C;
- Para formar as fibras, a emulsão obtida foi extrudada por meio de uma seringa com uma agulha de diâmetro de 0,7 mm na solução de coagulação (valor aproximado do adotado por Zaremotekhas *et al.* (2020) que utilizou um valor de $D = 0,62$ mm e aproximado do valor do diâmetro externo utilizado por Li, Hao e Li (2022) de $D = 0,72$);
- Ao final da extrusão, as fibras foram expostas ao ar livre durante um período mínimo de 24h, como recomendado por Li, Hao e Li (2022), e, em seguida, armazenadas em recipientes fechados, mantidas sob ambiente de resfriamento;
- Após estarem completamente secas, as fibras foram cortadas manualmente em comprimentos de 10 mm (valor também utilizado por Tabakovic *et al.* (2016), Zaremotekhas *et al.* (2020) e Shu *et al.* (2020).

Na Figura 40 é possível visualizar todas as etapas do processo de confecção das fibras.

Figura 40: Etapas do processo de confecção das fibras: a) adição do alginato de cálcio à água destilada; b) adição do ácido graxo ao conjunto; c) derramamento da emulsão na seringa; d) extrusão da emulsão no banho de coagulação; e) aspecto das fibras inteiras após secagem e após serem cortadas.



Fonte: Arquivo pessoal.

Em relação a escolha das proporções de alginato/rejuvenecedor das fibras estudadas, considerou-se a variabilidade dos valores encontrados em recentes pesquisas (TABAKOVIC *et al.*, 2017; SHU *et al.*, 2020; ZAREMOTEKHAZES *et al.*, 2020). Os valores das proporções alginato/rejuvenecedor, as quantidades de cada componente, bem como suas nomenclaturas adotadas estão descritas na Tabela 4. Essas proporções foram adicionadas e estudadas tanto no ligante asfáltico, quanto na mistura asfáltica, portanto, para cada material adota-se uma nomenclatura específica.

Tabela 4: Proporções e quantidades de alginato de sódio e ácido graxo utilizadas na confecção das fibras, bem como suas nomenclaturas adotadas para a adição no ligante asfáltico e na mistura asfáltica.

Ligante asfáltico						
Nomenclatura adotada	A-0	A-1,5	A-2,0	A-2,5	A-3,0	A-3,5
Proporção alginato/ácido em cada tipo de fibra	0	1:1,5	1:2,0	1:2,5	1:3,0	1:3,5
Qtde. Alginato de sódio na emulsão (g)	0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0
Qtde. Ácido graxo na emulsão (g)	0	7,5	10,0	12,5	15,0	17,5
Mistura asfáltica						
Nomenclatura adotada	CP-0	CP-1,5	CP-2,0	CP-2,5	CP-3,0	CP-3,5
Proporção alginato/ácido em cada tipo de fibra	0	1:1,5	1:2,0	1:2,5	1:3,0	1:3,5
Qtde. Alginato de sódio na emulsão (g)	0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0
Qtde. Ácido graxo na emulsão (g)	0	7,5	10,0	12,5	15,0	17,5

De acordo com pesquisas recentes, a adição de 5% de fibras na mistura asfáltica, com base no peso do ligante, tem se mostrado a alternativa ideal para proporcionar autocura sem reduzir a resistência à deformação permanente e a vida de fadiga. Portanto, o presente estudo adotou o teor de 5% (em relação ao peso do ligante) de adição de fibras tanto nas amostras de ligante asfáltico, quanto nas amostras de mistura asfáltica (TABAKOVIC *et al.*, 2017; AGUIRRE *et al.*, 2019; ZAREMOTEKHASES *et al.*, 2020; SHU *et al.*, 2021).

3.1.4.1. Caracterização das fibras

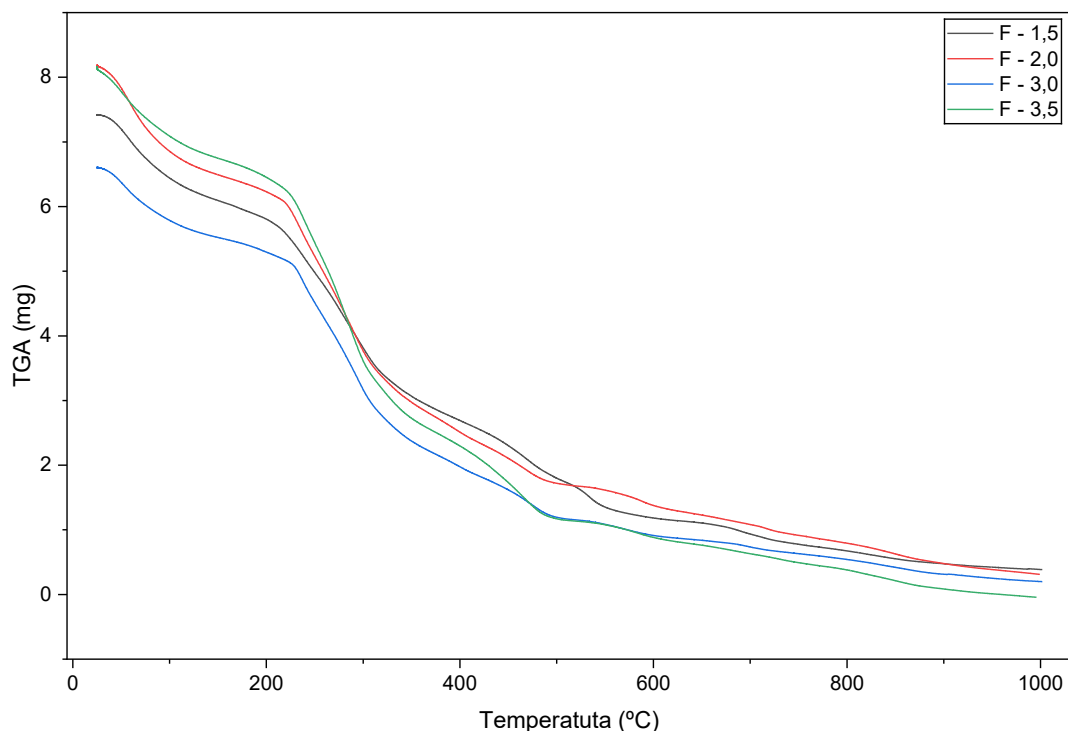
No processo de adição às misturas, as fibras devem possuir estabilidade térmica suficiente para minimizar sua degradação devido à alta temperatura de mistura. Assim sendo, a estabilidade térmica foi investigada por meio do ensaio TGA conforme efetuado por Tabakovic *et al.* (2016), Tabakovic *et al.* (2017b), Zaremotekhasés *et al.* (2020) e Shu *et al.* (2020).

O ensaio TGA foi conduzido utilizando um instrumento Shimadzu DTG-60H sob atmosfera de nitrogênio com vazão de 100 mL/min, em uma faixa de temperatura de 25 °C a 800 °C, em condições inertes. As análises foram realizadas no Laboratório de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Campina Grande (UFCG). As análises foram feitas nos cinco tipos de fibras estudados, de acordo com a Tabela 5, e podem ser vistas na Figura 41.

Tabela 5: Proporção de ácido graxo em cada fibra confeccionada.

Fibras de ácido graxo da borra de óleo de soja					
Nomenclatura adotada	F-1,5	F-2,0	F-2,5	F-3,0	F-3,5
Proporção de alginato de cálcio	1	1	1	1	1
Proporção de ácido graxo da borra de óleo de soja	1,5	2,0	2,5	3,0	3,5

Figura 41: Resultados da análise térmica TGA para as fibras em estudo.



Todas as fibras apresentaram uma perda inicial de massa até aproximadamente 150–200 °C, associada à evaporação de umidade residual e à volatilização de compostos leves. Em seguida, observa-se uma etapa principal de degradação térmica entre 200 e 450 °C, correspondente à decomposição do alginato de cálcio e do ácido graxo encapsulado. Após essa fase, as curvas convergem para níveis residuais de massa semelhantes, sugerindo estabilidade térmica equivalente acima de 500 °C. De modo geral, a análise termogravimétrica (TGA) das fibras F-1,5, F-2,0, F-2,5, F-3,0 e F-3,5 evidenciou um comportamento térmico semelhante entre as formulações, indicando que a variação na proporção de ácido graxo não alterou o padrão global de degradação.

3.2. Métodos experimentais

3.2.1. Ensaio químicos com o ligante asfáltico

3.2.1.1. Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)

As análises por Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR) foram conduzidas utilizando um espectrômetro SPOTLIGHT 400-FTIR fornecido pela PERKINELMER, modelo 400, no Laboratório de Avaliação e Desenvolvimento de Biomateriais do Nordeste (CERTBIO) da Universidade Federal de Campina Grande (UFCG). Todas as amostras de ligante foram submetidas à análise por FTIR. Para as amostras modificadas com fibras, os espectros foram adquiridos antes e depois da introdução manual de uma fissura superficial destinada a romper as fibras. Este procedimento teve como objetivo avaliar o potencial de liberação do ácido graxo das fibras rompidas para o ligante asfáltico.

3.2.1.2. Análise Termogravimétrica (TGA)

O ensaio TGA foi conduzido utilizando um instrumento Shimadzu DTG-60H sob atmosfera de nitrogênio com vazão de 100 mL/min, em uma faixa de temperatura de 25 °C a 800 °C, em condições inertes. As análises foram realizadas no Laboratório de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Campina Grande (UFCG). Amostras de ligante asfáltico, com e sem incorporação de fibras, foram avaliadas para avaliar a estabilidade térmica em temperaturas elevadas das amostras de ligante asfáltico com e sem as fibras à base de ácido graxo da borra do óleo de soja.

3.2.2. Ensaio reológicos com o ligante asfáltico

Para que a adição de fibras seja considerada uma alternativa viável na melhoria do potencial de autocura de ligantes asfálticos é necessário estudar também sua influência na viscosidade e propriedades reológicas do ligante com o intuito de alcançar requisitos mínimos para a sua adoção. Desse modo, foram realizados os ensaios de Viscosidade rotacional, PG, MSCR e LAS. Os ensaios foram realizados no Laboratório de Engenharia de Pavimentos – LEP para amostras com e sem fibras.

3.2.2.1. Envelhecimento a curto prazo (RTFO)

O procedimento RTFO baseia-se numa simulação do efeito do envelhecimento a curto prazo devido ao processo da usinagem, transporte, distribuição e compactação da mistura asfáltica. Este procedimento foi realizado a $163 \pm 0,5^\circ\text{C}$ durante 85 minutos em um carrossel onde foram fixados dois frascos de vidro na posição horizontal. Em cada frasco foi vertido 35 g de ligante asfáltico e, durante o procedimento, as amostras recebiam injeções de ar a uma vazão de 4000 ± 200 ml/min. Este procedimento é regido pela norma da ASTM D 2872/12. Após a conclusão do procedimento, amostras foram separadas para a realização dos ensaios de MSCR e LAS e para a repetição dos ensaios de viscosidade e PG a fim de avaliar a influência do envelhecimento nas amostras.

3.2.2.2. Viscosidade rotacional

O ensaio de Viscosidade rotacional é preconizado pela norma ASTM D4402/D4402M-23. A viscosidade foi medida por meio do torque necessário para girar uma haste de prova (*spindle*) imersa na amostra de asfalto. O ensaio foi realizado antes e após RTFO em cinco temperaturas, 135°C , 142°C , 150°C , 165°C e 177°C . O equipamento utilizado para a realização do ensaio foi um viscosímetro rotacional do tipo Brookfield, modelo DVII+ acoplado a um controlador de temperatura Thermosel.

3.2.2.3. Grau de desempenho - PG

O Grau de desempenho máximo do ligante asfáltico é dado pela temperatura correspondente ao valor do parâmetro $G^*/\text{sen}\delta$ superior a 1,0 kPa para o ligante antes do RTFO e superior a 2,2 kPa após RTFO. A determinação do PG é regida pela norma ASTM D 6373-21 e foi realizada em degraus de 6°C numa faixa de temperaturas de 46°C a 82°C , enquanto que a determinação do PG contínuo foi realizada em degraus de 1°C na mesma faixa de temperaturas. O ensaio foi realizado antes e após RTFO em amostras com dimensões de aproximadamente 25 mm de diâmetro e 1,0 mm de espessura sob frequência controlada de 10 rad/seg ou 1,59 Hz, correspondendo a uma velocidade de tráfego de 90km/h, com aplicação de um torque em regime oscilatório sob deformação controlada. Por meio desse ensaio, foram obtidos os valores de G^* antes e após RTFO e os valores do Índice de Envelhecimento (AI), calculado por meio da razão entre os parâmetros $G^*/\text{sen}\delta$ após RTFO e $G^*/\text{sen}\delta$ antes do RTFO em cada temperatura ensaiada. O equipamento utilizado foi um reômetro oscilatório *Discovery HR-1 hybrid rheometer*.

3.2.2.4. Fluência e recuperação sob tensões múltiplas – MSCR

O ensaio de MSCR consiste na aplicação de 10 ciclos consecutivos, cada um em dois níveis de tensão (0,1 e 3,2 kPa). Cada ciclo é caracterizado por um período de carregamento de fluência de 1 segundo, seguido por um período de relaxamento de 9 segundos. Este ensaio, preconizado pela norma ASTM D7405-20, foi realizado em amostras envelhecidas após RTFO de acordo com suas respectivas temperaturas de PG para a obtenção do parâmetro de compliança não-recuperável (J_{nr}) no nível de tensão de 3,2 kPa. O equipamento utilizado foi um reômetro oscilatório *Discovery HR-1 hybrid rheometer*.

3.2.2.5. Varredura linear de amplitude de deformação – LAS

O ensaio de LAS consiste num método acelerado de avaliação do desempenho à fadiga do ligante asfáltico na temperatura intermediária do pavimento. O ensaio foi realizado a 19°C em amostras envelhecidas após RTFO e dividiu-se em duas etapas: I) varredura de frequência, em que a amostra foi submetida a um carregamento de cisalhamento em um nível fixo de amplitude de 0,1% e a frequência foi de 0,1 a 30 Hz, seguida de II) varredura de amplitude de deformação, em que a amostra foi sujeita a carga de cisalhamento a um nível de frequência fixo de 10 Hz e o nível de amplitude foi variado de 0,1 a 30%.

Após a obtenção dos dados foi plotada a curva de tensão versus deformação das amostras e determinado índices como: a tolerância à deformação até a falha (ϵ_t), a tolerância energética à deformação (E_f), o Índice de Energia de Resistência à Fadiga (FREI) e a redução do módulo de cisalhamento até que a tensão de cisalhamento máxima seja atingida ($\Delta G_{*pico \tau}$).

Zhang *et al.* (2022) argumentaram que o índice de redução média na integridade até a falha não considerava o comportamento pós-pico da curva tensão-deformação e observaram que a amostra de ligante retém uma certa capacidade de suportar carga após a tensão de pico. Por este motivo, o índice ϵ_t , definido como 25% da tensão pós-pico, e o índice E_f , definido como a área sob a curva tensão-deformação até o ponto de 25% da tensão pós-pico, foram calculados para as amostras em estudo.

Adicionalmente, o índice FREI, proposto por Zhou *et al.* (2017), foi calculado para as amostras em estudo por meio da Equação 14.

$$FREI = \frac{J_{f-\tau_{max}}}{G_{0,5\tau_{max}}} (\gamma_{0,5\tau_{max}}) \quad (14)$$

Onde: $J_{f-\tau_{max}}$ é a energia de fratura por cisalhamento calculada até a tensão de cisalhamento máxima, $G_{0,5\tau_{max}}$ é o módulo de cisalhamento aparente calculado a 50% da tensão de cisalhamento máxima na resposta pré-pico e $\gamma_{0,5\tau_{max}}$ é a deformação por cisalhamento a 50% da tensão de cisalhamento máxima.

O parâmetro $\Delta G^*_{pico \tau}$, proposto por Mainieri *et al.* (2021), relaciona-se de maneira mais direta com a perda de integridade do material. Esse parâmetro foi calculado para as amostras em estudo por meio da Equação 15.

$$\Delta G^*_{pico \tau} = \left[\frac{|G^*|_{início} - |G^*|_{pico \tau}}{|G^*|_{início}} \right] \times 100 \quad (15)$$

O ensaio é regido pela norma ASHTO TP 101:2014 e o equipamento utilizado foi um reômetro oscilatório Discovery HR-1 hybrid rheometer.

3.2.3. Dosagem das misturas asfálticas

3.2.3.1. Dosagem da mistura asfáltica de referência

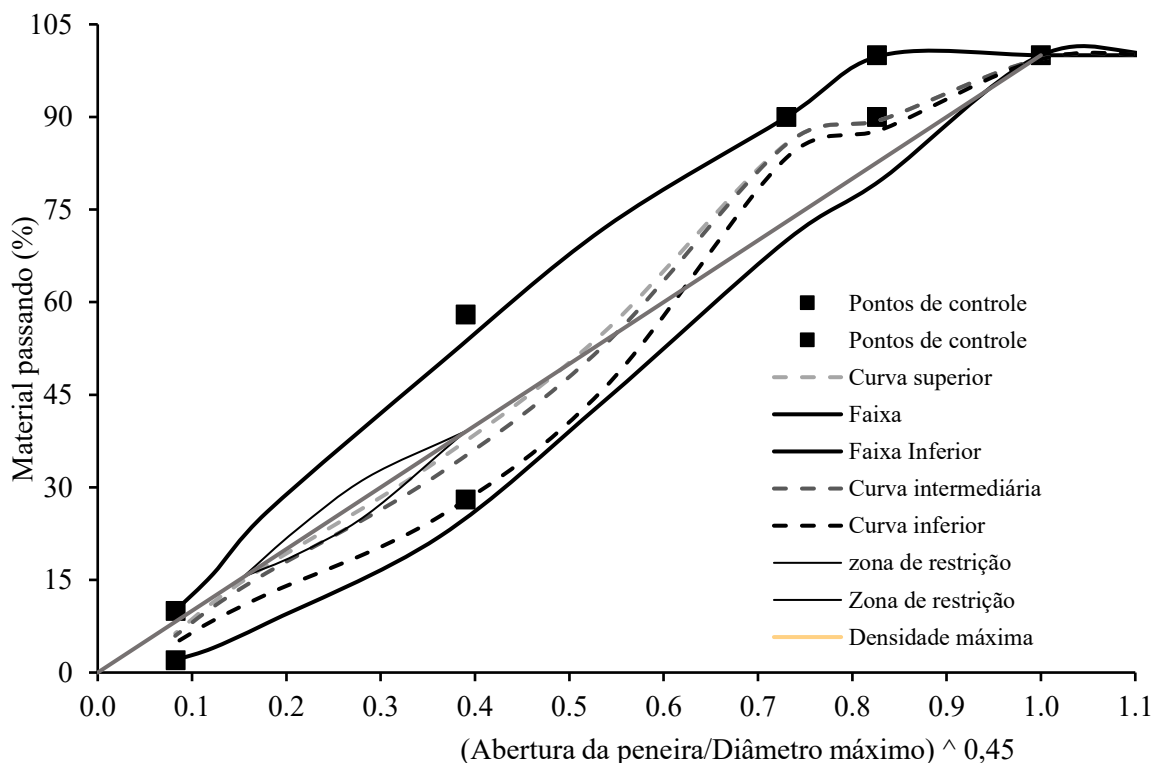
A dosagem da mistura asfáltica de referência foi executada de acordo com a metodologia SUPERPAVE, preconizada pela norma ASTM D6925: 2015. A escolha das proporções dos agregados foi realizada adequando a granulometria aos requisitos da metodologia SUPERPAVE e enquadrando nos limites estabelecidos para faixa C do DNIT 031/2006 – ES.

De posse da granulometria de cada um dos materiais, escolheu-se três composições granulométricas para serem testadas: uma composição superior, uma intermediária e uma inferior. As proporções de agregados utilizadas em cada curva podem ser vistas na Tabela 6 e as curvas granulométricas para cada faixa podem ser vistas na Figura 42.

Tabela 6: proporções de agregados utilizadas em cada curva.

Composições granulométricas	Brita 19	Brita 12,5	Pó de pedra	Filer
Composição inferior	15%	54%	30%	1,0%
Composição intermediária	13%	47%	39%	1,0%
Composição superior	13%	44%	42%	1%

Figura 42: Curvas granulométricas para cada faixa.



Após a obtenção das composições granulométricas adequadas aos requisitos da faixa C, a compactação dos corpos de prova de mistura asfáltica foi efetuada fixando um teor de ligante inicial obtido por meio de expressões empíricas a fim de verificar qual composição atenderia às exigências da dosagem. O teor inicial de ligante utilizado na moldagem dos corpos de prova foi de 4,4% e foram moldados 3 corpos de prova para cada curva granulométrica.

O Compactador Giratório SUPERPAVE (CGS) registra os parâmetros correspondentes a cada número de giros, considerando valores de 1 a 160. Durante esse período, três parâmetros se destacam: esforço de compactação inicial ($N_{inicial}$), esforço de compactação de projeto ($N_{projeto}$) e esforço de compactação máximo ($N_{máximo}$), condição de compactação ao fim da vida de serviço da mistura asfáltica. Os números de giros usados durante a compactação foram determinados com base no volume de tráfego, para a condição adotada de tráfego médio a alto, os valores considerados foram $N_{inicial} = 8$ giros, $N_{projeto} = 100$ giros e $N_{máximo} = 160$ giros.

Por meio da compactação giratória SUPERPAVE foi possível obter, para cada número de giros desejado, a massa específica aparente estimada (G_{mb}), a corrigida, e a massa específica aparente como porcentagem da massa específica máxima teórica (G_{mm}) a

qual é obtida previamente por meio de ensaios laboratoriais para cada curva. Deste modo, os parâmetros obtidos para cada curva granulométrica, bem como suas especificações de acordo com o critério SUPERPAVE são apresentados na Tabela 7.

Também foi verificada a proporção pó/asfalto a qual deve estar entre 0,6 e 1,2, segundo o ASPHALT INSTITUTE (1996). Este critério foi calculado dividindo a porcentagem do material passante na peneira n° 200 (0,075 mm) pelo teor de ligante efetivo. Para as composições granulométricas testadas os valores das proporções pó/asfalto encontram-se na Tabela 7.

Tabela 7: Parâmetros volumétricos das misturas com teor de ligante inicial.

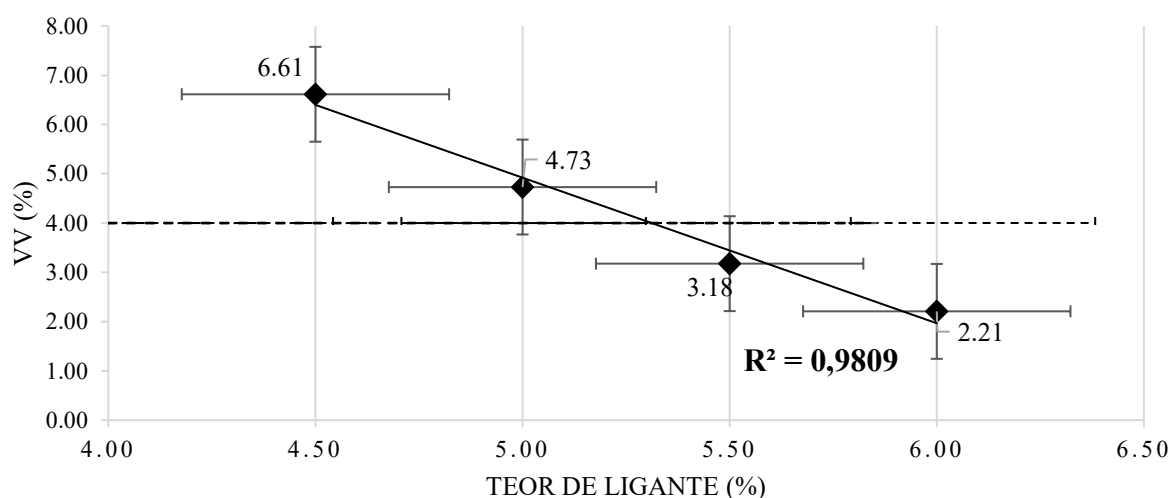
Parâmetros	Curva inferior	Curva intermediária	Curva superior	Especificações SUPERPAVE
volume de vazios	8,45	6,92	6,73	4%
teor de ligante estimado	6,15	5,54	5,46	-
VAM	14,95	12,48	12,12	≥11
VAM estimado	14,06	11,90	11,57	≥11
RBV estimado	71,55	66,38	65,43	-
%Gmm tentativa N inicial	82,36	84,13	84,78	<89%
%Gmm estimado N inicial	86,81	87,05	87,51	<89%
%Gmm tentativa N máximo	92,74	94,18	94,33	<98%
%Gmm estimado N máximo	97,19	97,10	97,06	<98%
Passante N 200 (%)	4,79	5,95	6,33	
Proporção pó/asfalto	0,78	1,07	1,16	0,6 - 1,2

Observa-se que o critério pó-asfalto estabelecido para a dosagem foi satisfeito em todas as graduações testadas. Com base nos valores dos parâmetros volumétricos e na proporção pó/asfalto, a curva escolhida foi a superior por atender a todos os critérios e, considerando que seu valor de volume de vazios (V_v) foi de 6,73%, também foi a curva que mais se aproximou do valor especificado pela SUPERPAVE de $V_v = 4\%$. Nesse caso, o teor de ligante estimado corresponde ao valor de 5,5%. A etapa subsequente foi determinar um teor ótimo de projeto variando os valores do teor de ligante. Dessa forma, dois corpos de prova foram moldados para cada teor testado, a saber 4,5%, 5,0%, 5,5% e 6,0%. A Tabela 8 apresenta os parâmetros volumétricos para cada teor de ligante e a Figura 43 ilustra a relação entre o V_v e cada teor de ligante testado.

Tabela 8: Resumo dos parâmetros volumétricos obtidos para as misturas testadas.

Teor de ligante (%)	%Gmm @Nprojeto	VAM (%)	Vv (%)	RBV (%)	P/A (%)
4,5	107,083	16,993	6,614	61,078	0,95706
5	104,966	16,4	4,73144	71,151	1,33786
5,5	103,281	16,168	3,176	80,374	1,99307
6	102,26	16,624	2,208	86,763	2,86685
Critérios SUPERPAVE	96%	≥13	4	65-75	0.6-1.2

Figura 43: Gráfico do Vv X Teor de ligante.



Nota-se que o Coeficiente de Determinação (R^2) se aproxima de 1 (0,9809), evidenciando a confiabilidade dos valores Obtidos. Portanto, considerando os parâmetros volumétricos obtidos para cada teor de ligante, o teor de projeto escolhido foi de 5,0% o qual apresentou um valor de 4,73% de volume de vazios. Essa escolha mostra-se tecnicamente adequada, uma vez que as normas do DNIT admitem o volume de vazios entre 3,0% e 5,0% para misturas asfálticas, conforme estabelecido na DNIT 031/2006-ES. Dessa forma, o teor de ligante selecionado atendeu às exigências normativas vigentes, garantindo equilíbrio entre durabilidade, resistência mecânica e desempenho volumétrico da mistura.

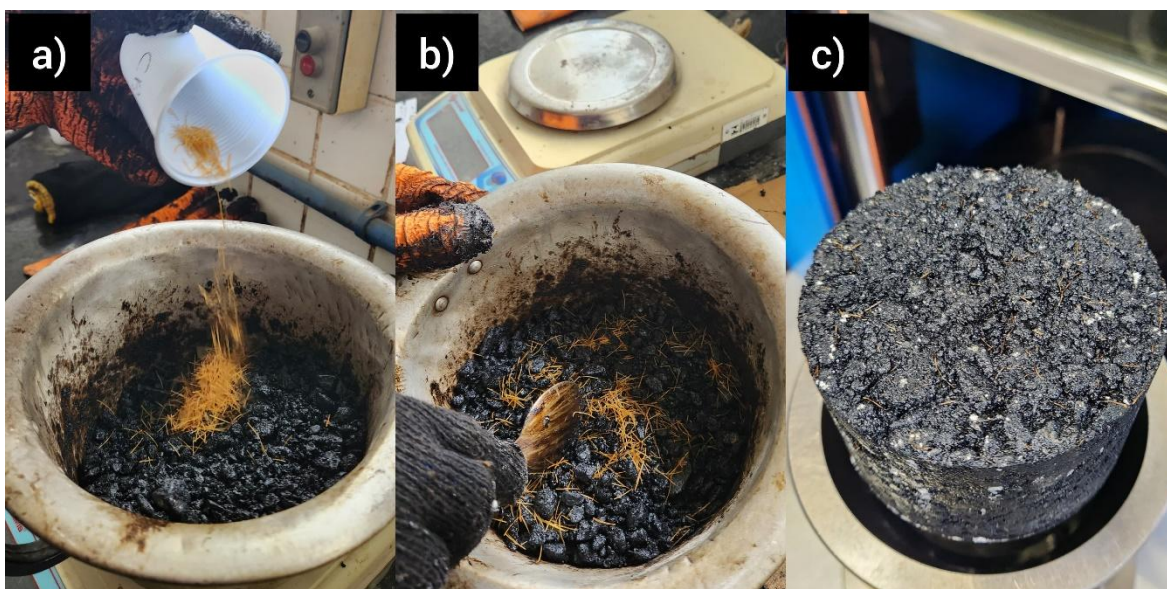
3.2.3.2. Dosagem das misturas asfálticas com adição de fibras.

Em seguida, efetuou-se a dosagem da mistura asfáltica com incorporação das fibras em estudo uma vez que o teor de fibras adicionado consistiu num acréscimo ao valor total da mistura. Desse modo, foi necessário realizar uma nova dosagem para encontrar um teor de ligante de projeto que melhor se enquadre nas especificações em relação aos parâmetros

volumétricos. Tabakovic *et al.* (2017b) encontraram um teor de ligante de 4,5% para a mistura sem fibras e 4,3% para a mistura com 5% de fibras em relação ao peso do ligante.

Como o teor de projeto obtido para a mistura asfáltica sem fibras do presente estudo foi de 5,0%, optou-se por variar $\pm 0,5\%$ desse valor na busca do teor mais adequado diante da adição de fibras. A adição das fibras foi feita após a obtenção de uma mistura homogênea ainda quente entre ligante asfáltico e agregados. A Figura 43 ilustra o processo de adição e mistura das fibras, bem como um corpo de prova compactado com adição de 5% de fibras por peso de ligante.

Figura 44: a) adição das fibras à mistura ainda quente; b) mistura das fibras com os demais materiais; c) corpo de prova compactado de mistura asfáltica com adição de 5% de fibras por peso de ligante.



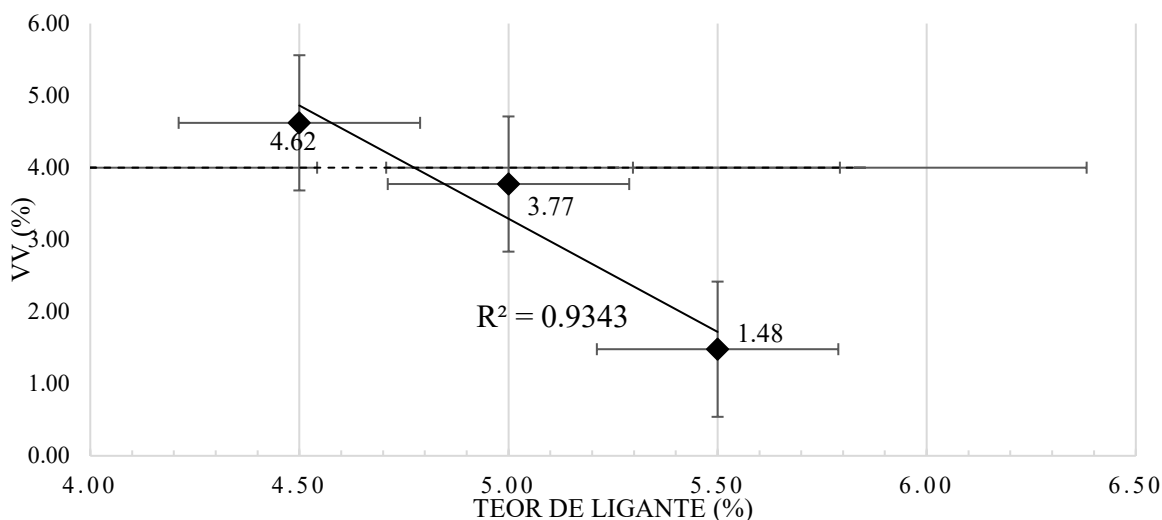
Fonte: Arquivo pessoal.

Foram moldados dois corpos de prova para cada teor de ligante testado e, após compactados, foram obtidos os parâmetros volumétricos para cada corpo de prova, como pode ser visto na Tabela 9 e o gráfico que correlaciona o teor de ligante ao seu volume de vazios está ilustrado na Figura 45.

Tabela 9: Resumo dos parâmetros volumétricos obtidos para as misturas testadas com adição de fibras.

Teor de ligante (%)	%Gmm @Nprojeto	VAM (%)	Vv (%)	RBV (%)	P/A (%)
4,5	104,848	14,931	4,622	69,093	1,36952
5	103,923	15,299	3,773	75,398	1,67771
5,5	101,55	14,419	1,5	89,414	4,22
Critérios SUPERPAVE	96%	≥ 13	4	65-75	0,6-1,2

Figura 45: Gráfico do Vv X Teor de ligante.



Nota-se que o coeficiente de determinação (R^2) se aproxima de 1 (0,9343), evidenciando a confiabilidade dos valores obtidos. Dentre os teores de ligante asfáltico avaliados para a mistura com adição de fibras, o teor de 5,0% apresentou um Vv de 3,77%, valor mais próximo do Vv de projeto igual a 4,0%, com faixa de tolerância entre 3,0% e 5,0%, conforme a DNIT 031/2006-ES. Assim, esse teor de ligante foi adotado como teor de projeto da mistura com fibras. Embora o Vv dessa mistura tenha sido inferior ao da mistura de referência, optou-se por adotar esses valores por estarem ambos inseridos na faixa normativa e suficientemente próximos do teor de projeto de 4,0%, possibilitando uma análise comparativa coerente entre as misturas.

3.2.4. Caracterização das propriedades mecânicas da mistura asfáltica

Para que a adição de fibras seja considerada uma alternativa viável na melhoria do potencial de autocura de materiais asfálticos é necessário estudar também sua influência no desempenho mecânico das misturas asfálticas a fim de alcançar requisitos mínimos para a sua adoção. Para tanto, foram realizados os ensaios de resistência à tração por compressão diametral, dano por umidade induzida, módulo de resiliência, resistência à deformação permanente e resistência à fadiga por compressão diametral. Os ensaios foram realizados no Laboratório de Engenharia de Pavimentos – LEP para corpos de prova com e sem fibras.

3.2.4.1. Resistência à tração por compressão diametral

O ensaio de Resistência à Tração por compressão diametral (RT) foi realizado com as misturas asfálticas conforme a norma DNIT 136:2018. O procedimento consistiu na

aplicação de duas forças diametralmente opostas em um corpo de prova cilíndrico por meio de frisos metálicos que geram tensões de tração uniformes perpendicularmente ao seu diâmetro.

A aplicação do carregamento estático crescente foi feita por meio de uma prensa mecânica com velocidade de deslocamento de $0,8 \pm 0,1$ mm/s. A leitura da carga de ruptura foi feita por meio de um anel dinamométrico acoplado à prensa. Após a obtenção do valor da carga de ruptura, a resistência à tração indireta do corpo de prova rompido por compressão diametral foi calculada utilizando a Equação 16:

$$\sigma_R = \frac{2F}{\pi DH} \quad (16)$$

Onde:

σ_R é a resistência à tração, à temperatura do ensaio, em MPa;

F é a carga de ruptura, em N;

D é o diâmetro do corpo de prova;

H é a altura do corpo de prova, em mm;

3.2.4.2. Dano por umidade induzida

O ensaio de dano por umidade induzida, com método de ensaio normatizado pela DNIT 180:2018, mede o potencial de deslocamento da película de ligante asfáltico em misturas asfálticas sob a ação da água em ciclos de gelo e degelo. Este ensaio também possui a finalidade de medir a adesividade na mistura asfáltica considerando o efeito deletério da água sobre suas propriedades de resistência mecânica.

Os corpos de prova de cada grupo de mistura asfáltica foram moldados no CGS, com medidas de 100mm de diâmetro e 68mm de altura. Conforme a norma citada, para esse ensaio, os corpos de prova apresentaram volume de vazios de $7 \pm 0.5\%$. Os corpos de prova foram divididos em dois grupos. O primeiro grupo passou por um processo de condicionamento de ciclos gelo-degelo e o segundo grupo não foi condicionado. Em seguida, ambos foram submetidos ao ensaio de resistência à tração por compressão diametral. O resultado deste ensaio foi dado pela Resistência Retida à Tração (RRT) e calculado por meio da Equação 17.

$$RRT (\%) = \frac{R_{Tc}}{R_{Tnc}} \times 100 \quad (17)$$

Onde:

R_{Tc} = Resistência à tração indireta das amostras condicionadas (Mpa);

R_{Tnc} = Resistência à tração indireta das amostras não-condicionadas (Mpa).

3.2.4.3. Módulo de Resiliência – MR

A rigidez das misturas asfálticas foi mensurada por meio do módulo de resiliência (MR) com a configuração do ensaio de compressão diametral sob carga repetida de acordo com a norma DNIT 135:2018. Foram moldados corpos de prova cilíndricos no CGS com 100 mm de diâmetro e aproximadamente 64 mm de altura.

A carga foi aplicada por meio do UTM-25 no formato de onda *haversine* no plano vertical diametral do corpo de prova. A força máxima aplicada corresponde a 10% da força observada na ruptura pelo ensaio RT. A frequência de carregamento foi de 1Hz, onde um ciclo corresponde a 0,1 s de aplicação da carga seguido de 0,9 s de repouso.

A carga aplicada provoca no plano de aplicação uma tensão de tração transversal, gerando um deslocamento diametral recuperável na direção horizontal resultante da tensão gerada. Foram utilizados dois transdutores mecânicos-eletromagnéticos tipo *Linear Variable Differential Transducer* (LVDT) presos ao corpo de prova por alças de referência para mensurar o deslocamento horizontal dos corpos de prova. Os ensaios foram realizados à temperatura ambiente de 25°C. Segundo a Norma DNIT 135/2018-ME, o MR é obtido pela Equação 18.

$$MR = \frac{P}{|\Delta H|t} (0,2692 + 0,9976\mu) \quad (18)$$

Onde:

MR é o Módulo de Resiliência expresso em MPa;

P é a carga cíclica, expressa em N;

ΔH é o deslocamento horizontal (elástico ou resiliente);

t é a espessura (altura) do corpo de prova, expressa em mm;

μ é o coeficiente de Poisson.

3.2.4.4. Resistência à deformação permanente

Para medir a resistência à deformação permanente dos corpos de prova o ensaio uniaxial de carga repetida foi realizado seguindo o método de ensaio DNIT 184:2018. Os corpos de prova cilíndricos de cada tipo de mistura foram moldados no CGS com altura de

150 mm e diâmetro de 100 mm, com 7% de volume de vazios. O ensaio foi realizado utilizando o equipamento *Asphalt Mixture Performance Tester* (AMPT) da marca IPC Global®.

A princípio, os corpos de prova foram aquecidos em estufa a 60°C durante 3 horas. Um carregamento uniaxial cíclico compressivo de 204 kPa no formato *haversine*, com 0,1 s de aplicação e 0,9 s de repouso foi aplicado e 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*, onde as amostras já atingem a ruptura.

A finalidade do ensaio foi encontrar o *Flow Number* (FN) número relacionado ao ciclo que corresponde à taxa de deformação mínima obtido na curva de deformação viscoplástica vertical uniaxial acumulada versus número de ciclos. A taxa de deformação mínima corresponde ao menor valor da taxa de deformação plástica vertical adotado para definir o FN, sendo o ponto de passagem da zona secundária para a zona terciária. A passagem da zona secundária para a zona terciária caracteriza a ruptura pelo início do cisalhamento a volume constante. A deformação plástica vertical uniaxial medida pelos sensores pode ser obtida pela Equação 19.

$$\varepsilon_p = \frac{\Delta L_{pi}}{h_{r_i}} \quad (19)$$

Onde:

ε_p é a deformação plástica vertical uniaxial no LVDT_i, expressa em micro deformações;

ΔL_{pi} é o deslocamento plástico vertical uniaxial no LVDT_i, expresso em milímetros (mm);

h_{r_i} é a altura de referência da medida do deslocamento plástico vertical uniaxial no LVDT_i, expresso em milímetros (mm).

3.2.4.5. Vida de fadiga

A vida de fadiga foi avaliada por meio do ensaio de fadiga por compressão diametral à tensão controlada com método normatizado pela DNIT 183:2018. Para tanto, corpos de prova cilíndricos compactados no CGS com 100 mm de diâmetro e 64 mm de altura foram submetidos à compressão diametral, gerando um estado biaxial de tensão de tração perpendicular à direção da carga aplicada.

Por meio do equipamento UTM-25 a aplicação da carga se dá na forma de pulsos de carregamento *haversine* sob frequência de 1 Hz, que compreende 0,1 s de aplicação seguido de 0,9 s de descanso. Ao longo do ensaio, a deformação devido à tração aumenta até provocar a ruptura do corpo de prova na parte central do plano diametral vertical.

Por meio do sensor de descolamento do atuador da UTM, a deformação dos corpos de prova foi medida. O critério de parada do ensaio foi caracterizado pelo descolamento final do atuador de 8 mm, garantindo a ruptura completa dos corpos de prova. Para avaliar a vida de fadiga da mistura, o número de ciclos de carregamento (N), que provoca a ruptura do corpo de prova, foi registrado a cada nível de tensão.

Quatro cargas diferentes foram adotadas no ensaio visando gerar quatro níveis de tensão cujos valores estejam entre 5% e 40% da resistência à tração indireta da mistura asfáltica. Foram adotados 25%; 30%; 35% e 40% da RT de cada uma das misturas ensaiadas.

Por fim, determinou-se o valor de N para cada amostra e foram construídas as curvas correspondentes em função da deformação de tração inicial (ϵ_i) e da diferença de tensões no centro da amostra ($\Delta\sigma$), ambas representadas em escala log-log para todos os níveis de tensão avaliados. Em seguida, ajustou-se uma linha de tendência aos dados de cada mistura por meio de regressão linear, adotando-se coeficiente de determinação mínimo de 0,8, conforme o modelo de previsão de fadiga de Wöhler (Equações 20 e 21).

$$N = K_2 \left(\frac{1}{\epsilon_i} \right)^{n_2} \quad (20)$$

$$N = K_3 \left(\frac{1}{\Delta\sigma} \right)^{n_3} \quad (21)$$

3.2.5. Medição da autocura

A fim de compreender de maneira mais aproximada o comportamento de autocura dos materiais asfálticos envolvidos na pesquisa, investigou-se a capacidade de cura nos ligantes asfálticos e na mistura asfáltica antes e após a adição das fibras de ácido graxo a partir de comparações entre os IC's das amostras. Para cada material, o IC foi mensurado e calculado utilizando diferentes métodos, os quais serão descritos nas seções a seguir.

3.2.5.1. Ligante asfáltico

A avaliação da autocura do ligante asfáltico com e sem adição de fibras foi estudada em microescala por meio de análises em Microscopia Ótica (MO). As etapas adotadas para o estudo da autocura nas amostras em estudo estão descritas a seguir.

3.2.5.1.1. Preparação das amostras

Inicialmente, o ligante de referência foi aquecido a 130 °C até atingir o estado fluido. Posteriormente, foram adicionadas fibras no teor de 5% em relação ao peso do ligante. Após 10 min de mistura cautelosamente manual, o ligante modificado foi submetido ao equipamento de cisalhamento de alta velocidade a 400 rpm e 130 °C durante 30 min, resultando na produção de ligante modificado com fibras de proporções variadas de alginato/rejuvenescedor. As etapas de adição de 5% de fibra no recipiente onde a modificação do ligante ocorreu e mistura manual podem ser vistas na Figura 46.

Figura 46: a) adição de 5% de fibras ao recipiente no qual efetuou-se a modificação do ligante; b) mistura manual durante 10 min.

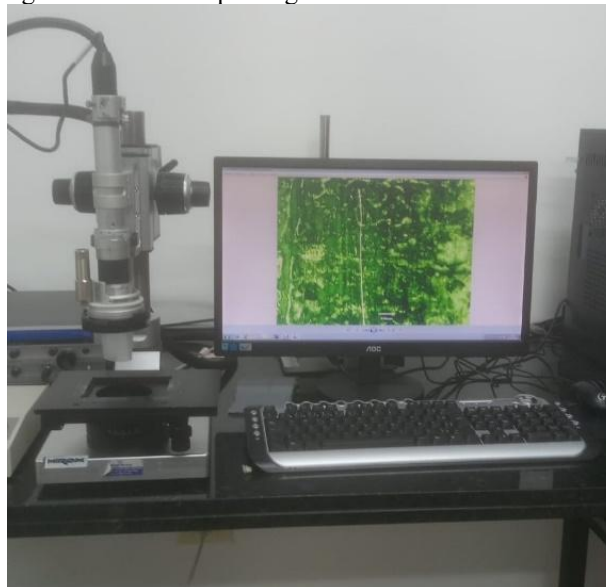


Fonte: Arquivo pessoal.

3.2.5.1.2. Medição da autocura do ligante asfáltico

Os métodos de microscopia, incluindo MEV, MFA, entre outros, são geralmente usados para investigar o processo de cura em materiais asfálticos (SUN *et al.*, 2018). Portanto, para avaliar a morfologia do ligante asfáltico em microescala, o teste MO foi adotado e sua metodologia consistiu em introduzir uma fissura artificialmente e monitorar o seu processo de cura a cada 10 minutos à 25 °C. Para o ensaio, foi utilizado um microscópio digital, modelo KH-1300 (Figura 47). O software utilizado na análise das imagens foi o 2D Measure e a lente adotada no registro das imagens foi a MX(G) – 5040z com aumento de 50x.

Figura 47: Microscópio Digital utilizado no ensaio de MO.



Fonte: Arquivo pessoal.

Após a obtenção de imagens das fissuras, o MATLAB Image Processing Toolbox foi adotado para medir os comprimentos e larguras das fissuras em cada intervalo de cura. O IC de cada amostra foi calculado para cada intervalo de tempo de acordo com a Equação 22.

$$IC_{ti} = \frac{A_0 - A_{ti}}{A_0} \times 100\% \quad (22)$$

Onde: IC_{ti} corresponde ao índice de cura em um determinado tempo de repouso t_i ; A_0 corresponde à área inicial da trinca; e A_{ti} corresponde à área da trinca após um determinado tempo de cicatrização t_i .

3.2.5.2. Mistura asfáltica

O procedimento metodológico para estudo da autocura das misturas asfálticas e, conseqüentemente, obtenção de seus respectivos IC's, foi dividido em cinco etapas. A avaliação de autocura da mistura asfáltica foi realizada em microescala por meio de análises em MicroTC. E, em macroescala, a autocura foi avaliada por meio do ensaio SCB. Os ensaios SCB e MicroTC foram realizados de maneira cooperativa, utilizando os mesmos corpos de prova para ambos, de modo que fosse possível obter resultados mais representativos.

O ensaio SCB consistiu em dois momentos, SCB monotônico e SCB dinâmico com carga cíclica. Para a análise da falha por fadiga, Fan *et al.* (2023) explicam que o uso do SCB dinâmico se mostra mais benéfico do que o SCB monotônico, pois proporciona as condições

de teste mais próximas ao ambiente de carga de fadiga do pavimento real. Desse modo, o SCB monotônico teve o intuito de encontrar os valores da força máxima resistida e o correspondente deslocamento do atuador de corpos de prova semicirculares, como fizeram Fakhri *et al.* (2022), Liu *et al.* (2023), Loureiro *et al.* (2023), Yang *et al.* (2023) e Yang *et al.* (2023b).

Após a conclusão do SCB monotônico, iniciou-se o SCB dinâmico com carga cíclica por meio do qual foi calculado o IC avaliando o número de ciclos que promove a ruptura da amostra (N_f) antes e após o período de descanso de 24 horas, o qual foi denominado IC_{N_f} . Os métodos utilizados nesta etapa foram baseados nos estudos de Jiang *et al.* (2019), Qiu *et al.* (2020), Yuan *et al.* (2020), Zhu *et al.* (2020), Cheng *et al.* (2022), Lin *et al.* (2022) e Silva (2022).

O IC também foi determinado a partir das análises de MicroTC. Os mesmos corpos de prova utilizados no ensaio SCB dinâmico foram escaneados antes do carregamento e após o período de descanso. A partir dessas imagens, foram obtidos os volumes de vazios em cada condição, os quais foram empregados no cálculo do índice de cura correspondente, denominado IC_{V_V} .

Estudos recentes também utilizaram análises em TC para obter a estrutura interna de amostras submetidas ao processo de autocura (SHU *et al.*, 2020; LIN *et al.*, 2022; ZHAO *et al.*, 2022; JING *et al.*, 2023). Na Figura 48 verifica-se a configuração do equipamento para obtenção da imagem do ensaio de tomografia computadorizada de raios X em um corpo de prova SCB feito por Lin *et al.* (2022).

Figura 48: Ensaio de tomografia computadorizada de raios X em um corpo de prova SCB.



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

A preparação das amostras, bem como as etapas adotadas no estudo da autocura das misturas asfálticas estão descritas nos itens subsequentes.

3.2.5.2.1. Preparação do corpo de prova

A confecção dos corpos de prova para a realização do ensaio SCB foi executada conforme SILVA (2022) e JIANG *et al.* (2019). Para tanto, inicialmente os corpos de prova foram compactados no CGS, com geometria cilíndrica de 150 mm de diâmetro e altura de 50 mm, como critério fixado de parada, mantendo a proporção de 4% de volume de vazios.

Para a produção de amostras semicirculares, os corpos de prova provenientes do CGS foram serrados por meio de uma serra de disco diamantado de corte seco e um entalhe com 10 mm de profundidade foi feito na base da amostra.

Uma das faces do corpo de prova foi pintada na cor branca com tinta PVA, como feito por Silva (2022), para facilitar a visualização das fissuras formadas (Figura 49).

Figura 49: Amostra SCB com uma das faces pintada na cor branca.



Fonte: Silva (2022).

3.2.5.2.2. Etapa 1) Ensaio SCB monotônico

Inicialmente o ensaio SCB foi realizado até a ruptura com o intuito de obter a carga máxima resistida para cada tipo de amostra. A configuração de ensaio adotada foi de 25 °C e 0,08 kN/min. A carga de pico (ou carga máxima resistida) denomina-se C_{max} (kN) e o deslocamento máximo do atuador correspondente denomina-se D_{max} (mm).

Nesta etapa, foram determinados os parâmetros associados à mecânica da fratura utilizados para avaliar a influência da adição das fibras na resistência à fissuração da mistura asfáltica. Os parâmetros extraídos foram a energia de fratura (J_c) e a inclinação inicial da curva carga–deslocamento (S). Esses parâmetros permitiram comparar o efeito de cada tipo

de fibra sobre a capacidade da mistura de resistir o avanço da fissura. A obtenção dos valores de J_c e S foi realizada por meio do software *Illinois Center for Transportation*, conforme os procedimentos recomendados para análise de ensaios SCB.

Na condução do ensaio, um suporte típico para o ensaio de SCB foi utilizado, composto por dois roletes de aço e uma peça base para suporte dos roletes, com distanciamento de 120 mm entre o eixo. Na aplicação do carregamento foi utilizada a UTM-25.

Ainda nesta etapa, registros fotográficos foram feitos em diferentes momentos com o intuito de registrar o processo de evolução da fissura, como feito por Lin *et al.* (2022). O autor utilizou uma câmera industrial semicondutora de óxido de metal complementar – *complementary metal oxide semiconductor* (CMOS) para registrar todo o processo. O posicionamento de todo o aparato para registro da evolução das fissuras feita por Lin *et al.* (2022) pode ser visto na Figura 50. Na pesquisa em questão, uma câmera de alta resolução com 50MP, 10MP e 12MP para *wide*, *tele* e *ultra wide*, respectivamente, foi utilizada. A câmera também possui abertura de $f/1.8$, $f/2.4$ e $f/2.2$ para *wide*, *tele* e *ultra wide*, respectivamente.

Figura 50: Sistema de carregamento de teste SCB gravado por câmera digital industrial CMOS.



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

Após o delineamento da fissura em cada intervalo de tempo, as imagens foram processadas em softwares CAD. Com isso, foi possível determinar a taxa de propagação da fissura (mm/min) a partir da variação do perímetro da fissura (L) entre intervalos sucessivos de 3 minutos. Esse procedimento baseou-se na metodologia proposta por Zhu *et al.* (2020), que investigaram a propagação de fissuras em corpos de prova semicirculares submetidos

ao ensaio SCB em diferentes condições. A Taxa de Propagação da Fissura (R_p) foi calculada por meio da Equação 23.

$$R_p(mm/min) = \frac{L_i}{t_i - t_0} \quad (23)$$

Onde: L_i corresponde ao perímetro da fissura no intervalo de tempo considerado, t_0 representa o tempo inicial e t_i o tempo referente ao avanço da fissura.

A partir do cálculo da taxa de propagação da fissura foi possível obter a Redução da Taxa de Propagação da Fissura (RR_p) para cada amostra em comparação à mistura de referência sem fibras, conforme Equação 24.

$$RR_p(\%) = \frac{R_{p_0} - R_{p_i}}{R_{p_0}} \times 100 \quad (24)$$

Onde: R_{p_0} corresponde à taxa de propagação da fissura da mistura sem fibras e R_{p_i} refere-se à mistura com adição de fibras considerada.

3.2.5.2.3. Etapa 2) Ensaio SCB dinâmico

Após a conclusão do ensaio SCB monotônico, iniciou-se, no mesmo aparato, o ensaio SCB dinâmico à 25 °C, utilizando um novo corpo de prova. Segundo Cheng *et al.* (2022) a escolha do nível de tensão em ensaios de fadiga sob controle de tensão exerce influência significativa no desempenho à fadiga do material. Nesta pesquisa adotou-se como nível de tensão o valor de $C_{m\acute{a}x}$ obtido no ensaio monotônico prévio. A utilização desse nível mais elevado de dano teve por objetivo acelerar o procedimento de teste e avaliar sua influência na capacidade de autocura das misturas estudadas.

Para o carregamento selecionado, o corpo de prova foi submetido a uma solicitação senoidal sob controle de tensão, com frequência de 10 Hz. Durante todo o ensaio dinâmico, foram registradas leituras correlacionando o número de ciclos ao deslocamento do atuador.

O critério de parada do ensaio foi atingido quando o deslocamento do atuador alcançou o valor máximo correspondente à carga de pico determinada na etapa monotônica ($D_{m\acute{a}x}$). O valor de N_{f1} foi obtido relacionando-se esse deslocamento máximo ao número de ciclos correspondente na curva carga–deslocamento. De posse desses resultados, deu-se início à etapa destinada à avaliação da autocura dos corpos de prova.

3.2.5.2.4. Etapa 3) Ensaio SCB dinâmico e início do estudo da autocura

Para dar início à etapa de avaliação da autocura, um novo corpo de prova foi submetido ao ensaio SCB dinâmico à 25 °C com aplicação de $C_{máx}$. Diferentemente da etapa anterior, o critério de parada foi definido como uma fração do N_{f1} obtido previamente. A adoção de apenas uma parcela do número total de ciclos que conduz o corpo de prova à ruptura como critério de parada tem por finalidade gerar fissuras de menor extensão, mantendo a amostra predominantemente em um regime de microfissuração. Essa condição favorece o fechamento das fissuras e maximiza o efeito do processo de autocura.

Com base na metodologia proposta por Silva (2022), o valor adotado nesta pesquisa foi correspondente a 35% de N_{f1} , de modo que o número de ciclos aplicado foi definido como $N_h = 0,35 \times N_{f1}$.

Após a conclusão do ensaio SCB dinâmico, as amostras foram posicionadas em moldes metálicos e aquecidas por 4 h a 40 °C para diminuir o tempo de autocura, conforme recomendado por Kargari *et al.* (2022) e Silva (2022). Em seguida, foram submetidas a um período de descanso de 24 h a 25 °C. A Figura 51 apresenta um corpo de prova posicionado no molde metálico antes de ser levado à estufa.

Figura 51: Corpo de prova posicionado no molde metálico para um período de descanso de 4 h em estufa à 40 °C.



Fonte: Arquivo pessoal.

3.2.5.2.5. Etapa 4) Ensaio MicroTC e obtenção do IC_{VV}

Nesta etapa, a MicroTC foi utilizada para determinar o volume de vazios das amostras em dois momentos distintos: (i) antes de qualquer aplicação de carregamento dinâmico, condição denominada Vv_1 , e (ii) após o período de 24 h de descanso subsequente

ao procedimento de aquecimento, representando o estado final do processo de cura, denominado Vv_2 .

As análises de MicroTC não puderam ser realizadas considerando a geometria semicircular completa dos corpos de prova ensaiados, uma vez que suas dimensões gerariam distorções nas imagens e poderiam comprometer a interpretação dos resultados. Por esse motivo, foi selecionada apenas uma região representativa da amostra, com dimensões aproximadas de 50 mm × 50 mm × 50 mm, a qual foi utilizada para todas as análises tomográficas.

A partir dos valores de volume de vazios, o índice de cura baseado em MicroTC (IC_{Vv}) foi calculado pela razão entre o volume de vazios antes do carregamento dinâmico e o volume de vazios após o período de cura, conforme a Equação 25:

$$IC_{Vv} = \frac{Vv_1}{Vv_2} \times 100\% \quad (25)$$

As análises foram realizadas utilizando um equipamento de MicroTC modelo Phoenix V|tome|x M300, equipado com microfoco de 300 kV e nanofoco de 180 kV. O ensaio foi conduzido no Núcleo de Tecnologias Estratégicas em Saúde (NUTES), da Universidade Estadual da Paraíba (UEPB).

O processamento e a segmentação das imagens tomográficas foram realizados no software Avizo Fire, versão 8.1, que opera com base na análise de imagens em escala de cinzas, nas quais cada voxel é associado a um valor digital de intensidade correspondente ao coeficiente de atenuação linear dos raios X do material. Materiais de maior densidade apresentam maior atenuação e, conseqüentemente, valores digitais mais elevados, sendo representados por tonalidades mais claras; já materiais de baixa densidade apresentam menor atenuação e são representados por valores mais baixos, próximos ao preto. Considerando que os vazios da mistura asfáltica são preenchidos por ar atmosférico, cuja densidade é praticamente desprezível em relação aos agregados e ao ligante asfáltico, essa fase corresponde aos menores valores de intensidade no histograma de níveis de cinza, permitindo sua identificação por meio da aplicação de um limiar de segmentação nos intervalos inferiores da escala, possibilitando a adequada individualização e quantificação da porosidade.

A Figura 52 apresenta o equipamento utilizado, enquanto a Figura 53 mostra um corpo de prova durante a realização da análise.

Figura 52: Equipamento micro CT do NUTES.



Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 53: TC em uma das amostras analisadas.



Fonte: Arquivo pessoal.

3.2.5.2.6. Etapa 5) Ensaio SCB dinâmico pós-cura e obtenção do IC_{Nf}

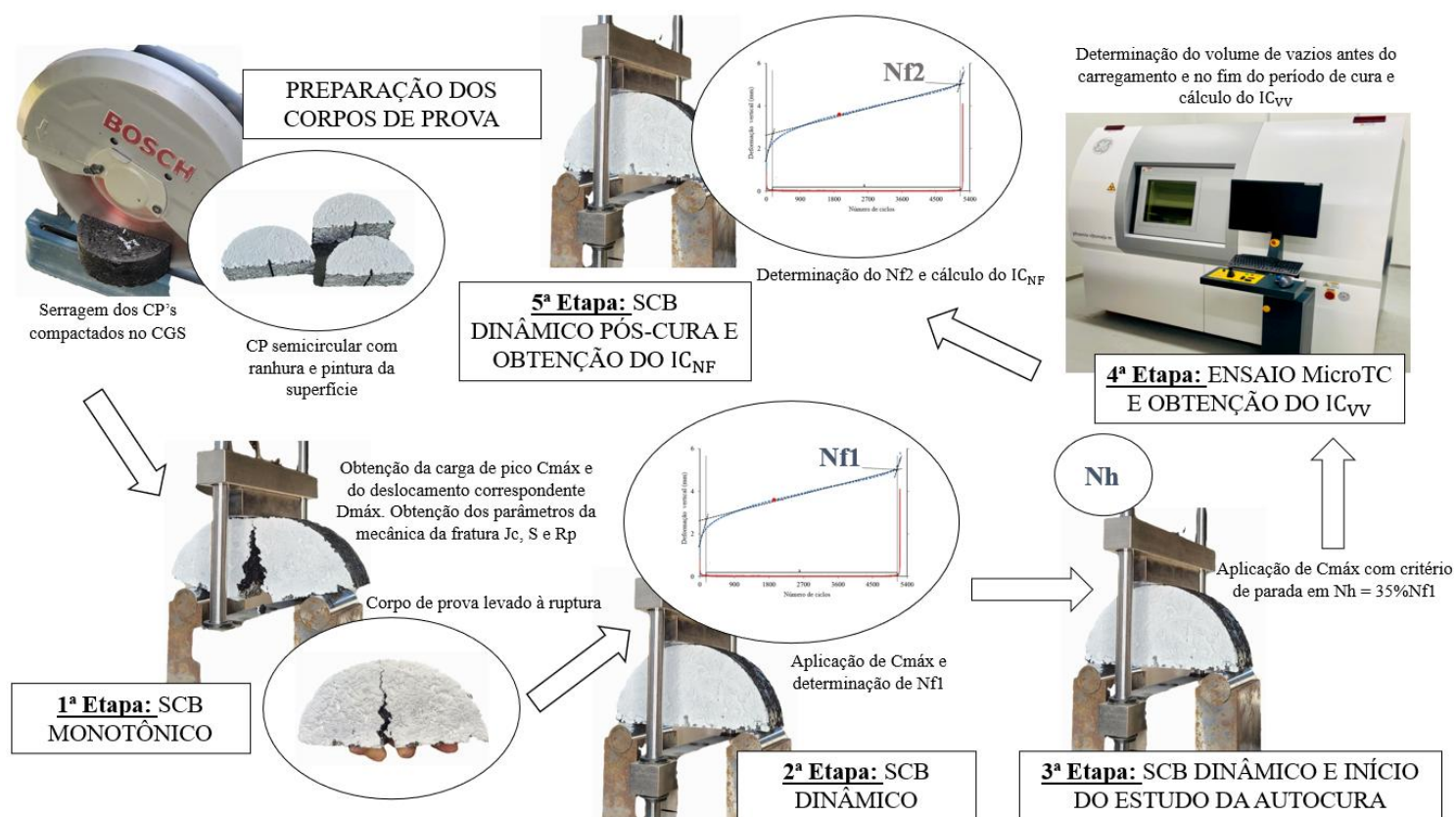
Ao término do período de descanso as amostras foram submetidas ao ensaio de SCB dinâmico novamente com aplicação da C_{max} , tendo como critério de parada o $D_{máx}$, como feito na etapa 3. Em seguida, encontrou-se o valor do número de ciclos correspondente ao $D_{máx}$, denominado N_f . O índice de cura IC_{Nf} das amostras é calculado pela razão entre o

número de ciclos até a ruptura após o período de cura (Nf_2) e o número de ciclos até a ruptura antes do período de cura (Nf_1), conforme Equação 26.

$$IC_{Nf} = \frac{Nf_2}{Nf_1} \times 100\% \quad (26)$$

Na Figura 54 é possível visualizar o fluxograma que resume as etapas do estudo da autocura nos corpos de prova de mistura asfáltica.

Figura 54: Fluxograma do estudo de autocura na mistura asfáltica.



4. RESULTADOS

Neste tópico foram apresentados e discutidos os resultados referentes aos ensaios e análises feitas no ligante asfáltico e na mistura asfáltica com e sem adição de fibras de ácido graxo.

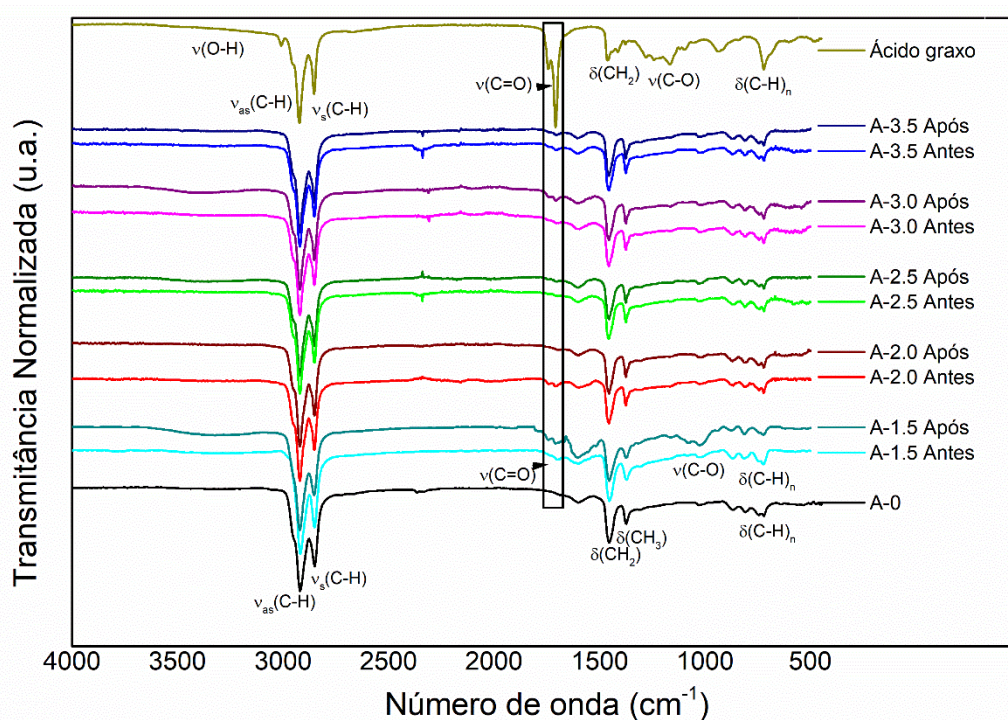
4.1. Ensaios químicos com o ligante asfáltico

Para o ligante asfáltico, a análise dos resultados obtidos por meio dos ensaios químicos foi apresentada a seguir.

4.1.1. Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)

A Figura 55 apresenta os espectros de FTIR das amostras de ligante asfáltico com e sem adição de fibras, bem como o espectro do ácido graxo isolado.

Figura 55: Espectros de FTIR para as amostras de ligante com e sem fibras e para a amostra de ácido graxo.



Em relação à caracterização do ligante, as principais bandas de absorção indicativas de sua composição química podem ser confirmadas pela presença de regiões típicas de compostos hidrocarbonetos. Estas são caracterizadas por picos de alta intensidade associados às vibrações de estiramento (deformações axiais) de grupos alifáticos saturados, localizadas na faixa de 3000–2800 cm^{-1} . Nessa região foram observados picos em 2951 cm^{-1}

e 2867 cm^{-1} , correspondentes ao estiramento assimétrico e simétrico dos grupos metil (CH_3), respectivamente, e em 2919 cm^{-1} e 2850 cm^{-1} , associados ao estiramento assimétrico e simétrico dos grupos metileno (CH_2). Além disso, um pico em 2890 cm^{-1} foi atribuído ao estiramento do grupo metino (CH), sobrepondo-se parcialmente ao sinal de 2919 cm^{-1} .

Picos de baixa intensidade foram identificados entre 2000 e 1700 cm^{-1} , representando bandas harmônicas e de combinação tipicamente associadas a estruturas aromáticas substituídas, juntamente com sinais menores atribuídos ao estiramento carbonílico ($\text{C}=\text{O}$) na faixa de 1760 – 1700 cm^{-1} , o que sugere uma presença limitada de funcionalidades contendo carbonila. O pico próximo a 1600 cm^{-1} indica a presença de estiramento $\text{C}=\text{C}$ em anéis aromáticos, enquanto o pico em torno de 1478 cm^{-1} é frequentemente sobreposto pela deformação angular de grupos metileno em 1455 cm^{-1} . Essa deformação angular é coerente com os picos de deformação axial de grupos metileno (2921 e 2850 cm^{-1}). De forma análoga, o pico em 1373 cm^{-1} , atribuído à deformação angular de grupos metil (CH_3), corresponde adequadamente aos seus picos de estiramento axial em 2952 e 2869 cm^{-1} . O pico observado próximo a 720 cm^{-1} corresponde às vibrações de balanço de longas cadeias de carbono saturadas $(\text{CH}_2)_n$, com $n \geq 4$, confirmando a natureza orgânica do ligante, composta por componentes saturados, insaturados e aromáticos.

Na Figura 55 podem ser observadas bandas de absorção como indicadores de oxidação. Notadamente, as bandas na região de 1760 – 1700 cm^{-1} correspondem ao estiramento $\text{C}=\text{O}$, enquanto aquelas entre 1250 e 1000 cm^{-1} estão associadas ao estiramento $\text{C}-\text{O}$, particularmente em torno de 1030 cm^{-1} . Uma banda larga adicional entre 3200 e 3600 cm^{-1} corresponde ao estiramento $\text{O}-\text{H}$, indicativo da presença de grupos hidroxila, também característicos de espécies oxidadas.

No espectro do ácido graxo isolado, picos distintos aparecem próximos de 1715 e 1745 cm^{-1} , correspondendo às vibrações de estiramento carbonílico de ácidos carboxílicos e ésteres residuais formados durante a acidificação do lodo. Esses sinais também são detectados nos espectros dos ligantes contendo adições de fibras, com intensidades proporcionais ao teor de ácido graxo liberado em cada formulação de fibra.

Bandas de absorção próximas a 1032 cm^{-1} são atribuídas a grupos sulfóxido ($\text{S}=\text{O}$), enquanto bandas em 748 , 807 e 860 cm^{-1} estão relacionadas à flexão fora do plano $\text{C}-\text{H}$ em estruturas aromáticas. A razão de absorbância entre o pico carbonílico em 1700 cm^{-1} e o pico aromático $\text{C}=\text{C}$ em 1600 cm^{-1} pode servir como indicador do nível de oxidação do ligante após o envelhecimento. Assim, o monitoramento da evolução dessas características

espectrais permitiu avaliar o impacto e o desempenho das fibras estudadas na estabilidade oxidativa do ligante asfáltico.

Em se tratando da presença de ácido graxo antes e após o corte manual das amostras com fibras, observou-se que as amostras já apresentam, antes do corte manual, sinais da presença de ácido graxo na matriz asfáltica, identificados principalmente pela banda de carbonila (ν C=O) em torno de 1700 cm^{-1} e pelas bandas associadas ao estiramento C–O, na região entre 1200 e 1000 cm^{-1} , ausentes ou pouco pronunciadas no A-0. Contudo, após o corte manual das fibras, observa-se a intensificação dessas bandas nas amostras modificadas, indicando uma liberação mais efetiva do ácido graxo para o ligante asfáltico, o que confirma o rompimento das fibras e, conseqüentemente, liberação do ácido graxo na matriz asfáltica das amostras.

Informações qualitativas relevantes sobre o estado de oxidação do ligante podem ser fornecidas por meio da presença e evolução da banda de absorção de carbonila em torno de 1700 – 1730 cm^{-1} , relacionada à formação de compostos oxidados, como ácidos carboxílicos, aldeídos e cetonas, bem como a banda de sulfóxidos em aproximadamente 1030 cm^{-1} . Observou-se que a banda de sulfóxidos, localizada em torno de 1030 cm^{-1} , não apresentou aumento significativo de intensidade nas amostras modificadas em relação ao ligante de referência, indicando ausência de avanço relevante do envelhecimento oxidativo.

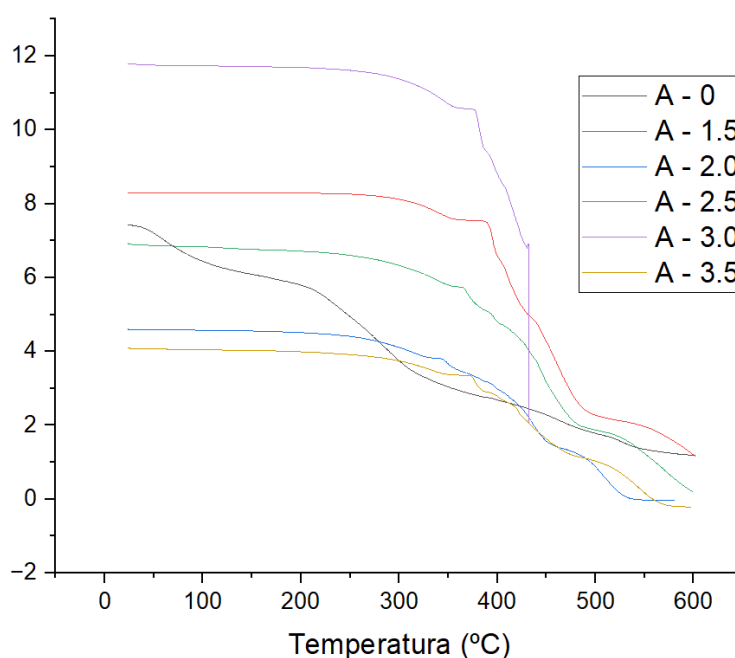
Em contrapartida, as amostras contendo fibras evidenciaram a intensificação da banda de carbonila (ν C=O) em torno de 1700 cm^{-1} , acompanhada pelo alargamento da região de estiramento C–O entre 1200 e 1000 cm^{-1} . Ressalta-se, entretanto, que a interpretação dos espectros FTIR das amostras analisadas requer a distinção entre as bandas associadas ao processo de oxidação do ligante e aquelas decorrentes da liberação do ácido graxo proveniente das fibras. Nesse contexto, observa-se que a intensificação dessas bandas está predominantemente relacionada à liberação do ácido graxo, e não ao envelhecimento oxidativo do ligante. Essa interpretação é reforçada pelo fato de que, após o corte manual das fibras, verificou-se uma intensificação ainda mais pronunciada dessas bandas.

Portanto, com base na análise conjunta dessas regiões espectrais verifica-se que os ligantes modificados com fibras não apresentaram diferença significativa da intensidade das bandas de carbonila e sulfóxido em relação ao ligante de referência. Desse modo, infere-se que não há avanço relevante do envelhecimento oxidativo no ligante asfáltico modificado com fibras de ácido graxo da borra de óleo de soja.

4.1.2. Análise termogravimétrica (TGA)

A Figura 56 ilustra os perfis de análise termogravimétrica (TGA) das amostras estudadas no presente estudo.

Figura 56: Análise termogravimétrica (TGA) das amostras de ligante asfáltico investigadas no presente estudo.



A análise termogravimétrica indicou que o ligante sem fibras apresentou temperatura inicial de decomposição em torno de 70 °C, enquanto que os ligantes modificados com fibras exibiram temperaturas iniciais de decomposição significativamente mais elevadas, indicando que a presença das fibras atuou retardando a volatilização precoce de frações leves das amostras modificadas, resultando em maior resistência à degradação térmica no ligante asfáltico.

De forma mais específica, as amostras contendo fibras com menores teores de ácido graxo (A-1,5 e A-2,0) apresentaram estabilidade térmica até aproximadamente 250–300 °C, enquanto aquelas com maiores teores de ácido graxo (A-2,5, A-3,0 e A-3,5) mantiveram estabilidade térmica até faixas ainda mais elevadas, próximas de 350–400 °C, antes do início mais acentuado da decomposição. Esse comportamento indica que o aumento do teor de ácido graxo encapsulado no interior das fibras contribuiu para o retardamento da degradação térmica do ligante, ampliando o intervalo de temperatura no qual o material permanece estruturalmente estável.

Como a área do pico é proporcional à perda de massa da amostra, tendências semelhantes foram observadas para todos os ligantes. No entanto, os ligantes contendo fibras apresentaram perda de massa predominantemente em um único estágio, sugerindo um processo de degradação térmica mais uniforme e controlado quando comparado ao ligante sem fibras. Acima de aproximadamente 500 °C, todas as amostras convergem para um comportamento semelhante, associado à decomposição térmica avançada do ligante. Neste sentido, a perda de massa observada foi atribuída principalmente à volatilização de resíduos poliméricos, de asfaltenos e à carbonização de materiais residuais. Contudo, até essa temperatura, as amostras com maior teor de ácido graxo apresentaram menores taxas iniciais de perda de massa, reforçando o efeito positivo das fibras na estabilidade térmica do sistema.

Dessa forma, infere-se que as fibras atuaram como agentes estabilizadores frente à degradação térmica do ligante asfáltico, sendo esse efeito progressivamente intensificado com o aumento do teor de ácido graxo encapsulado, o que evidencia seu papel relevante na mitigação dos danos associados aos processos de envelhecimento dos ligantes asfálticos.

4.2. Ensaios reológicos com o ligante asfáltico

Para o ligante asfáltico, a análise dos resultados obtidos por meio dos ensaios físicos e reológicos serão apresentados e discutidos a seguir.

4.2.1. Viscosidade rotacional

As Figuras 57 e 58 apresentam os valores de viscosidade obtidos em todas as temperaturas para as amostras ensaiadas antes e após RTFO, respectivamente, a fim de comparar o comportamento da viscosidade rotacional entre todas as amostras.

Figura 57: Curvas de Viscosidade X temperatura para todas as amostras antes do RTFO.

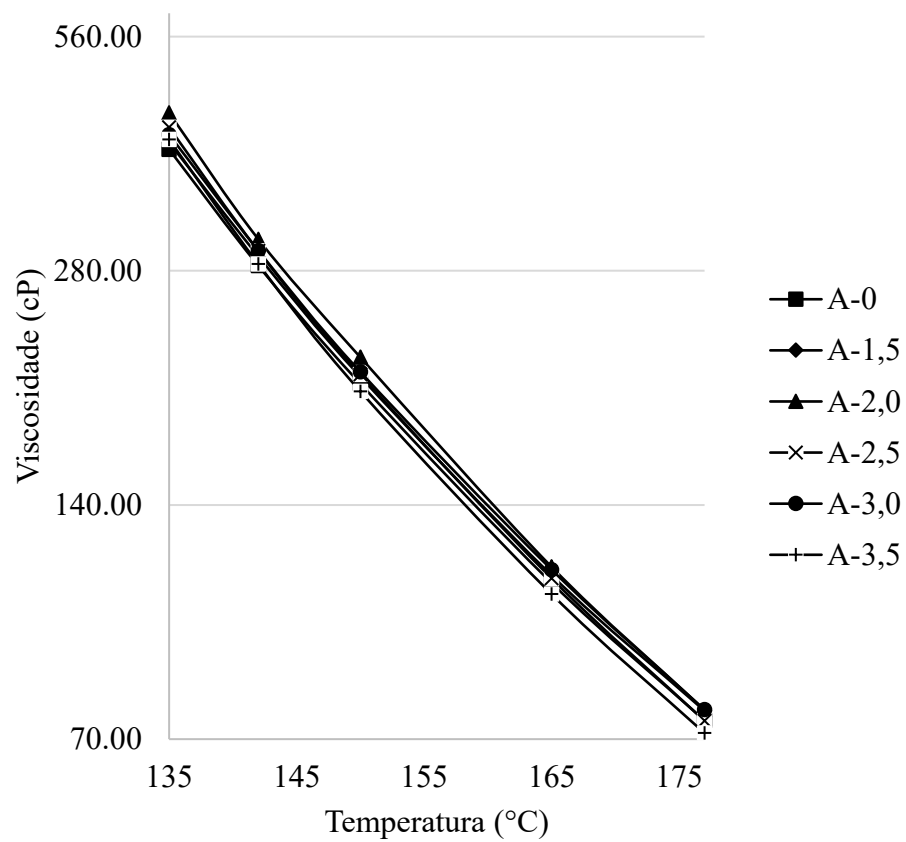
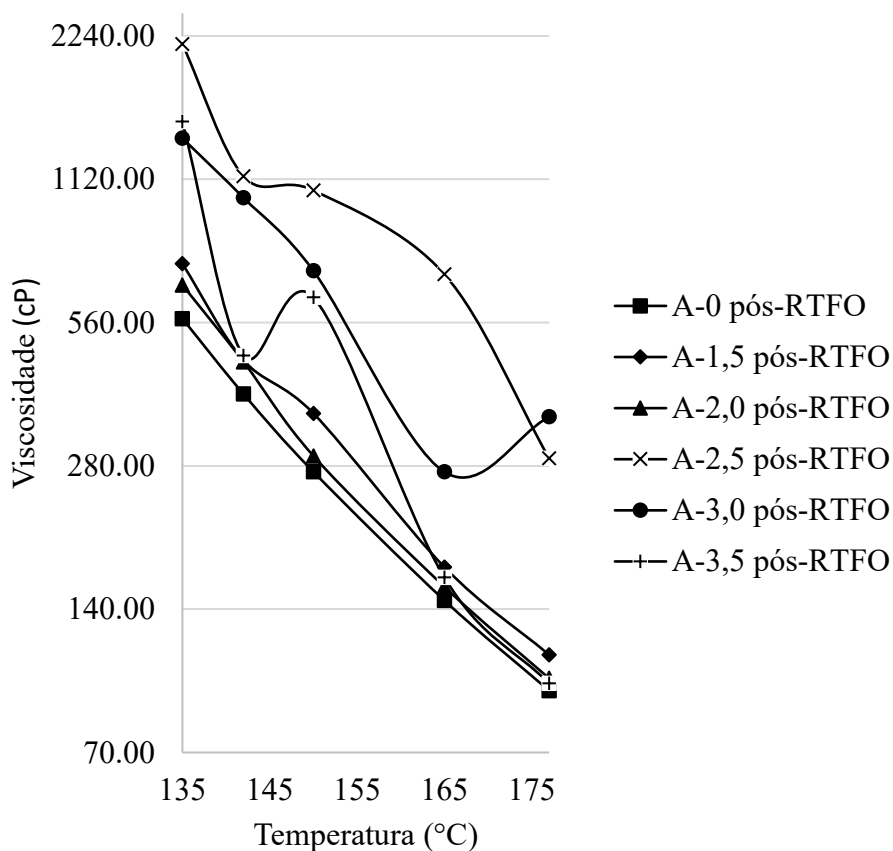


Figura 58: Curvas de Viscosidade X temperatura para todas as amostras após RTFO.



Antes do RTFO, observou-se uma tendência de aumento da viscosidade em todas as amostras com relação ao ligante de referência nas temperaturas de 135°C e 142°C. A partir de 150°C apenas a amostra A-3,5 exibiu valores de viscosidade menores que a amostra A-0, no entanto as demais amostras permaneceram exibindo valores maiores que o ligante de referência.

Para avaliar se o aumento dos valores de viscosidade das amostras e a redução da viscosidade da amostra A-3,5 em relação ao ligante de referência podem ser considerados estatisticamente significativos, foi realizado um teste de Análise de Variância (ANOVA) em delineamento de blocos ao acaso com significância de 5% por meio do *software* STATISTICA. Foi obtido um p-valor de 0,001536 para o efeito das amostras sobre a viscosidade, constatando-se a existência de diferença estatística em pelo menos uma das amostras. Para definir quais amostras evidenciaram diferenças significativas e identificar grupos homogêneos, o teste Tukey foi adotado. Os p-valores obtidos para a comparação de cada par de amostras podem ser vistos na Tabela 10.

Tabela 10: p-valor para cada par de amostras antes do RTFO.

Amostras	A-0	A-1,5	A-2,0	A-2,5	A-3,0	A-3,5
A-0		0,799832	0,001938	0,228022	0,259079	0,999995
A-1,5	0,799832		0,030030	0,889198	0,916971	0,859616
A-2,0	0,001938	0,030030		0,230463	0,202079	0,002534
A-2,5	0,228022	0,889198	0,230463		1,000000	0,279097
A-3,0	0,259079	0,916971	0,202079	1,000000		0,314669
A-3,5	0,999995	0,859616	0,002534	0,279097	0,314669	

Observa-se que apenas os valores referentes as amostras A-2,5 e A-3,0, por apresentarem p-valor maior que 5%, são considerados estatisticamente iguais ao restante. Os valores das amostras A-0, A-1,5 e A-3,5 podem ser considerados iguais entre si, contudo eles diferem dos demais. As amostras A-2,0, A-2,5 e A-3,0 evidenciaram os maiores valores de viscosidade e podem ser consideradas iguais entre si, dentre elas, destaca-se a amostra A-2,0 que, além de apresentar os maiores valores de viscosidade, foi a única amostra que evidenciou um aumento de viscosidade significativo em relação ao ligante de referência. Portanto, verifica-se que a adição de 5% das fibras em estudo não altera de forma significativa o valor da viscosidade do ligante asfáltico.

Após RTFO, todas as amostras evidenciaram valores de viscosidade maiores do que o ligante de referência em todas as temperaturas. Para avaliar se o aumento da viscosidade das amostras em relação a A-0 após RTFO pode ser considerado estatisticamente significativo, novamente foi realizado um teste ANOVA em delineamento de blocos ao acaso com significância de 5% por meio do *software* STATISTICA. Foi obtido um p-valor de 0,000102 para o efeito das amostras sobre a viscosidade, constatando-se a existência de diferença estatística em pelo menos uma das amostras. Para definir quais amostras evidenciaram diferenças significativas e identificar grupos homogêneos, o teste Tukey foi adotado. Os p-valores obtidos para a comparação de cada par de amostras podem ser vistos na Tabela 11.

Tabela 11: p-valor para cada par de amostras após RTFO

Amostras	A-0	A-1,5	A-2,0	A-2,5	A-3,0	A-3,5
A-0		0,993628	0,999662	0,000356	0,039900	0,388290
A-1,5	0,993628		0,999862	0,000892	0,116801	0,706531
A-2,0	0,999662	0,999862		0,000561	0,072685	0,558384
A-2,5	0,000356	0,000892	0,000561		0,229751	0,019079
A-3,0	0,039900	0,116801	0,072685	0,229751		0,794059
A-3,5	0,388290	0,706531	0,558384	0,019079	0,794059	

Verifica-se que houve diferenças significativas para todas as amostras. Os valores referentes as amostras A-0, A-1,5, A-2,0 e A-3,5 podem ser considerados estatisticamente iguais entre si, contudo diferem do restante. As amostras A-2,5 e A-3,0 também podem ser consideradas iguais entre si, além disso, foram as únicas amostras que evidenciaram valores estatisticamente maiores que o do ligante de referência.

Melo Neto (2022) estudou a adição de ácido graxo da borra do óleo de soja diretamente no ligante asfáltico e constatou que a viscosidade das amostras com adição de ácido graxo, tanto antes quanto após RTFO, era menor em relação ao ligante sem ácido. O autor explica que o ácido graxo influenciou na redução da viscosidade do ligante por se tratar de um material oleico.

No presente estudo o modo de introdução do ácido graxo foi por meio de fibras, assim sendo o material a reagir primeiramente com o ligante asfáltico seria o invólucro das fibras, isto é, o alginato de cálcio, que, por se tratar de um material polimérico, seria coerente esperar um aumento nos valores de viscosidade. Caso houvesse rompimento do invólucro das fibras e liberação do rejuvenescedor de seu interior, seria coerente esperar uma redução da viscosidade, como foi observado por Melo Neto (2022).

No presente estudo, os valores de viscosidade mantiveram-se estatisticamente iguais aos do ligante de referência e apenas as amostras A-2,0, A-2,5 pós RTFO e A-3,0 pós RTFO evidenciaram valores estatisticamente maiores. Esse comportamento sugere que não houve rompimento das fibras, nem liberação do ácido graxo de seu interior. Dessa forma, o aumento significativo da viscosidade nas amostras citadas pode ser atribuído ao invólucro de alginato de cálcio que envolve as fibras, por se tratar de um material polimérico.

Além disso, como não existe reação química entre as fibras e o ligante, no período em que a amostra está sem nenhum tipo de agitação, as fibras decantam para a base do recipiente devido a ação da gravidade. Para que esse comportamento não ocorra é necessário que o ligante modificado por fibras esteja em constante agitação para a obtenção de uma

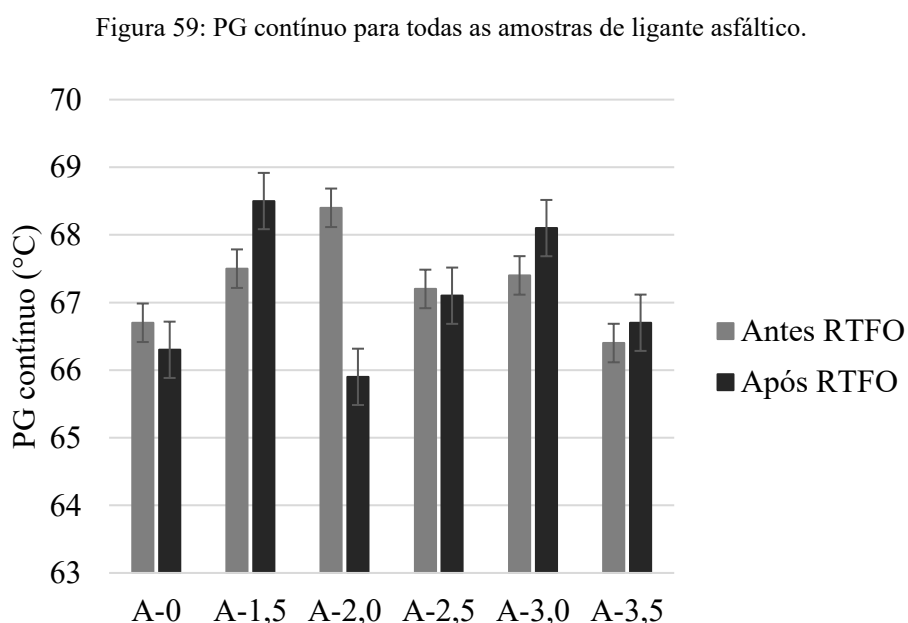
mistura o mais uniforme possível. Pode-se supor que, durante a realização do ensaio de viscosidade pós RTFO, nas amostras A-2,5 e A-3,0 houve decantação de uma determinada quantidade de fibras para a base do recipiente, proporcionando grande diferença entre seus valores de viscosidade.

Esse comportamento pode estar associado às fibras com maior teor de ácido graxo, as quais apresentam maior densidade em relação às fibras de menor teor, favorecendo um maior potencial de decantação para a base do recipiente. Ademais, esse efeito torna-se mais pronunciado após a realização do ensaio RTFO, em função do aumento da rigidez do ligante asfáltico, o que reduz sua capacidade de envolvimento e arraste das fibras, resultando em menor mobilidade do sistema e, conseqüentemente, na sedimentação das fibras. Embora a amostra A-3,5 não tenha apresentado valores de viscosidade estatisticamente superiores aos da amostra de referência, sua curva de comportamento reológico também se mostrou destoante, indicando a influência do fenômeno de segregação das fibras.

4.2.2. Grau de desempenho – PG

Para todas as amostras, antes e após RTFO, o ensaio de PG resultou nos mesmos valores, 64-XX. Desse modo, é possível afirmar que a adição de 5% de fibras com ácido graxo da borra de óleo de soja ao ligante de referência não interferiu na faixa de temperatura máxima de utilização do ligante.

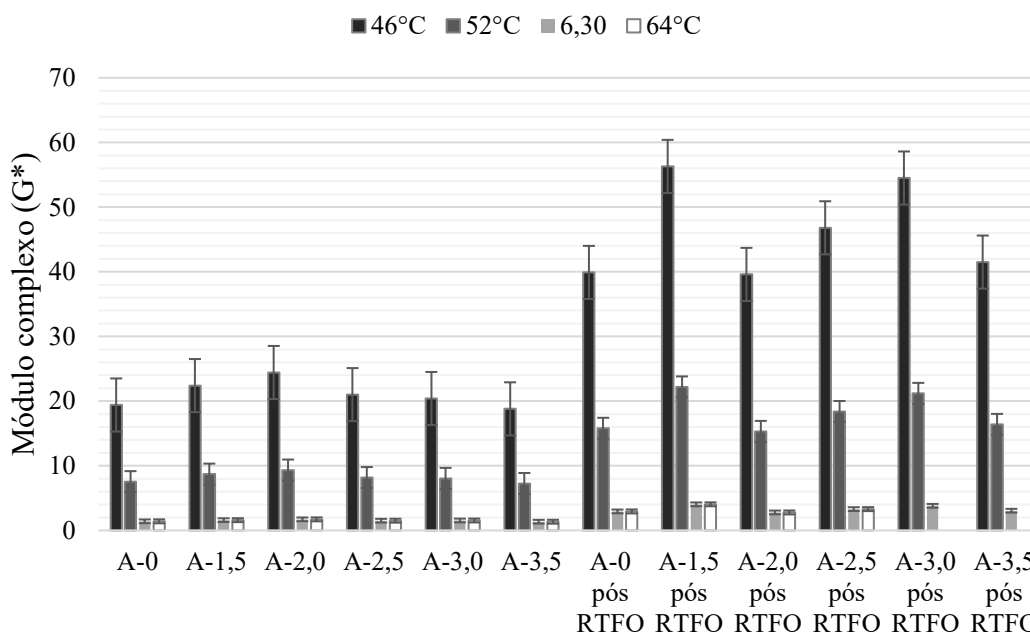
Os valores referentes ao ensaio de PG contínuo para todas as amostras podem ser vistos na Figura 59.



Antes do RTFO, todas as amostras exibiram valores de PG contínuo maior que a do ligante de referência, exceto a amostra A-3,5. Após RTFO, todas as amostras exibiram valores de PG contínuo maior que a do ligante de referência, exceto a amostra A-2,0. Entretanto, como todas as amostras exibiram valores dentro da faixa de utilização de 6°C recomendado para cada temperatura de PG, não é possível afirmar que a adição de fibras influenciou no aumento do PG do ligante de referência.

Outro parâmetro que foi possível avaliar com a realização do ensaio para obtenção do PG foi o G^* . Na Figura 60 é possível verificar os valores do G^* antes e após RTFO de todas as amostras em função da temperatura.

Figura 60: G^* em função da temperatura antes e após RTFO.



Antes do RTFO, observou-se que todas as amostras exibiram valores de G^* maiores que o do ligante de referência a 46°C. A partir de 52°C apenas a amostra A-3,5 exibiu valores menores do que a amostra A-0, contudo as demais amostras permaneceram exibindo valores de G^* maiores que o do ligante de referência.

Após RTFO, verificou-se que todas as amostras exibiram valores de G^* maiores que o do ligante de referência, exceto a amostra A-2,0, que exibiu valores menores de G^* em relação a A-0 em todas as temperaturas.

Para avaliar se o aumento dos valores de G^* para todas as amostras antes e após RTFO e a redução dos valores de G^* para as amostras A-3,5 e A-2,0 em relação ao ligante

de referência podem ser considerados estatisticamente significativos, foi realizado um teste ANOVA em delineamento de blocos ao acaso com significância de 5% por meio do *software* STATISTICA. Foi obtido um p-valor de 0,00144 para o efeito das amostras sobre o G^* , constatando-se a existência de diferença estatística em pelo menos uma das amostras. Para definir quais amostras evidenciaram diferenças significativas e identificar grupos homogêneos, o teste Tukey foi adotado. Os p-valores obtidos para a comparação de cada par de amostras podem ser vistos na Tabela 12.

Tabela 12: p-valor para cada par de amostras antes e após RTFO.

Amostra	A-0	A-1,5	A-2,0	A-2,5	A-3,0	A-3,5	A-0 pós RTFO	A-1,5 pós RTFO	A-2,0 pós RTFO	A-2,5 pós RTFO	A-3,0 pós RTFO	A-3,5 pós RTFO
A-0		1,000000	0,999998	1,000000	1,000000	1,000000	0,688338	0,042785	0,733781	0,295514	0,069589	0,591083
A-1,5	1,000000		1,000000	1,000000	1,000000	1,000000	0,846873	0,082568	0,879360	0,456043	0,129191	0,768314
A-2,0	0,999998	1,000000		1,000000	1,000000	0,999992	0,918131	0,121814	0,939815	0,571499	0,185266	0,860057
A-2,5	1,000000	1,000000	1,000000		1,000000	1,000000	0,779022	0,061239	0,818561	0,376934	0,097596	0,689084
A-3,0	1,000000	1,000000	1,000000	1,000000		1,000000	0,755679	0,055648	0,797094	0,353872	0,089227	0,663120
A-3,5	1,000000	1,000000	0,999992	1,000000	1,000000		0,646722	0,036546	0,693752	0,264098	0,059910	0,548375
A-0 pós RTFO	0,688338	0,846873	0,918131	0,779022	0,755679	0,646722		0,906391	1,000000	0,999945	0,962227	1,000000
A-1,5 pós RTFO	0,042785	0,082568	0,121814	0,061239	0,055648	0,036546	0,906391		0,878116	0,998246	1,000000	0,950230
A-2,0 pós RTFO	0,733781	0,879360	0,939815	0,818561	0,797094	0,693752	1,000000	0,878116		0,999840	0,946199	1,000000
A-2,5 pós RTFO	0,295514	0,456043	0,571499	0,376934	0,353872	0,264098	0,999945	0,998246	0,999840		0,999833	0,999996
A-3,0 pós RTFO	0,069589	0,129191	0,185266	0,097596	0,089227	0,059910	0,962227	1,000000	0,946199	0,999833		0,983816
A-3,5 pós RTFO	0,591083	0,768314	0,860057	0,689084	0,663120	0,548375	1,000000	0,950230	1,000000	0,999996	0,983816	

Observa-se que parte das amostras exibem valores estatisticamente iguais, dentre eles estão: A-1,5, A-2,0, A-2,5, A-3,0, A-0 pós RTFO, A-2,0 pós RTFO, A-2,5 pós RTFO, A-3,0 pós RTFO e A-3,5 pós RTFO. Contudo, as amostras A-0 e A-3,5, que exibiram os menores valores de G^* e são estatisticamente iguais entre si, apresentam diferenças significativas em relação a amostra A-1,5 pós RTFO. Antes do RTFO, todas as amostras exibiram valores de G^* estatisticamente iguais ao ligante de referência em todas as temperaturas ensaiadas. Após RTFO, apenas a amostra A-1,5 exibiu um valor consideravelmente maior que o ligante de referência. Portanto, pode-se afirmar que a adição de fibras ao ligante asfáltico não influencia significativamente no aumento do G^* e, conseqüentemente, não influencia significativamente no aumento de rigidez do ligante asfáltico.

Melo Neto (2022) adicionou ácido graxo da borra de óleo de soja diretamente no ligante asfáltico e observou que os ligantes modificados exibiram G^* menores com a elevação da temperatura, o que indica redução da rigidez com a adição de ácido graxo no ligante asfáltico.

Sabe-se que, no presente estudo, a forma de inserção do ácido graxo ao ligante asfáltico foi por meio de fibras, diferente do que foi feito por Melo Neto (2022), desse modo a redução de G^* observada pelo autor não ocorreu nas amostras em estudo. Por esta causa, supõe-se que as fibras permaneceram estáveis no intervalo de temperaturas estudado, não havendo rompimento e, portanto, liberação do rejuvenescedor. De posse dessas informações constata-se que a estabilidade dos valores de G^* e, conseqüentemente, de rigidez, pode ser atribuída ao componente formado no invólucro das fibras, o alginato de cálcio, por se tratar de um material polimérico.

Observou-se também que o G^* de todas as amostras, antes e após RTFO, reduziu conforme o aumento da temperatura. Por meio do teste ANOVA realizado, também foi possível avaliar se a redução dos valores de G^* com o aumento da temperatura pode ser considerada estatisticamente significativa ou não. Foi obtido um p-valor = 0 para o efeito da temperatura sobre o G^* , constatando-se a existência de diferença estatística em pelo menos uma das amostras. Para definir quais amostras evidenciaram diferenças significativas e identificar grupos homogêneos, o teste Tukey foi adotado. Os p-valores obtidos para a comparação de cada par de amostras podem ser vistos na Tabela 13.

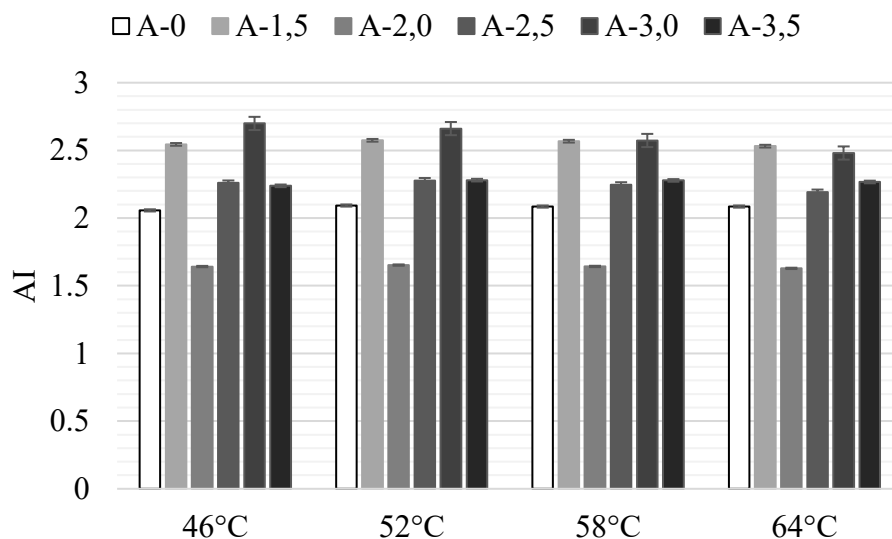
Tabela 13:p-valor comparativo para cada par de temperaturas ensaiadas.

Temperatura	46°C	52°C	58°C	64°C
46°C		0,000163	0,000163	0,000163
52°C	0,000163		0,016272	0,000665
58°C	0,000163	0,016272		0,594378
64°C	0,000163	0,000665	0,594378	

Entre 46°C e 52°C os valores de G^* reduziram consideravelmente para todas as amostras. Entre 52°C e 58°C, uma redução significativa dos valores de G^* também foi observada. Contudo, entre 58°C e 64°C a redução dos valores não foi significativa e os valores de G^* obtidos podem ser considerados estatisticamente semelhantes. Assim sendo, entende-se que, com o aumento da temperatura, os valores de G^* diminuem para todas as amostras ensaiadas, isto é, os ligantes perdem rigidez. Contudo, quando a temperatura aumenta de 58°C para 64°C essa redução não é significativa.

Na Figura 61 observa-se os valores do parâmetro AI para todas as amostras em cada temperatura ensaiada.

Figura 61: AI em função da temperatura.



Observou-se que, em relação ao ligante de referência, todas as amostras exibiram valores maiores de AI em todas as temperaturas, exceto a amostra A-2,0, que exibiu menores valores de AI em relação a A-0.

Para avaliar se o aumento de AI evidenciado por todas as amostras e a redução de AI apresentado pela amostra A-2,0 em relação a A-0 podem ser considerados estatisticamente

significativos foi realizado um teste ANOVA em delineamento de blocos ao acaso com significância de 5% por meio do *software* STATISTICA. Foi obtido um p-valor = 0 para o efeito das amostras sobre o AI, constatando-se a existência de diferença estatística em pelo menos uma das amostras. Para definir quais amostras evidenciaram diferenças significativas e identificar grupos homogêneos, o teste Tukey foi adotado. Os p-valores obtidos para a comparação de cada par de amostras podem ser vistos na Tabela 14.

Tabela 14: p-valor para cada par de amostras antes e após RTFO.

Amostras	A-0	A-1,5	A-2,0	A-2,5	A-3,0	A-3,5
A-0		0,000158	0,000158	0,000616	0,000158	0,000266
A-1,5	0,000158		0,000158	0,000158	0,550267	0,000158
A-2,0	0,000158	0,000158		0,000158	0,000158	0,000158
A-2,5	0,000616	0,000158	0,000158		0,000158	0,970017
A-3,0	0,000158	0,550267	0,000158	0,000158		0,000158
A-3,5	0,000266	0,000158	0,000158	0,970017	0,000158	

Verifica-se que parte das amostras evidenciaram valores estatisticamente diferentes umas das outras. A amostra A-2,0 evidenciou o menor valor, vindo, em seguida, a amostra A-0, ambas exibiram valores estatisticamente diferentes de todas as amostras. As amostras A-2,5 e A-3,5 evidenciaram valores de AI estatisticamente iguais entre si. As amostras A-1,5 e A-3,0 exibiram os maiores valores dentre as observações, além de serem estatisticamente iguais entre si.

Em relação ao ligante de referência, todas as amostras apresentaram valores consideravelmente maiores de AI, com exceção da amostra A-2,0. Assim, infere-se que a adição das fibras ao ligante asfáltico aumenta a suscetibilidade à oxidação de seus componentes químicos nas temperaturas avaliadas. Entretanto, Gulzar *et al.* (2024) explicam que um ligante que apresentou maior sensibilidade ao envelhecimento por meio do IA pode não necessariamente ter um desempenho de fissuração pior em comparação com o ligante que apresenta menor sensibilidade. Os autores acrescentam que a razão para essa ocorrência pode ser que o mecanismo de falha por fadiga não seja capturado pelo índice IA e, portanto, a relação não pode ser estabelecida.

Melo Neto (2022), ao adicionar ácido graxo proveniente da borra de óleo de soja diretamente ao ligante asfáltico, observou que, a partir de 58 °C, as amostras apresentaram redução do parâmetro AI, indicando tendência de diminuição da suscetibilidade à oxidação na presença do rejuvenescedor. No presente estudo, verificou-se comportamento oposto. Tal

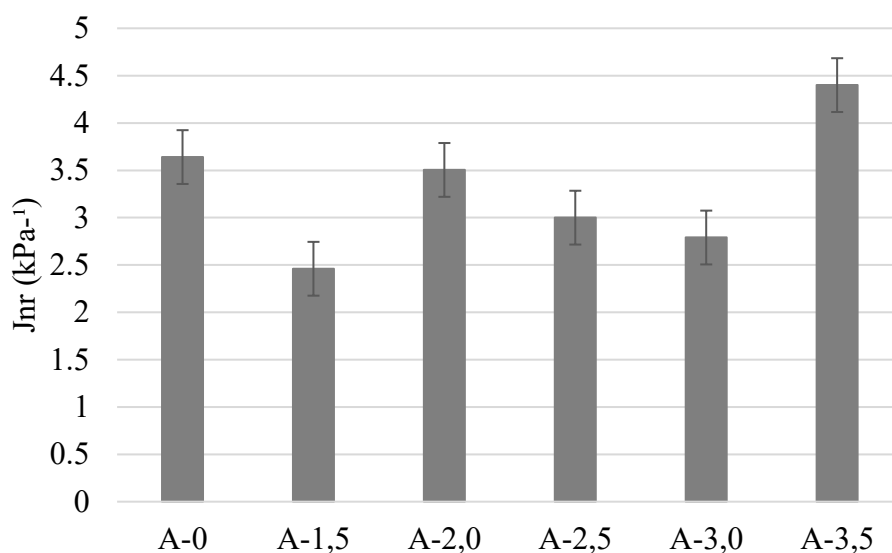
diferença pode estar associada à forma de adição do ácido graxo, que foi inserido por meio de fibras, permanecendo encapsulado em alginato de cálcio. Assim, é provável que, nas temperaturas de ensaio, grande parte das fibras não tenha se rompido, de modo que o material predominantemente em contato com o ligante foi o próprio alginato. Por se tratar de um polímero, esse material pode elevar a rigidez do ligante e, conseqüentemente, contribuir para o aumento do AI nas temperaturas avaliadas, favorecendo o aumento da suscetibilidade à oxidação.

Cabe ressaltar, ainda, que no ensaio de FTIR as amostras foram previamente fraturadas, favorecendo a liberação do ácido graxo e, portanto, foi possível constatar que não há avanço relevante do envelhecimento oxidativo no ligante asfáltico modificado com fibras de ácido graxo da borra de óleo de soja.

4.2.3. Fluência e recuperação sob tensão múltipla - MSCR

A Figura 62 ilustra os valores de Jnr para o nível de tensão de 3,2 kPa das amostras estudadas.

Figura 62: Valores de Jnr a 3,2 kPa.



Observou-se que as amostras evidenciaram valores de Jnr menores que o do ligante de referência, exceto a amostra A-3,5, que exibiu um valor de Jnr maior.

Para avaliar se o aumento do Jnr para a amostra A-3,5 e a redução das demais amostras em relação ao ligante de referência podem ser considerados estatisticamente significativos, foi realizado um teste ANOVA em delineamento de blocos ao acaso com

significância de 5% por meio do *software* STATISTICA. Foi obtido um p-valor de 0,000094 para o efeito das amostras sobre o Jnr, constatando-se a existência de diferença estatística em pelo menos uma das amostras. Para definir quais amostras evidenciaram diferenças significativas e identificar grupos homogêneos, o teste Tukey foi adotado. Os p-valores obtidos para a comparação de cada par de amostras podem ser vistos na Tabela 15.

Tabela 15: p-valor comparativo para cada par de amostras ensaiadas.

Amostras	A-0	A-1,5	A-2,0	A-2,5	A-3,0	A-3,5
A-0		0,001184	0,998325	0,055810	0,011045	0,003945
A-1,5	0,001184		0,001028	0,011045	0,055810	0,000280
A-2,0	0,998325	0,001028		0,039952	0,008522	0,004915
A-2,5	0,055810	0,011045	0,039952		0,435849	0,000673
A-3,0	0,011045	0,055810	0,008522	0,435849		0,000415
A-3,5	0,003945	0,000280	0,004915	0,000673	0,000415	

Observa-se que parte das amostras evidenciaram diferenças entre seus valores de Jnr. Os pares de amostras que podem ser consideradas estatisticamente iguais entre si são: A-1,5 e A-3,0, A-2,5 e A-3,0, A-0 e A-2,5 e A-0 e A-2,0. Em relação ao ligante de referência, as amostras A-2,0 e A-2,5 exibiram valores estatisticamente iguais, contudo as amostras A-1,5 e A-3,0 evidenciaram valores significativamente menores e a amostra A-3,5 exibiu um valor significativamente maior.

Sabe-se que valores menores de Jnr estão associados a uma maior resistência à deformação permanente. Desse modo, tendo em vista que a maioria das amostras apresentou Jnr inferior ao do ligante de referência, com exceção da amostra A-3,5, é possível inferir que a adição de 5% das fibras em estudo contribuiu para a melhoria da resistência à deformação permanente do ligante asfáltico, evidenciando um efeito positivo das fibras sobre o seu desempenho reológico.

Estes resultados corroboram com Zaremotekhas *et al.* (2020) que estudaram ligantes recuperados de misturas asfálticas com adição de 5% de fibras de alginato de cálcio e verificaram uma redução de 29% dos valores de Jnr em relação ao ligante de referência para o nível de tensão de 3,2 kPa, indicando aumento da resistência à deformação permanente no ligante asfáltico.

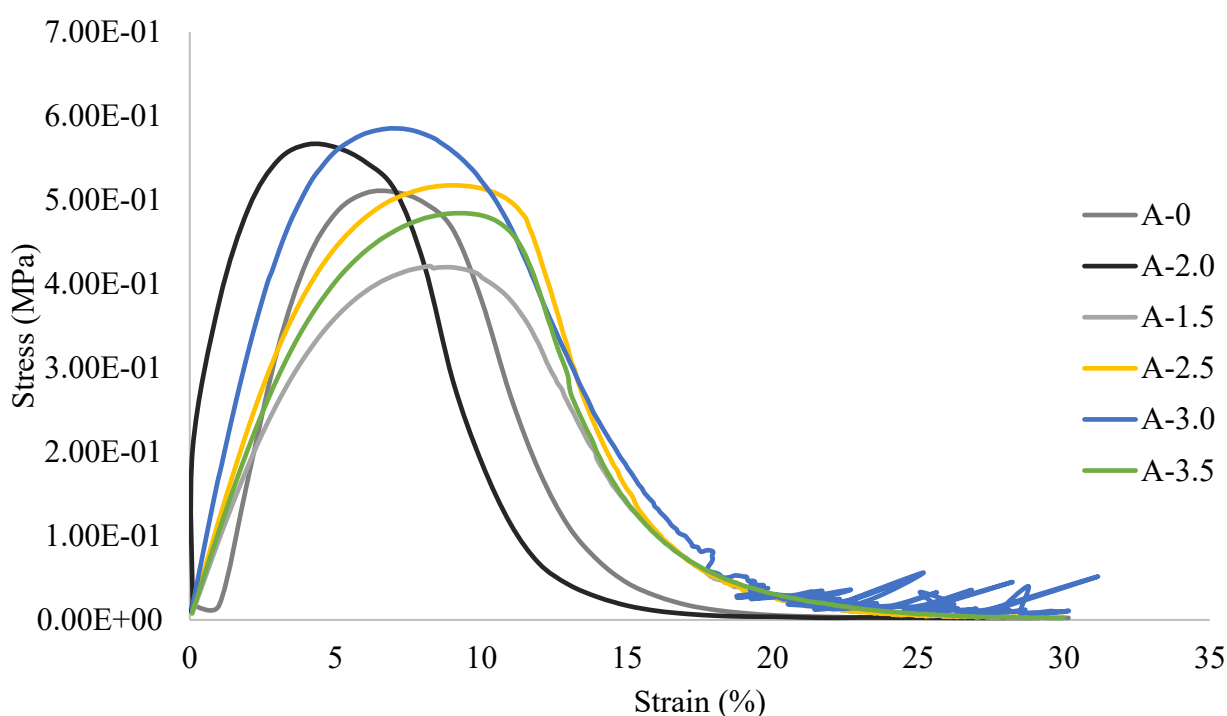
Quanto a amostra A-3,5, por ser a amostra com maior quantidade de ácido graxo, sugere-se que, durante o ensaio de MSCR, houve rompimento de parte do invólucro de alginato de cálcio, permitindo a liberação precoce do rejuvenescedor de seu interior. O ácido

graxo da borra de óleo de soja, por se tratar de um material oleico, influenciou no aumento do Jnr e, conseqüentemente, redução da resistência à deformação permanente do ligante asfáltico.

4.2.4. Linear Amplitude Sweep – LAS

A Figura 63 mostra as curvas de tensão versus deformação para as amostras obtidas no teste LAS.

Figura 63: Curvas de tensão x deformação para as amostras.



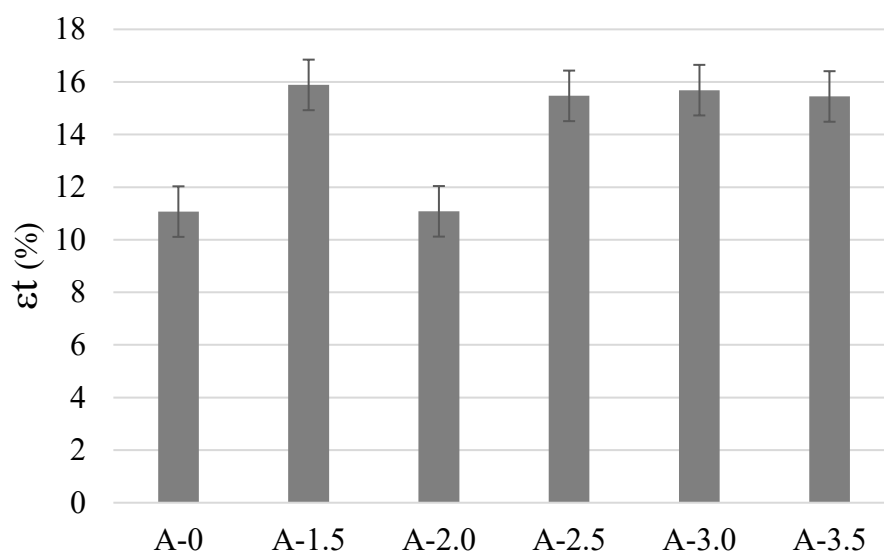
Observou-se que, para deformações próximas de 5%, apenas as amostras A-2,0 e A-3,0 apresentaram valores de tensão superiores aos da amostra de referência A-0. Com o aumento da deformação de 5% para 10%, as respostas de tensão das demais amostras modificadas passaram a superar progressivamente as de A-0, iniciando-se esse comportamento pela amostra A-2,5 e, em seguida, pela A-3,5. Entretanto, nas proximidades de 10% de deformação, as amostras A-1,5 e A-2,0 apresentaram valores de tensão inferiores aos observados para A-0.

Para níveis de deformação superiores a 10%, todas as amostras modificadas com fibras — excetuando-se A-2,0 — demonstraram valores de tensão mais elevados em comparação à amostra não modificada. Esse comportamento, conforme discutido por

Germano Filho (2023), sugere que amostras que mantêm maiores valores de tensão sob níveis equivalentes de deformação tendem a apresentar menor suscetibilidade ao envelhecimento oxidativo do ligante asfáltico. Dessa forma, a incorporação das fibras analisadas indica potencial para o aumento da resistência oxidativa do ligante quando submetido a maiores níveis de deformação. Essa conclusão não é corroborada pelos resultados das análises de FTIR, uma vez que não foi possível identificar a manifestação de efeito antioxidante decorrente da adição gradual das fibras, mesmo considerando a subsequente liberação de ácidos graxos na matriz do ligante.

A Figura 64 ilustra os valores obtidos para o índice ϵ_t das amostras em estudo.

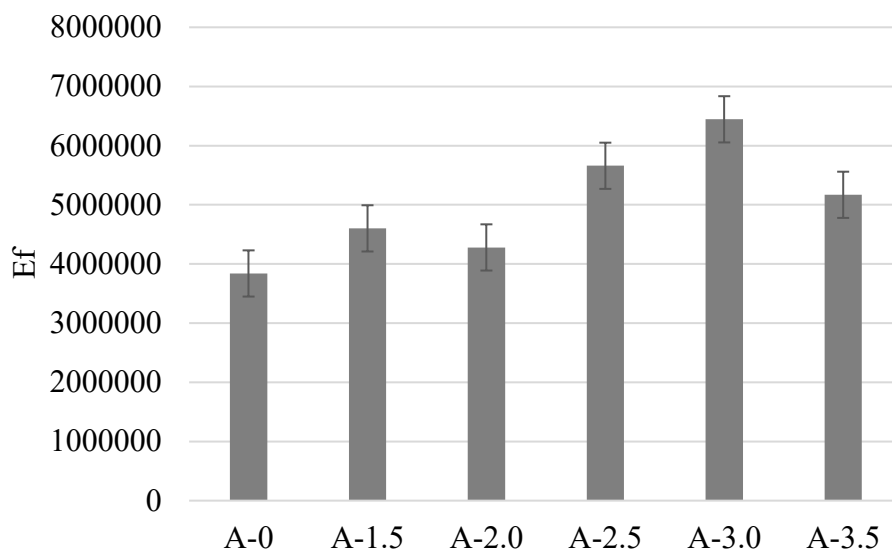
Figura 64: Valores de ϵ_t para as amostras em estudo.



A maioria das amostras modificadas apresentou valores de ϵ_t superiores ao observado para o ligante puro. Apenas a amostra A-2,0 apresentou valor estatisticamente equivalente ao da amostra de referência A-0. Os valores obtidos para as amostras A-1,5, A-2,5, A-3,0 e A-3,5 foram, respectivamente, 43,52%, 39,76%, 41,72% e 39,55% superiores ao de A-0. Segundo Gulzar *et al.* (2024) valores mais elevados desse parâmetro indicam maior resistência à fissuração por fadiga. Assim, infere-se que a incorporação das fibras investigadas contribui positivamente para o aprimoramento da resistência do ligante asfáltico à fissuração por fadiga.

O índice E_f para cada amostra também foi calculado e é mostrado na Figura 65.

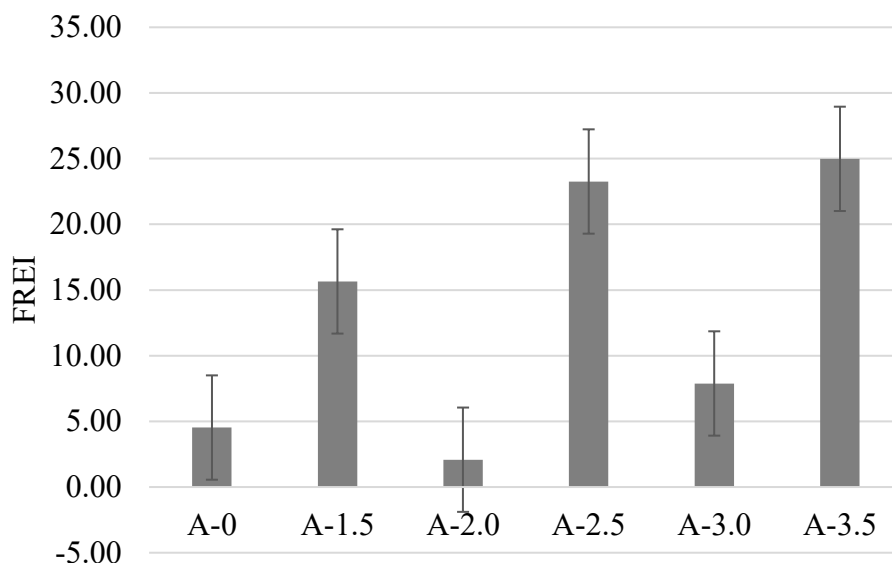
Figura 65: Valores de Ef para as amostras em estudo.



As amostras modificadas com fibras apresentaram valores de Ef superiores aos observados para o ligante puro, destacando-se as amostras A-2,5, A-3,0 e A-3,5. Essas formulações continham fibras com maior teor de ácido graxo, o que resultou em valores de Ef 47,41%, 67,85% e 34,63% superiores ao da amostra de referência A-0, respectivamente. Conforme indicado por Gulzar *et al.* (2024), esse parâmetro está associado à melhoria da resistência à fadiga, uma vez que valores mais elevados de Ef correlacionam-se com maior durabilidade do material sob carregamentos cíclicos. Dessa forma, os resultados obtidos para Ef corroboram as tendências observadas para ϵ_t , confirmando que a incorporação das fibras avaliadas contribui para o aumento da resistência do ligante asfáltico à fissuração por fadiga.

Os valores FREI calculados para as amostras analisadas estão ilustrados na Figura 66.

Figura 66: Valores de FREI para as amostras em estudo.

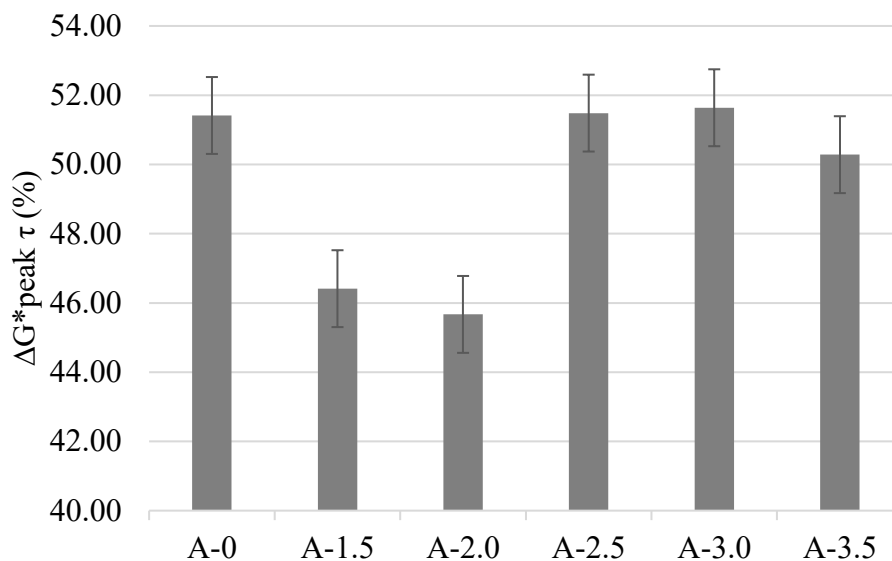


A maioria das amostras modificadas apresentou valores de FREI superiores aos observados para o ligante não modificado, excetuando-se as amostras A-2,0 e A-3,0, que exibiram valores estatisticamente equivalentes. As amostras A-1,5, A-2,5 e A-3,5 apresentaram incrementos aproximados de 3, 5 e 6 vezes, respectivamente, em relação ao valor obtido para a amostra de referência A-0. Esses resultados estão em consonância com os reportados por Zaremotekhas *et al.* (2020), que avaliaram ligantes recuperados de misturas asfálticas contendo 5% de fibras de alginato de cálcio e observaram um aumento de aproximadamente 17 vezes no FREI em comparação ao ligante sem fibras.

Segundo Zaremotekhas *et al.* (2020) valores mais elevados de FREI indicam maior resistência à fissuração por fadiga em ligantes asfálticos. Assim, em conformidade com as tendências observadas para ϵ_t e E_f , infere-se que a incorporação de 5% das fibras analisadas contribui positivamente para o aumento da resistência do ligante asfáltico à fadiga.

O índice $\Delta G_{*pico\tau}$ foi calculado para cada amostra estudada, e seus valores podem ser vistos na Figura 67.

Figura 67: Valores de $\Delta G^*_{pico \tau}$ para as amostras em estudo.



As amostras A-1,5 e A-2,0 apresentaram valores estatisticamente inferiores aos do ligante puro. Em contrapartida, as amostras A-2,5, A-3,0 e A-3,5 exibiram valores estatisticamente equivalentes aos da amostra de referência A-0. De acordo com Mainieri *et al.* (2021) a redução da integridade do material desde o início do ensaio até o pico de tensão está relacionada à capacidade do ligante em absorver danos sem comprometer sua resistência ao cisalhamento. Assim, valores mais elevados do índice $\Delta G^*_{pico \tau}$ indicam uma maior capacidade do ligante de suportar perdas de integridade antes que ocorra a redução significativa de sua resistência à deformação após o pico de tensão de cisalhamento.

Dessa forma, infere-se que a incorporação de fibras associadas a proporções de agente de cura de 2,5, 3,0 e 3,5 contribui para a manutenção da integridade estrutural do ligante asfáltico, melhorando seu desempenho ao cisalhamento frente ao acúmulo progressivo de danos.

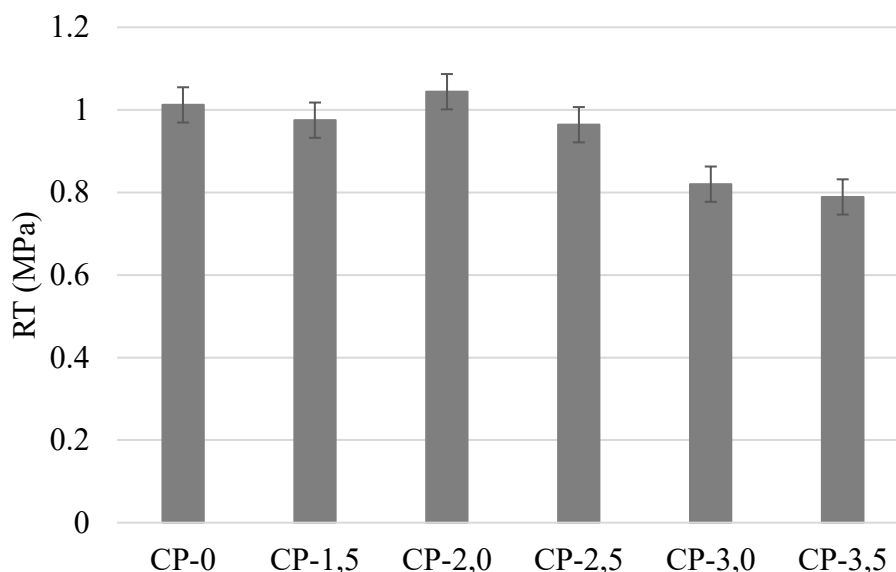
4.3. Mistura asfáltica

Para a mistura asfáltica, a análise dos resultados baseou-se nos dados dos ensaios mecânicos.

4.3.1. Resistência à tração por compressão diametral

Na Figura 68 é possível identificar os valores obtidos no ensaio de RT para as amostras investigadas.

Figura 68: Resultados do ensaio RT para as amostras investigadas.



Percebe-se que todas as amostras apresentaram valores de RT acima da tensão mínima de 0,65 MPa estabelecida pela DNIT 031/2006. As amostras CP-1,5, CP-2,5, CP-3,0 e CP-3,5 evidenciaram reduções de 3,66%, 4,74%, 18,97% e 22,04 do valor de RT em relação a amostra CP-0, respectivamente, e a amostra CP-2,0 evidenciou um aumento de 3,16%.

Para avaliar a diferença estatística entre os valores de RT obtidos para a amostra de referência e as amostras com adição de fibras, foi realizado um teste t para amostras independentes por grupos com significância de 5% por meio do *software* STATISTICA. Foram obtidos p-valores de 0,571336; 0,412991; 0,071215; 0,006988 e 0,000260 para as diferenças entre os valores das amostras CP-1,5, CP -2,0, CP -2,5, CP -3,0 e CP -3,5 em relação à amostra de referência, respectivamente.

Verificou-se que apenas as amostras CP-3,0 e CP-3,5, com reduções de 18,97% e 22,04% do RT em relação à amostra de referência, apresentaram valores estatisticamente menores que o do CP-0. Contudo, os valores das amostras permaneceram dentro do limite mínimo da tensão de 0,65 MPa estabelecida pela DNIT 031/2006.

Em relação aos espectros das amostras de ligante asfáltico em FTIR, verificou-se que as misturas CP-1,5, CP-2,0 e CP-2,5, que apresentaram valores de RT estatisticamente equivalentes ao da mistura de referência, estão associadas à ausência de intensificação significativa das bandas relacionadas à oxidação e a uma liberação mais limitada do ácido graxo, identificada pelas bandas de carbonila ($\sim 1700\text{ cm}^{-1}$) e C-O ($1200\text{--}1000\text{ cm}^{-1}$). Em

contrapartida, as misturas CP-3,0 e CP-3,5, que apresentaram reduções estatisticamente significativas de RT, correspondem às formulações nas quais os espectros FTIR indicaram maior intensidade dessas bandas, sugerindo maior disponibilidade do ácido graxo na matriz do ligante. Esse comportamento confirma que a liberação mais acentuada do agente rejuvenescedor pode promover o amolecimento do ligante e da mistura asfáltica, refletindo-se na diminuição da resistência à tração para as maiores proporções de ácido graxo.

Comportamento análogo ao das amostras CP-3,0 e CP-3,5 foi obtido por Silva (2022) ao adicionar cápsulas com ácido graxo da borra de óleo de soja como agente de cura na mistura asfáltica. Foi obtido um p-valor de 0,0063 para a amostra com adição de cápsulas de ácido graxo em relação a amostra de referência, indicando que a redução de 25% do RT pôde ser considerada uma redução significativa.

Contudo, as amostras CP-1,5, CP-2,0 e CP-2,5 apresentaram valores de RT estatisticamente iguais ao de CP-0. Comportamento análogo foi observado por Melo Neto (2022) ao adicionar 40% de RAP e 3% de ácido graxo na mistura asfáltica. Foram obtidos valores de redução do RT na faixa de 8,3% e 3,5% em relação às misturas RAP40% e de referência, respectivamente. O autor concluiu que as misturas asfálticas recicladas modificadas com o ácido graxo da borra do óleo de soja apresentaram baixa redução da resistência à tração em relação à mistura asfáltica reciclada sem agente de cura e à mistura asfáltica de referência.

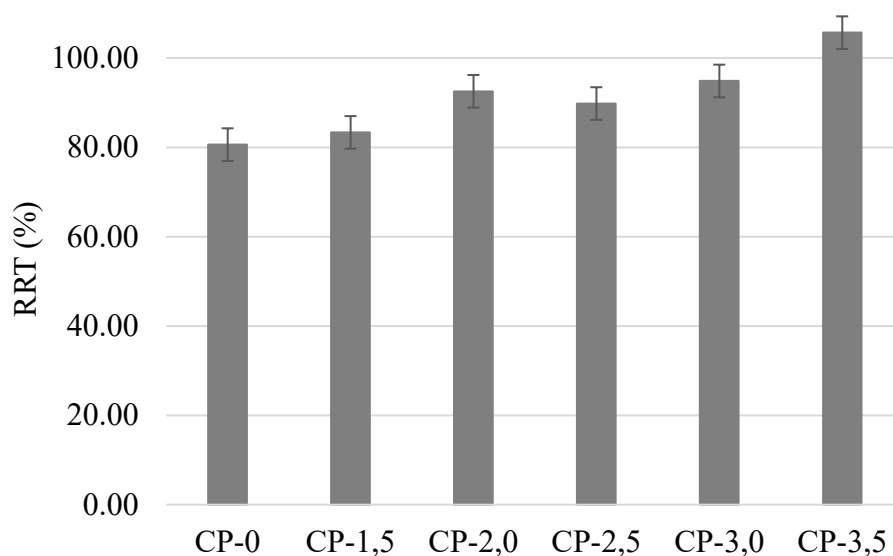
Tabakovic *et al.* (2017) adicionaram 5% de fibras compartimentadas de alginato de cálcio encapsulando um agente de cura industrial, o Modesel R20, em misturas asfálticas. Os autores também observaram que a mistura contendo 5% de fibras apresentou desempenho inferior do RT em relação à mistura de controle, com uma redução na faixa de 27,3%.

Os autores explicaram que esse comportamento pode ocorrer devido à liberação prematura do agente de cura do interior das fibras durante o processo de mistura e/ou compactação dos corpos de prova, tendo em vista que o CP-3,0 e o CP-3,5 são as amostras que foram modificadas com as fibras de maiores proporções de ácido graxo.

4.3.2. Dano por umidade induzida

Na Figura 69 verificam-se os valores de RRT obtidos no ensaio de dano por umidade induzida para as amostras estudadas.

Figura 69: Valores de RRT para as amostras estudadas.



Para a metodologia SUPERPAVE, o valor de RRT mínimo aceitável é de 80%. Já as normas AASHTO T 283:2014 e DNIT 031/2006 consideram 70% como valor mínimo de RRT para misturas asfálticas. Verifica-se que todas as amostras permaneceram dentro das especificações tanto da metodologia SUPERPAVE, quanto da AASHTO T 283:2014 e DNIT 031/2006.

Para avaliar a diferença estatística entre os valores de RRT obtidos para as amostras com adição de fibras e a amostra de referência, foi realizado um teste t para amostras independentes por grupos com significância de 5% por meio do *software* STATISTICA. Foram obtidos p-valores de 0,062900, 0,671573, 0,241238, 0,711449 e 0,042248 para as diferenças entre os valores das amostras CP-1,5, CP-2,0, CP-2,5, CP-3,0 e CP-3,5 em relação à amostra de referência, respectivamente, ou seja, valores maiores do que o nível de significância adotado, excetuando-se apenas o valor da amostra CP-3,5. Portanto é possível inferir que a adição de 5% das fibras em estudo não altera a resistência à tração retida devido aos danos por umidade induzida na mistura asfáltica.

Observou-se que as amostras CP-1,5, CP-2,0, CP-2,5, CP-3,0 e CP-3,5 apresentaram valores de RRT 3,40%, 14,81%, 11,42%, 17,68% e 31,11% superiores, respectivamente, à mistura asfáltica de referência (CP-0). Esses resultados estão em consonância com os obtidos por Melo Neto (2022), que, ao adicionar 3% e 5% de ácido graxo proveniente da borra de óleo de soja em amostras de mistura asfáltica reciclada, verificou aumentos de 2,26% e 5,35% no RRT, respectivamente, em relação à mistura de referência. Embora a forma de

incorporação do agente de cura tenha sido distinta, infere-se que ocorre a liberação de determinada quantidade de ácido graxo pelas fibras adicionadas às misturas asfálticas do presente estudo, o que justifica a comparação entre os resultados.

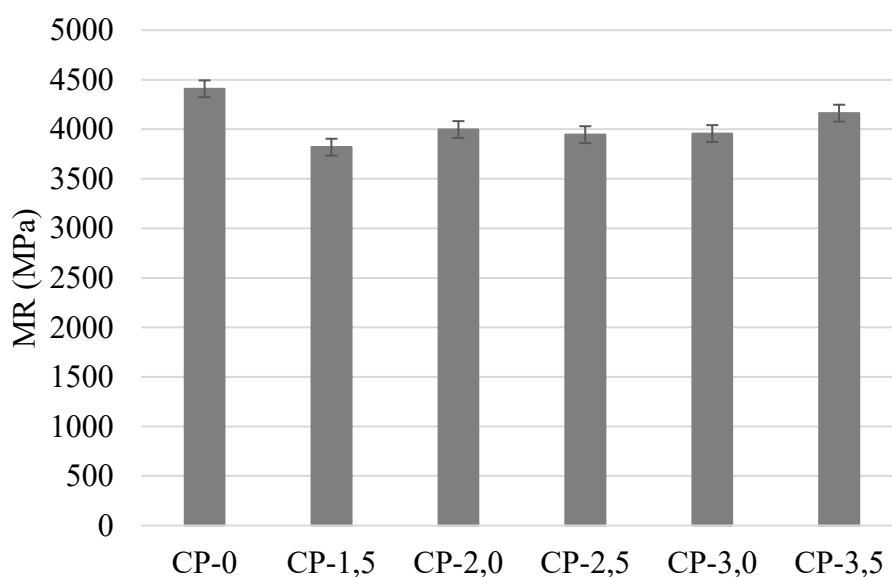
A amostra CP-3,5 apresentou um aumento significativo do RRT em relação à mistura sem fibras. Comportamento análogo foi observado por Silva (2022), que adicionou cápsulas com ácido graxo da borra de óleo de soja como rejuvenescedor em misturas asfálticas e observou um aumento considerável do RRT para as misturas asfálticas com adição de cápsulas em relação a mistura de referência, com p-valores de 0,0002 e 0,0005, respectivamente, para 0,1% e 0,2% de teor de cápsulas.

Comportamento oposto foi observado por Shu *et al.* (2019) que adicionaram 3 tipos de fibras de alginato de cálcio encapsulando um agente de cura industrial em amostras de mistura asfáltica. Os autores verificaram que o valor do RRT diminuiu ligeiramente com a adição das fibras em relação à amostra de referência, contudo, os valores encontrados permaneceram acima do limite mínimo de 75% estabelecido pela Technical Specification for Construction of Highway Asphalt Pavements JTG F40-2004.

4.3.3. Módulo de Resiliência

Na Figura 70 é possível observar os valores obtidos de MR para as amostras investigadas.

Figura 70: Valores de MR para as amostras investigadas.



As misturas asfálticas CP-1,5, CP-2,0, CP-2,5, CP-3,0 e CP-3,5 exibiram valores 13,37%, 9,33%, 10,50%, 10,25% e 5,58% menores de MR em relação a amostra CP-0. Para avaliar a diferença estatística entre os valores das amostras com fibras, em relação ao da amostra sem fibras, foi realizado um teste t para amostras independentes por grupos com significância de 5% por meio do *software* STATISTICA. Foram obtidos p-valores 0,060445, 0,259997, 0,092880, 0,070703, 0,352725, para as diferenças entre os valores das amostras CP-1,5, CP-2,0, CP-2,5, CP-3,0 e CP-3,5 em relação à amostra de referência, respectivamente, ou seja, valores maiores do que o nível de significância adotado, evidenciando que não existe diferença estatística entre as amostras com fibras em relação à mistura sem fibras.

Como esse parâmetro é obtido a partir de solicitações de cargas repetidas de baixa intensidade e está relacionado com a rigidez do material, percebe-se que a adição de 5% das fibras em estudo não altera a rigidez e, conseqüentemente, o MR da mistura asfáltica convencional.

Esse comportamento também é coerente com os resultados de FTIR dos ligantes correspondentes, nos quais não se observou intensificação significativa das bandas associadas à oxidação, nem evidências de liberação acentuada de ácido graxo capaz de promover amolecimento pronunciado do ligante nas condições avaliadas. Mesmo nas formulações com maiores proporções de ácido graxo, a presença desse agente, identificada pelas bandas de carbonila ($\sim 1700\text{ cm}^{-1}$) e C–O ($1200\text{--}1000\text{ cm}^{-1}$), mostrou-se equilibrada, o que ajuda a explicar a manutenção da rigidez e, conseqüentemente, dos valores de MR das misturas asfálticas modificadas quando comparadas à mistura sem fibras.

Esses resultados corroboram os valores obtidos para o parâmetro G^* no ensaio de grau de desempenho (PG) das amostras de ligante asfáltico incorporadas com 5% de fibras. Verificou-se que a adição de fibras ao ligante asfáltico não promoveu diferença significativa na sua rigidez, indicando que a incorporação das fibras mantém a rigidez do ligante asfáltico praticamente inalterada.

Comportamento oposto foi obtido por Silva (2022) ao adicionar cápsulas com núcleo de ácido graxo da borra de óleo de soja em misturas asfálticas, pois foram obtidos um aumento de 8,30% e 10,75% para amostras com adição de 0,1% e 0,2% de cápsulas na mistura asfáltica, respectivamente.

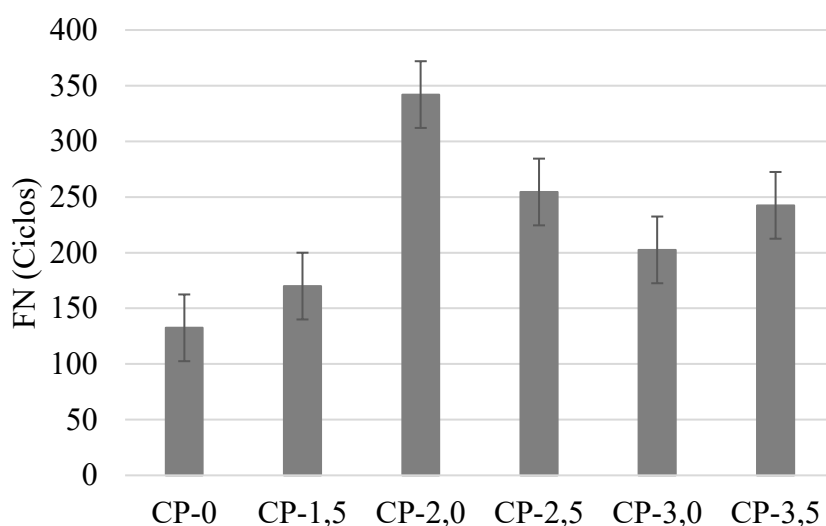
Melo Neto (2022), ao adicionar ácido graxo da borra de óleo de soja diretamente em misturas asfálticas recicladas, obtiveram um aumento de 8,81% e 8,75% no módulo para

amostras com 3% e 5% de ácido graxo, respectivamente, em relação a mistura de referência. Contudo, o autor afirmou que esse aumento se deu apenas pela presença de 40% de RAP nessas amostras, pois também foi observado uma redução do valor do MR em misturas recicladas com ácido em relação à mistura reciclada sem aditivo devido ao efeito amolecedor e redutor de rigidez que o ácido graxo proporcionou as amostras com RAP.

4.3.4. Resistência à deformação permanente

A Figura 71 apresenta os resultados obtidos para a resistência à deformação permanente (Flow Number – FN) das misturas asfálticas com e sem adição de cápsulas.

Figura 71: Resultados do Flow Number obtidos pelo ensaio uniaxial de carga repetida.



Verifica-se que as misturas asfálticas CP-1,5, CP-2,0, CP-2,5, CP-3,0 e CP-3,5 exibiram valores 28,3%, 158,11%, 92,08%, 52,83% e 83,02% maiores de FN em relação a amostra CP-0. Para avaliar a diferença estatística entre os valores das amostras com fibras em relação ao da amostra sem fibras, foi realizado um teste t para amostras independentes por grupos com significância de 5% por meio do *software* STATISTICA. Foram obtidos p-valores de 0,172721, 0,008131, 0,002843, 0,233725, 0,046215, respectivamente. Desse modo, constata-se que as misturas CP-2,0, CP-2,5 e CP-3,5 evidenciaram valores significativamente maiores que o da mistura CP-0.

Valores mais elevados de FN indicam maior resistência à deformação permanente. Assim, considerando que os valores obtidos de FN para as misturas asfálticas contendo fibras foram superiores aos da mistura de referência — com destaque para as misturas CP-2,0, CP-2,5 e CP-3,5, que apresentaram diferenças estatisticamente significativas —, infere-se que a

adição de 5% das fibras estudadas nas misturas asfálticas contribui de forma positiva para o aumento da resistência à deformação permanente.

Tal resultado corrobora com o que foi obtido no estudo da resistência à deformação permanente por meio do parâmetro J_{nr} obtido no ensaio de MSCR para as amostras de ligante asfáltico com adição das fibras estudadas, onde constatou-se que a modificação proposta contribui positivamente para a melhoria da resistência à deformação permanente do ligante asfáltico.

Comportamento oposto foi observado por Silva (2022) que adicionou cápsulas de alginato de cálcio encapsulando ácido graxo em teores de 0,1% e 0,2% na mistura asfáltica. A autora observou que os valores de FN das misturas com cápsulas apresentaram reduções significativas em relação à mistura de referência.

Melo Neto (2022), que adicionou ácido graxo diretamente em misturas asfálticas recicladas, observou que as misturas recicladas com adição de ácido graxo apresentaram redução do FN, constatando que o ácido graxo, por se tratar de um material oleico, contribuiu para a redução da rigidez da mistura e, conseqüentemente, redução da resistência à deformação permanente.

Aguirre *et al.* (2019) adicionaram fibras de alginato de cálcio contendo um bio-óleo como agente de cura em misturas asfálticas recicladas. Os autores observaram, por meio de ensaios que analisam a profundidade da deformação permanente gerada, que a adição de fibras ocas aumentou a profundidade da deformação permanente das misturas asfálticas recicladas de 2 mm para 3 mm, em média. Os autores explicaram que o pequeno aumento na profundidade de deformação pode ser causado pela quebra das fibras durante o ensaio, que liberou o agente de cura, causando um efeito de amolecimento.

Efeito oposto foi observado por Shu *et al.* (2019). Os autores adicionaram 5% (por peso de ligante) de fibras de alginato de cálcio encapsulando um agente de cura industrial em misturas asfálticas e observaram que a adição de fibras levou à diminuição da profundidade das deformações permanentes. Os autores explicaram que a capacidade de resistência à deformação permanente aprimorada pode ser atribuída ao fato de que o emaranhamento de fibras na mistura asfáltica reduziu o teor de asfalto livre.

Desse modo, verifica-se que a incorporação das fibras em estudo, na proporção de 5% em massa de ligante, não resultou em ruptura prematura, diferentemente do observado por Aguirre *et al.* (2019). Pelo contrário, o entrelaçamento das fibras contribuiu para o

aprimoramento da resistência à deformação permanente, em concordância com os resultados obtidos por Shu *et al.* (2019).

Adicionalmente, observou-se que a introdução do ácido graxo por meio de fibras apresentou desempenho superior ao método de encapsulamento por cápsulas. Conforme reportado por Silva (2022), o uso de cápsulas contendo ácido graxo ocasionou ruptura antecipada do material encapsulante e consequente liberação do agente, resultando em redução significativa da resistência à deformação permanente.

4.3.5. Vida de Fadiga

As Figura 72 e 73 exibem os resultados obtidos no ensaio de fadiga por compressão diametral à tensão controlada em um diagrama log-log de $N \times \Delta\sigma$ e $N \times \epsilon_i$, respectivamente. Nesses diagramas também são apresentadas as linhas de tendência logarítmicas que foram ajustadas aos resultados (curvas de Wöhler), 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 , bem como seus respectivos R^2 , conforme apresentados na Tabela 16.

Figura 72: Número de ciclos até a ruptura versus diferença de tensões no centro do CP.

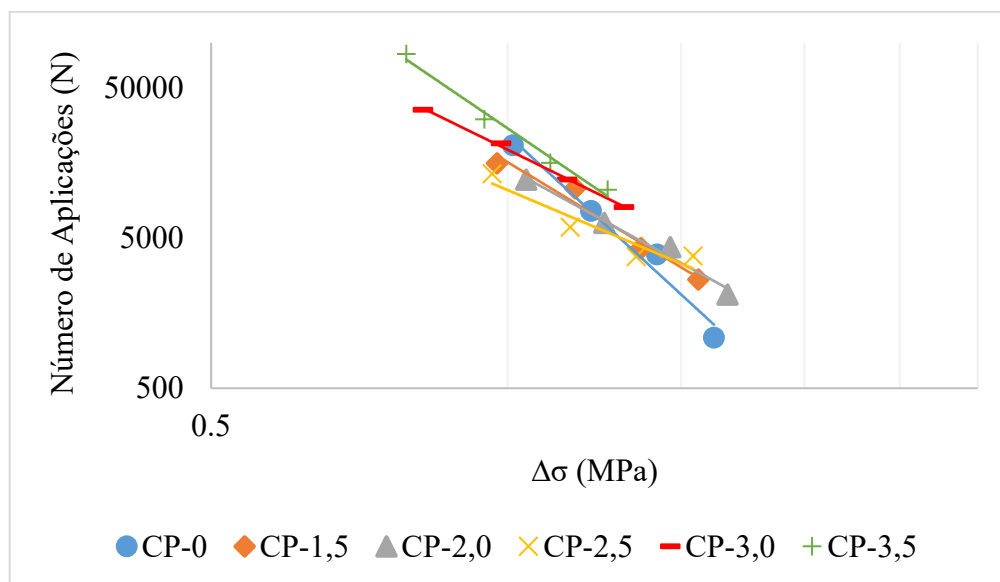


Figura 73: Número de ciclos até a ruptura versus deformação resiliente inicial.

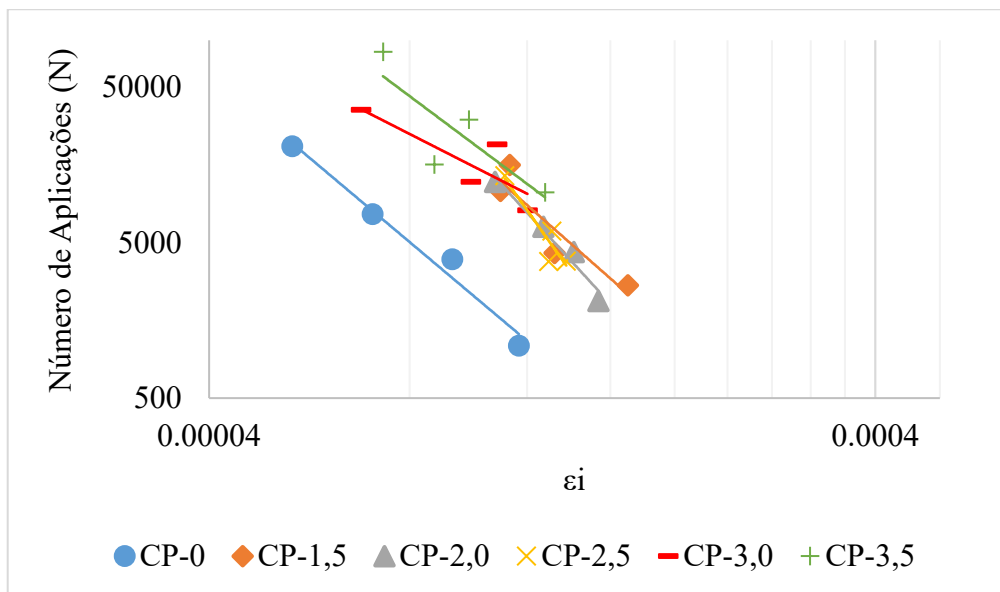


Tabela 16: Resumo das características das curvas de vida de fadiga das misturas.

Mistura asfáltica	Equação	R ²	Coeficientes	
CP-0	N x Δσ $y = 24316x^{-6.037}$	R ² = 0.9957	k2 24316	n2 6.037
	N x εi $y = 9E-12x^{-3.605}$	R ² = 0.9962	k3 9.00E-12	n3 3.605
CP-1,5	N x Δσ $y = 16028x^{-3.976}$	R ² = 0.94	k2 16028	n2 3.976
	N x εi $y = 1E-11x^{-3.774}$	R ² = 0.7516	k3 1.00E-11	n3 3.774
CP-2,0	N x Δσ $y = 14649x^{-3.595}$	R ² = 0.9925	k2 14649	n2 3.595
	N x εi $y = 3E-15x^{-4.69}$	R ² = 0.9858	k3 3.00E-15	n3 4.69
CP-2,5	N x Δσ $y = 10442x^{-2.782}$	R ² = 0.9385	k2 10442	n2 2.782
	N x εi $y = 2E-20x^{-6.05}$	R ² = 0.9469	k3 2.00E-20	n3 6.05
CP-3,0	N x Δσ $y = 19402x^{-3.209}$	R ² = 0.9969	k2 19402	n2 3.209
	N x εi $y = 3E-05x^{-2.178}$	R ² = 0.8106	k3 3.00E-05	n3 2.178
CP-3,5	N x Δσ $y = 26896x^{-4.458}$	R ² = 0.9915	k2 26896	n2 4.458
	N x εi $y = 3E-09x^{-3.2}$	R ² = 0.7981	k3 3.00E-09	n3 3.2

Verificou-se que todas as curvas apresentaram bons coeficientes de determinação R² (excetuando-se a curva de N x εi para a mistura CP-1,5), indicando que os modelos se ajustam bem aos dados e atingem a especificação mínima de 0,8 indicada pelo DNIT 183/2018.

O parâmetro n₂, que representa a inclinação das linhas de tendência no gráfico N × Δσ, apresentou crescimento na seguinte ordem: CP-2,5, CP-3,0, CP-2,0, CP-1,5, CP-3,5 e CP-0. Valores mais elevados de n₂ indicam maior sensibilidade das misturas à variação da diferença de tensões aplicadas. Desse modo, constatou-se que a mistura de referência

apresenta uma sensibilidade à variação da diferença de tensões maior que as misturas com adição de fibras.

No nível baixo de diferença de tensões, todas as misturas apresentaram alta resistência à fadiga, com destaque para as misturas CP-3,0 e CP-3,5, indicando maior resistência à fadiga. À medida que o $\Delta\sigma$ aumenta, o CP-3,5 manteve o melhor desempenho, apresentando o maior número de ciclos até a ruptura e demonstrando maior capacidade de retardamento do dano por fadiga. Em seguida aparecem CP-3,0 e CP-2,5, com comportamento intermediário. Já as misturas com menor teor de ácido graxo (CP-0, CP-1,5 e CP-2,0) apresentaram redução mais acentuada da vida de fadiga sob tensões elevadas. Esse comportamento evidenciou que as fibras com maiores proporções de ácido graxo tendem a melhorar a resistência ao acúmulo de danos em condições de maior sollicitação.

Comportamento oposto foi identificado por Silva (2022) ao incorporar cápsulas de ácido graxo à mistura asfáltica. Nesse estudo, os valores de n_2 foram mais elevados nas amostras contendo cápsulas, o que indica que a adição desse material aumentou a sensibilidade da mistura às variações na diferença de tensões. Além disso, em níveis mais altos de diferença de tensões, a mistura sem cápsulas apresentou desempenho superior em relação à vida de fadiga.

O parâmetro n_3 , correspondente à inclinação das linhas de tendência no gráfico $N \times \epsilon_i$, aumentou na sequência: CP-3,0, CP-3,5, CP-0, CP-1,5, CP-2,0 e CP-2,5. Assim como para n_2 , valores mais altos de n_3 refletem maior sensibilidade das misturas à variação de deformação. Portanto, verificou-se que as misturas com as fibras de maiores proporções de ácido graxo (CP-3,0 e CP-3,5) evidenciaram menor sensibilidade à variação de deformação.

Em baixas deformações, observou-se que as misturas com fibras de maior proporção de ácido graxo (CP-3,5 e CP-3,0) suportaram o maior número de ciclos antes da ruptura. Com o aumento da deformação, esse comportamento se mantém, e as misturas com menor proporção ou ausência de ácido graxo (CP-0, CP-1,5 e CP-2,0) apresentaram redução mais acentuada do número de ciclos até a falha. Esse comportamento evidenciou que maiores teores de ácido graxo nas fibras resultaram em melhor vida de fadiga, indicando que as fibras com maior proporção de ácido graxo retardam a propagação de microfissuras.

Comportamento análogo foi relatado por Shu *et al.* (2019) ao investigarem a adição de 5% (em massa de ligante) de fibras de alginato de cálcio encapsulando um agente de cura industrial em misturas asfálticas. Os autores verificaram que a mistura contendo fibras suportou um número significativamente maior de ciclos de carga em comparação à mistura

sem fibras, aumentando de 10.000 para 60.000 ciclos. Tal comportamento foi atribuído à regeneração promovida pelo agente de cura, que permitiu à mistura com fibras manter a capacidade de suportar cargas de fadiga mesmo sob elevados ciclos de carregamento, indicando que a adição de fibras pode prolongar a vida útil da mistura asfáltica quanto à fadiga.

Em contrapartida, Silva (2022) observou valores de n_3 mais elevados para as misturas com adição de cápsulas de ácido graxo, em relação à mistura de referência, indicando que essa adição aumentou a sensibilidade da mistura às variações de deformação. Ademais, com o aumento da amplitude de deformação, a mistura de referência tendeu a suportar um número maior de aplicações de carga do que a mistura contendo cápsulas de ácido graxo.

Dessa forma, infere-se que a adição de ácido graxo encapsulado em fibras tende a reduzir a sensibilidade das misturas asfálticas às variações de tensão e deformação, em comparação à adição de ácido graxo encapsulado em cápsulas, conforme verificado por Silva (2022). Além disso, sob condições de maiores solicitações e deformações, a adição de fibras com maiores teores de ácido graxo demonstrou melhorar a resistência ao acúmulo de danos e retardar a propagação de microfissuras, contribuindo, assim, para o prolongamento da vida útil à fadiga das misturas asfálticas, conforme observado por Shu *et al.* (2019).

4.4. Estudo da autocura

Os resultados referentes ao estudo da autocura do ligante asfáltico e da mistura asfáltica com e sem adição de fibras estão apresentados nos tópicos subsequentes.

4.4.1. Estudo da autocura no ligante asfáltico

As Figuras 74 e 75 apresentam as análises em MO realizadas para as amostras A-0 e A-3. Como as demais análises seguiram o mesmo padrão, as imagens correspondentes às amostras A-1,5, A-2,0, A-2,5 e A-3,5 são apresentadas no Apêndice A.

Figura 74: Análises de MO na amostra A-0 considerando tempos de descanso de: a) 0min, b) 10min, c) 20min, d) 30min, e) 40min e f) 50min, respectivamente.

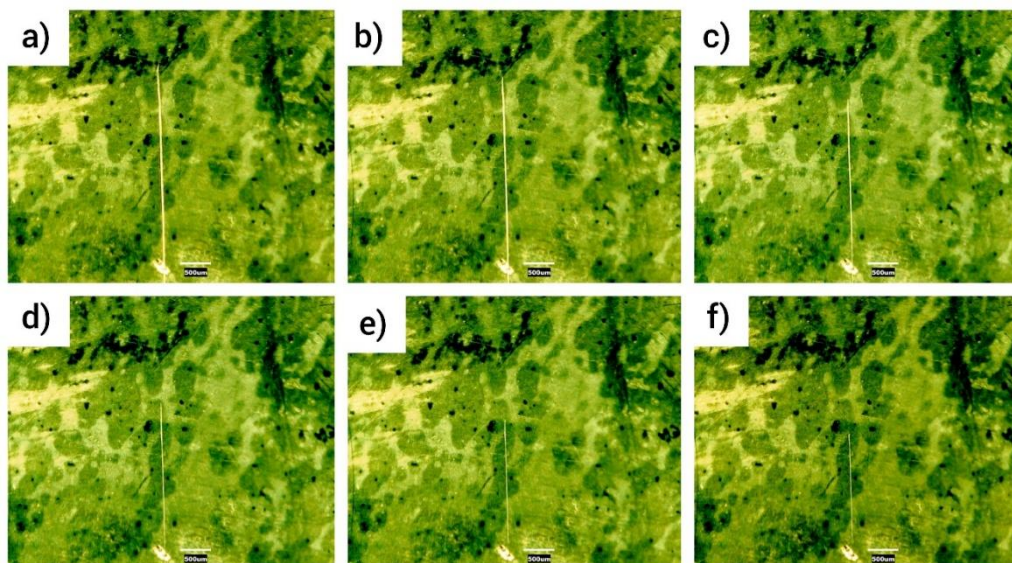
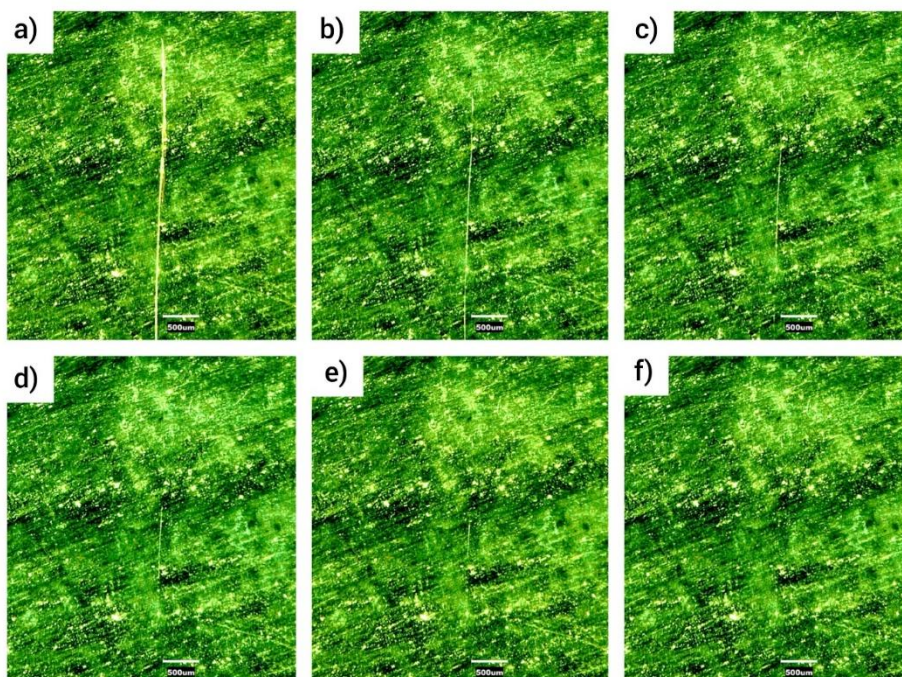


Figura 75: Análises de MO na amostra A-3,0 considerando tempos de descanso de: a) 0min, b) 10min, c) 20min, d) 30min, e) 40min e f) 50min, respectivamente.



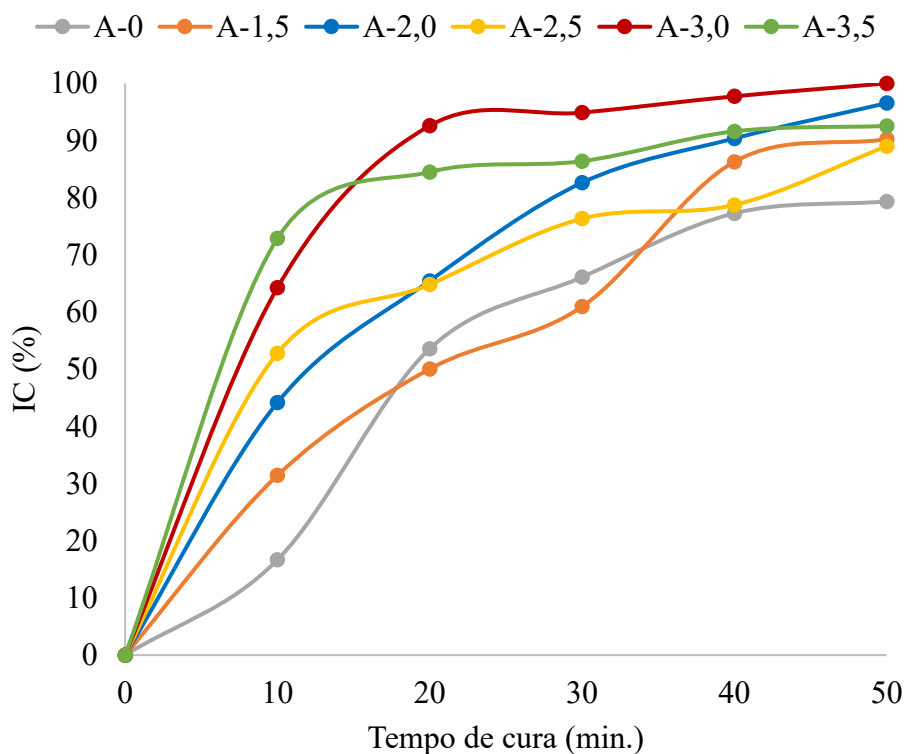
Pela análise das Figuras observa-se a ocorrência do processo de cura nos tempos de 0 min, 10 min, 20 min, 30 min, 40 min e 50 min para todas as amostras analisadas. Como as fissuras artificiais foram criadas manualmente, por um operador utilizando um estilete muito fino, foi difícil estabelecer um padrão consistente no comprimento e na largura das fissuras. No entanto, algumas observações podem ser feitas com base nas proporções de cada fissura

gerada. Os valores do IC obtidos para cada amostra em cada tempo de cura são apresentados na Tabela 17 e ilustrados na Figura 76.

Tabela 17: Valores de IC para cada amostra em cada tempo de cura.

Tempo de cura	IC (%)				
	10 min	20 min	30 min	40 min	50 min
A-0	16.66	53.59	66.11	77.27	79.34
A-1.5	31.43	50.04	60.93	86.29	90.23
A-2.0	44.17	65.45	82.62	90.37	96.54
A-2.5	52.79	64.81	76.34	78.73	88.99
A-3.0	64.24	92.59	94.87	97.73	100.00
A-3.5	72.87	84.50	86.39	91.60	92.54

Figura 76: IC para cada amostra em cada tempo de cura.



Observou-se que, após 10 minutos, o valor do IC aumentou proporcionalmente ao acréscimo da proporção de agente de cura incorporado ao interior das fibras em cada amostra. As amostras A-1,5, A-2,0, A-2,5, A-3,0 e A-3,5 apresentaram valores de IC 88,65%, 165,13%, 216,87%, 285,59% e 337,39% superiores aos do ligante puro, respectivamente. Esses resultados indicam que maiores teores de ácido graxo, encapsulado no interior de fibras de alginato de cálcio, contribuem positivamente para o aumento da capacidade de autocura dos ligantes asfálticos modificados com as fibras avaliadas.

Após 50 minutos verificou-se que todas as amostras modificadas continuaram a apresentar valores de IC superiores aos do ligante puro. As amostras A-1,5, A-2,0, A-2,5, A-3,0 e A-3,5 exibiram aumentos de 13,72%, 21,68%, 12,16%, 26,04% e 16,64%, respectivamente, em relação à amostra A-0. Entretanto, a capacidade de cura nesse período não apresentou aumento proporcional ao da quantidade de agente de cura presente nas fibras. Tal comportamento pode estar associado à variabilidade das trincas geradas manualmente, uma vez que a ausência de padronização das dimensões (comprimento e largura) pode ter influenciado a eficiência do processo de autocura.

De modo geral, observou-se que os valores de IC das amostras com fibras obtidos após 10 minutos foram superiores aos registrados após 50 minutos em relação à amostra sem fibras, indicando que a velocidade de cura é mais elevada nas etapas iniciais do processo, com tendência de estabilização ao longo do tempo.

De acordo com os espectros das amostras de ligante asfáltico analisadas por meio do FTIR, observou-se a intensificação das bandas associadas ao ácido graxo após o corte manual das fibras, principalmente a carbonila ($\sim 1700\text{ cm}^{-1}$) e a região de C–O ($1200\text{--}1000\text{ cm}^{-1}$), evidenciando maior liberação do agente de cura na matriz asfáltica. Esse resultado confirma que o rompimento das fibras promove a liberação do ácido graxo, a qual pode ser relacionada ao fechamento das fissuras geradas no ensaio de MO e, conseqüentemente, associada ao fenômeno de autocura observado nas amostras.

4.4.2. Estudo da autocura na mistura asfáltica

Etapa 1) Ensaio SCB monotônico

As Figuras 77 e 78 apresentam a evolução da fissura ao longo do tempo sob carregamento monotônico para as misturas asfálticas CP-0 e CP-3,5. A evolução da fissura para as demais amostras (CP-1,5, CP-2,0, CP-2,5 e CP-3,0) também foi registrada, seguindo o mesmo padrão observado, e encontra-se no Apêndice B. O gráfico que apresenta os valores do perímetro da fissura em função do tempo encontra-se na Figura 79. Os valores da redução

percentual da taxa de propagação da fissura, para cada amostra e para cada intervalo de tempo, em relação à mistura sem fibras, são apresentados na Tabela 18.

Figura 77: Evolução da fissura com o passar do tempo para a amostra CP-0.

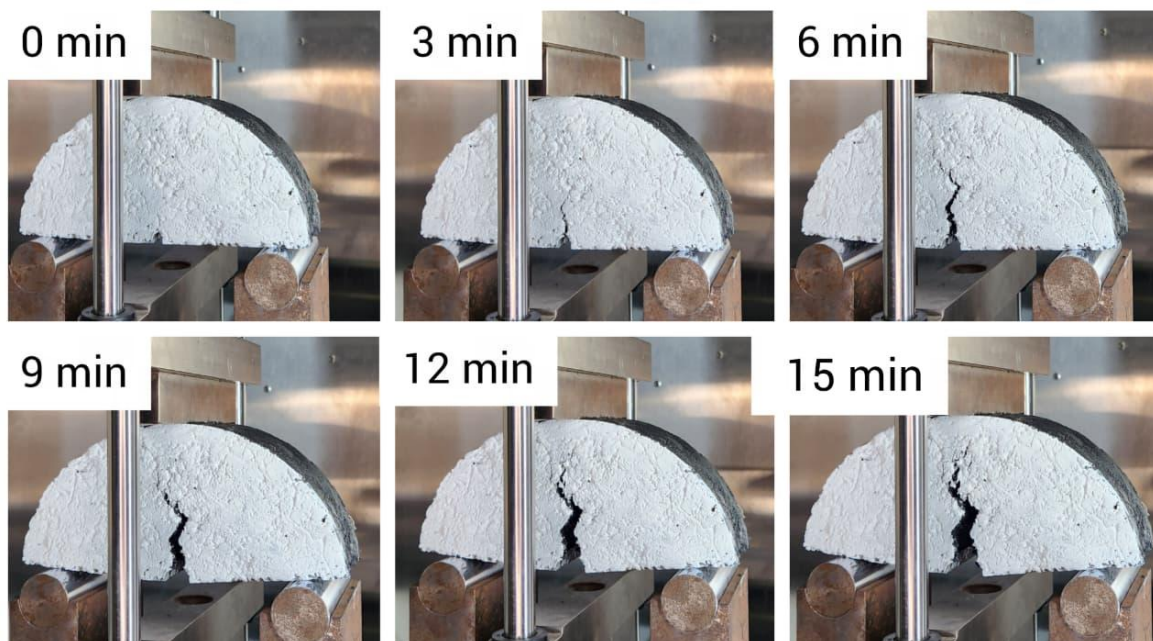


Figura 78: Evolução da fissura com o passar do tempo para a amostra CP-3,5.

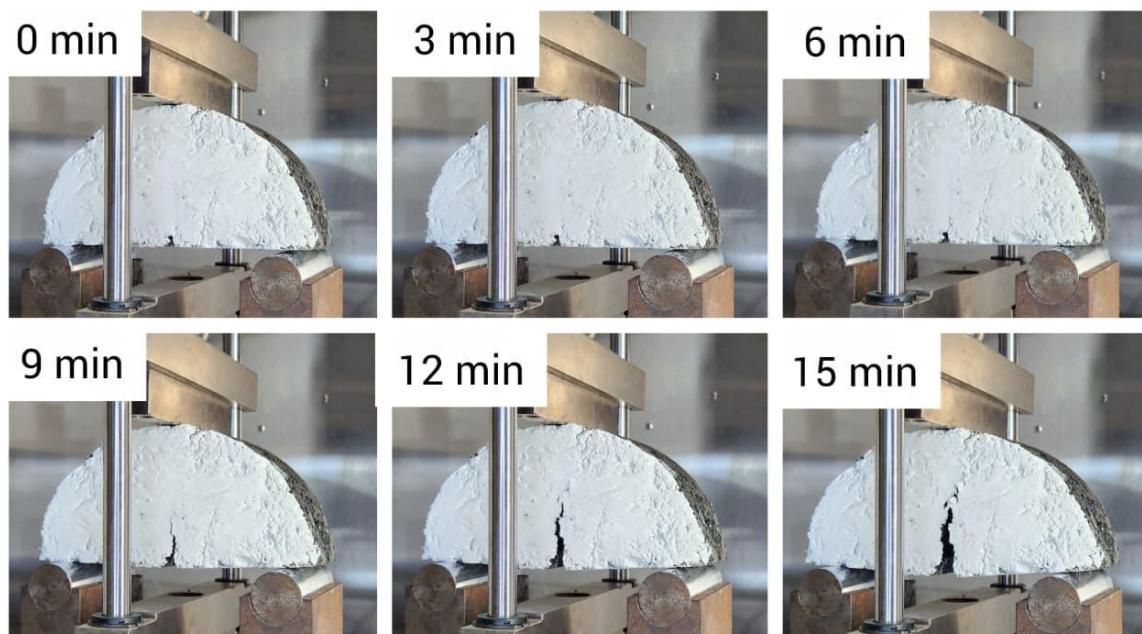


Figura 79: Gráfico do perímetro da fissura versus tempo.

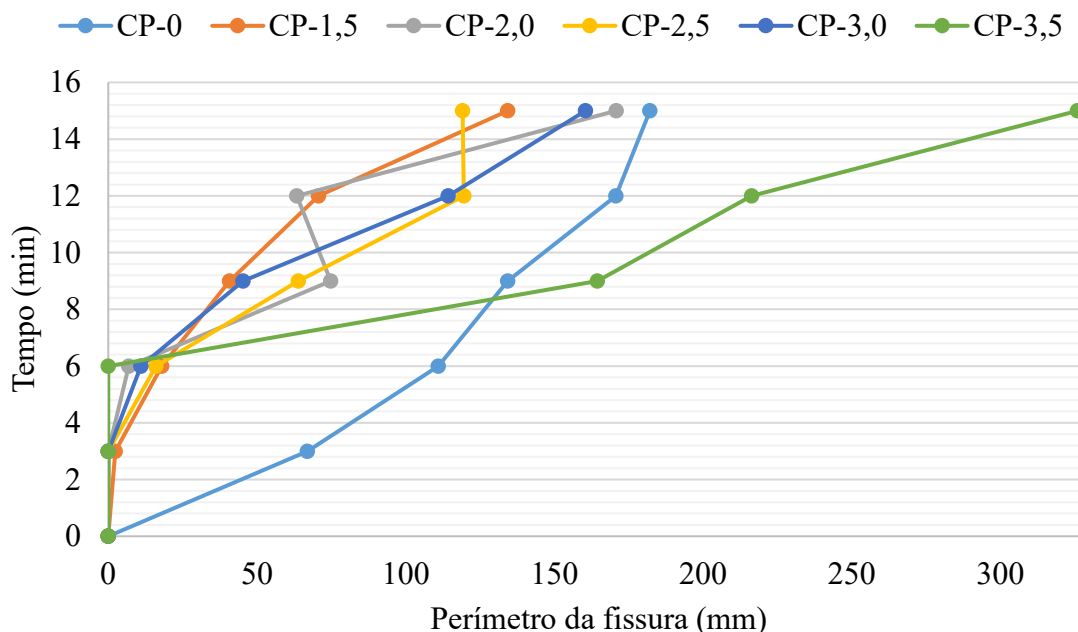


Tabela 18: Redução da taxa de propagação da fissura das amostras com adição de fibras em relação à amostra de referência.

Redução da taxa de propagação da fissura em relação à mistura sem fibras - RR_p (%)					
t (min)	3	6	9	12	15
CP-1,5	96.48	83.81	69.66	58.54	26.23
CP-2,0	100.00	93.76	44.33	62.88	6.22
CP-2,5	100.00	85.51	52.39	29.96	34.60
CP-3,0	100.00	90.09	66.28	33.03	11.88
CP-3,5	100.00	100.00	-22.42	-26.71	-78.95

Observa-se que a evolução da fissura sob carregamento monotônico para a amostra CP-0 ocorre de forma mais rápida em relação às misturas contendo fibras. A fissura na amostra de referência cresce de maneira acelerada já nos primeiros minutos, o que também é evidenciado pela curva de comprimento da fissura em função do tempo, na qual CP-0 apresenta a maior inclinação nos instantes iniciais em relação às demais misturas avaliadas.

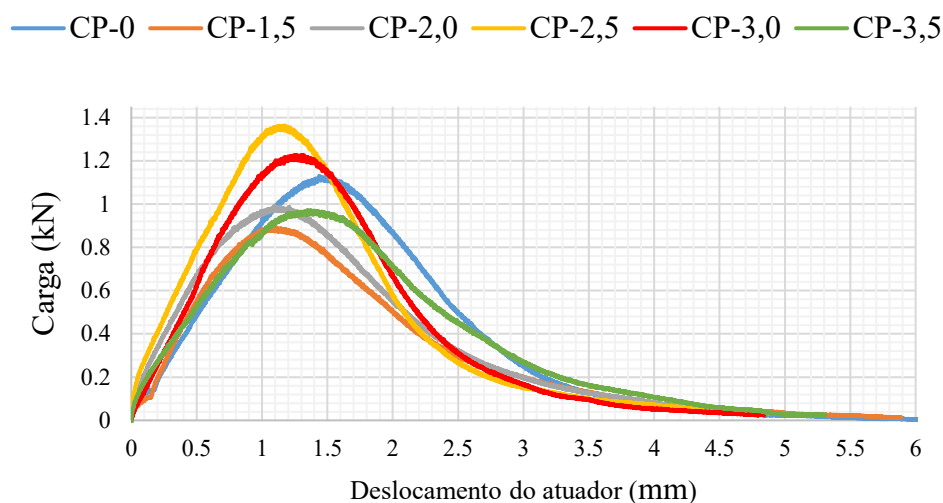
Em contraste, as misturas com adição de fibras exibem crescimento inicial mais lento da fissura, caracterizado por inclinações menores nas etapas iniciais da propagação. Com base nos tempos de 3, 6, 9, 12 e 15 minutos, foram observadas reduções máximas na taxa de propagação da fissura de 100%, 100%, 69,66%, 62,88% e 34,60%, respectivamente, em comparação à mistura sem fibras. Esse comportamento evidencia que a incorporação das

fibras contribui para aumentar a resistência à propagação da trinca, especialmente nas fases iniciais de fissuração, tornando o avanço mais gradual.

Com relação ao teor de ácido graxo nas fibras, verificou-se que teores baixos, como nas amostras CP-1,5 e CP-2,0, resultaram em retardamento significativo da propagação da fissura, com destaque para CP-1,5, que apresentou comportamento estável e consistente. Para o teor intermediário (CP-2,5) observou-se um retardamento inicial eficaz, seguido por um avanço moderado e progressivo da trinca. Entretanto, para os maiores teores de ácido graxo, representados por CP-3,0 e CP-3,5, o comportamento foi distinto: embora apresentassem forte retardamento inicial — chegando a 100% nos tempos de 3 e 6 minutos — a taxa de propagação acelerou substancialmente nos intervalos seguintes. Com destaque para a amostra CP-3,5, que apresentou excelente desempenho inicial, mas evoluiu para um crescimento de fissura mais rápido do que as demais misturas.

Esses resultados indicam que teores baixos a intermediários de ácido graxo nas fibras promovem uma mistura mais dúctil e com maior capacidade de deformação, reduzindo a fragilidade observada na mistura sem fibras e retardando o avanço da fissuração. Em contrapartida, teores excessivos de ácido graxo reduzem demasiadamente a rigidez da matriz asfáltica, levando ao efeito oposto: aceleração da propagação da fissura em estágios mais avançados.”

Na Figura 80 encontram-se as curvas de Carga-Deslocamento para as amostras em estudo, de onde foi possível obter os valores de $C_{máx}$ e $D_{máx}$, descritos na Tabela 19.

Figura 80: Curva de tensão \times deformação para as misturas.Tabela 19: Valores de $C_{m\acute{a}x}$ e $D_{m\acute{a}x}$ obtidos para as amostras.

Amostra	Carga de pico (kN)	Deslocamento (mm)
CP-0	1,131	1,438
CP-1,5	0,891	1,077
CP-2,0	0,992	1,096
CP-2,5	1,363	1,174
CP-3,0	1,227	1,260
CP-3,5	0,973	1,349

As misturas CP-2,5 e CP-3,0 apresentaram cargas de pico 20,51% e 8,49% superiores à da amostra CP-0, respectivamente. Em contrapartida, as misturas CP-1,5, CP-2,0 e CP-3,5 exibiram reduções de 21,22%, 12,29% e 13,97% na carga máxima em relação à mistura de referência. Esses resultados sugerem que teores intermediários de ácido graxo nas fibras (CP-2,5 e CP-3,0) proporcionam melhoria na resistência máxima sob carregamento monotônico. Já os teores mais baixos (CP-1,5 e CP-2,0) parecem ser insuficientes para gerar contribuição estrutural significativa, enquanto que, teores mais elevados (CP-3,5) evidenciam que o excesso de ácido graxo pode amolecer demasiadamente o ligante asfáltico, diminuindo a resistência à carga.

Quanto ao deslocamento do atuador, no momento em que a carga atinge o pico, valores superiores de $D_{m\acute{a}x}$ caracterizam uma resposta mais deformável, ao passo que valores inferiores indicam maior rigidez do material. As misturas CP-1,5, CP-2,0, CP-2,5, CP-3,0 e CP-3,5 exibiram valores de $D_{m\acute{a}x}$ 25,10%, 23,78%, 18,36%, 12,38% e 6,19% menores que a amostra de referência, respectivamente. Tal comportamento indica que, até o momento do

pico, a amostra de referência deformou mais antes de atingir sua carga máxima em relação às amostras com fibras. No entanto, observa-se que o aumento do teor de ácido graxo nas fibras elevou progressivamente a deformabilidade no pico, destacando-se a mistura CP-3,5, que apresentou valor de $D_{máx}$ mais próximo ao da mistura sem fibras.

Outro conjunto de parâmetros obtido a partir dos dados do ensaio monotônico foi a Energia de Fratura (J_c) e a inclinação inicial da curva carga–deslocamento (S). Os valores de J_c e S são exibidos nas Figuras 81 e 82, respectivamente. Os resultados numéricos correspondentes encontram-se listados na Tabela 20.

Figura 81: Valores de J_c para as misturas.

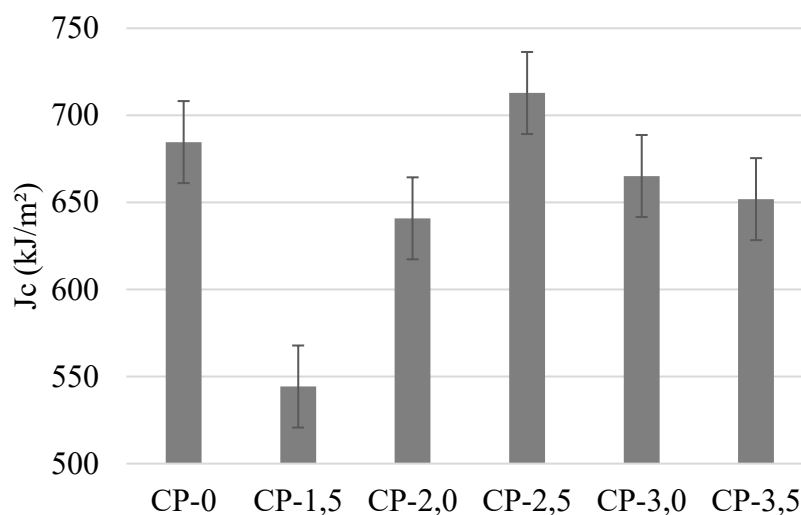


Figura 82: Valores de S para as amostras

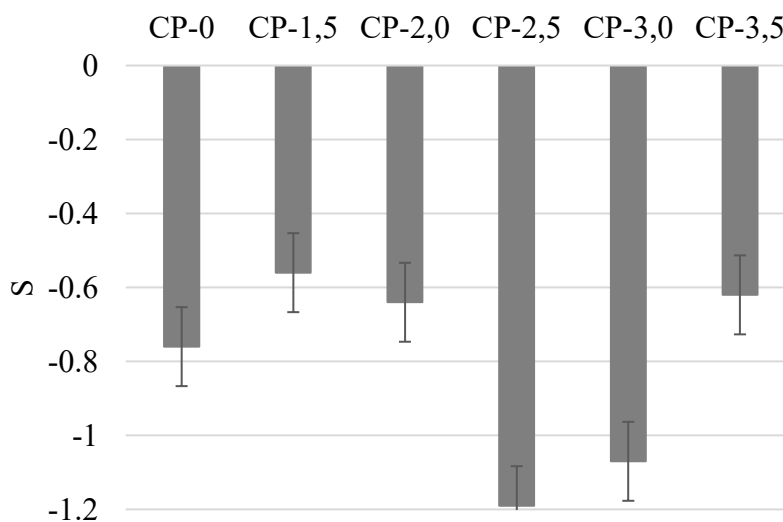


Tabela 20: Valores de Jc e S obtidos para as amostras

Amostra	Jc (kJ/m²)	S
CP-0	0.685	-0.76
CP-1,5	0.544	-0.56
CP-2,0	0.641	-0.64
CP-2,5	0.713	-1.19
CP-3,0	0.665	-1.07
CP-3,5	0.652	-0.62

Observou-se que as amostras CP-1,5, CP-2,0, CP-3,0 e CP-3,5 apresentaram valores de Jc 20,50%, 6,39%, 2,84% e 4,78% menores do que o valor de CP-0, respectivamente. Apenas a amostra CP-2,5 evidenciou um valor de Jc maior, com aumento de 4,12% em relação à mistura de referência. Estudos anteriores indicaram que as misturas devem atingir um valor mínimo de Jc=0,5 kJ/m² para minimizar a suscetibilidade à fissuração em temperatura intermediária, desse modo as amostras com adição de fibras satisfizeram ao limite recomendado (WU *et al.*, 2005; AGUIRRE *et al.*, 2019; ZAREMOTEKHASES *et al.*, 2020).

Para avaliar a diferença estatística entre os valores das amostras com fibras em relação à amostra sem fibras, foi realizado um teste t para amostras independentes por grupos com significância de 5% por meio do *software* STATISTICA. Foram obtidos p-valores de 0.00865, 0.07169, 0.67092, 0.13285 e 0.07020 entre as amostras CP-1,5, CP-2,0, CP-2,5, CP-3,0 e CP-3,5, respectivamente, em relação à mistura de referência. Com isso, verificou-se que apenas a amostra CP-1,5 apresentou diferença estatisticamente significativa, indicando redução da energia de fratura em relação à mistura sem fibras, enquanto as demais não diferiram significativamente da mistura de referência. Assim, conclui-se que a incorporação das fibras propostas não altera a resistência à fratura da mistura asfáltica, ao contrário, preserva essa propriedade dentro dos valores considerados adequados pela literatura (WU *et al.*, 2005; AGUIRRE *et al.*, 2019; ZAREMOTEKHASES *et al.*, 2020).

Comportamento oposto foi observado nos estudos de Aguirre *et al.* (2019) e Zaremotekhasés *et al.* (2020). Aguirre *et al.* (2019) estudaram a adição de 5% de fibras de alginato de cálcio em misturas asfálticas convencionais e misturas asfálticas recicladas e verificaram que a adição de fibras elevou o valor de Jc para valores em torno de 14,28% em relação a mistura asfáltica convencional. Contudo, tanto as amostras com fibras, quanto as sem fibras exibiram valores de Jc abaixo do limite recomendado de 0,5 kJ/m².

Zaremotekhas *et al.* (2020) também estudaram a adição de 5% de fibras de alginato de cálcio com rejuvenescedores comerciais em misturas asfálticas convencionais. A adição de fibras na mistura asfáltica elevou o valor do J_c para valores em torno de 50% em relação à mistura de referência. Contudo os autores obtiveram valores aproximados ao do presente estudo, com $J_c = 0,6 \text{ kJ/m}^2$ no caso de misturas com adição de 5% de fibras com o rejuvenescedor comercial denominado Cargill-1252.

Em relação ao parâmetro S , as amostras CP-1,5, CP-2,0 e CP-3,5 exibiram valores 26,32%, 15,79% e 18,42% maiores em relação à mistura de referência. Enquanto que as misturas CP-2,5 e CP-3,0 exibiram reduções de 56,58% e 40,79% nesse parâmetro. Segundo Costa (2022) amostras que exibem uma suavização da curva após a ruptura podem ser consideradas mais deformáveis e menos frágeis. Portanto, as amostras CP-1,5, CP-2,0 e CP-3,5 evidenciaram comportamento inicial mais dúctil e queda de carga menos abrupta após o pico. Em contraste, as misturas CP-2,5 e CP-3,0 apresentaram comportamento mais frágil no pós-pico, com perda de carga mais acentuada imediatamente após a instabilidade da fissura.

Etapa 2) SCB dinâmico

A Figura 83 ilustra as curvas do número de ciclos versus a deformação para as misturas em estudo. A Tabela 21 apresenta um resumo dos resultados obtidos nesta etapa (valores de N_{f1} e N_h) para cada amostra ensaiada.

Figura 83: Curva do número de ciclos X deformação para as amostras em estudo.

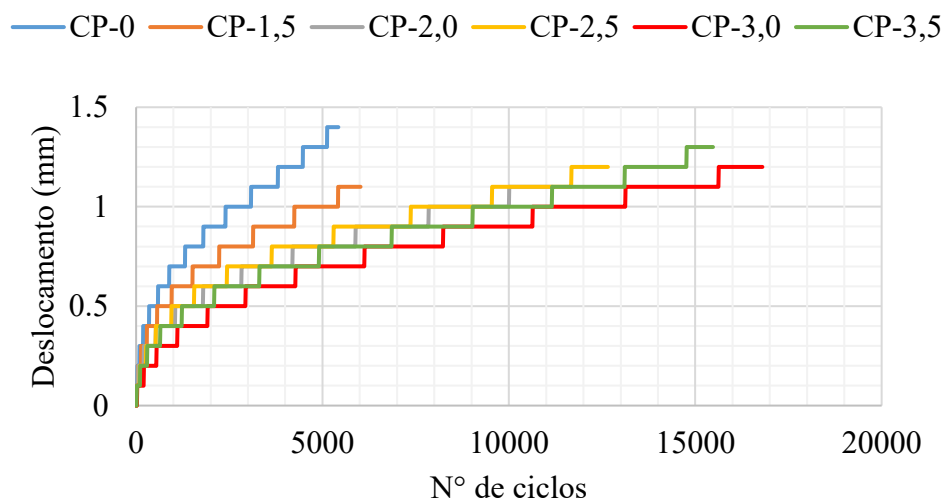


Tabela 21: Valores de Nf1 e Nh para as misturas em estudo.

Amostra	Nf1	Nh
CP-0	5426	1899
CP-1,5	6021	2108
CP-2,0	11161	3906
CP-2,5	12656	4429
CP-3,0	16801	5880
CP-3,5	15476	5417

As curvas $N \times d$ evidenciaram que a mistura de referência apresenta o menor número de ciclos até atingir o deslocamento máximo correspondente ao critério de falha, indicando menor resistência à fadiga. A adição de fibras aumentou progressivamente a capacidade de suportar ciclos antes da ruptura. As misturas CP-1,5, CP-2,0, CP-2,5, CP-3,0 e CP-3,5 apresentaram aumentos de 10,99%, 105,73%, 133,33%, 209,72% e 184,99%, respectivamente, em relação à amostra sem fibras.

Esse comportamento corrobora com os resultados obtidos por meio do ensaio de fadiga, o qual demonstrou que maiores teores de ácido graxo nas fibras resultaram em maiores valores de Nf, indicando que as fibras com maior proporção de ácido graxo evidenciam uma melhor vida de fadiga.

Comportamento oposto foi observado por Silva (2022) ao adicionar cápsulas de ácido graxo da borra do óleo de soja em misturas asfálticas. Foi observado que as amostras com 0,1% e 0,2% de adição de cápsulas nas misturas, respectivamente, evidenciaram uma redução de 74,75% e 18,49% do valor de Nf em relação a mistura de referência.

Um possível mecanismo para explicar o comportamento distinto entre os resultados obtidos neste estudo e aqueles reportados por Silva (2022) está relacionado à forma de encapsulamento do ácido graxo na mistura asfáltica. No encapsulamento do ácido graxo por meio de fibras, o agente de cura é liberado de maneira gradual ao longo do carregamento, o que favorece o fechamento progressivo das fissuras. Além disso, o entrelaçamento das fibras contribui para a redução da concentração de deformações, como visto no ensaio de resistência à deformação permanente, contribuindo, também, para o retardamento do processo de dano acumulado. Em contrapartida, o encapsulamento do ácido graxo por meio de cápsulas tende a resultar em ruptura prematura do material encapsulante, promovendo uma liberação mais abrupta do agente de cura, induzindo um efeito amolecedor excessivo do ligante e, conseqüentemente, reduzindo a resistência à fadiga da mistura.

Etapa 3) Ensaio SCB dinâmico e início do estudo da autocura

Os gráficos da etapa SCB dinâmico com Nh como critério de parada estão ilustrados na Figuras 84. A Tabela 22 apresenta os valores de deslocamento associados a Nh ao término do ensaio para cada amostra.

Figura 84: Curva do Número de ciclos X Deformação com critério de parada em Nh para as amostras em estudo.

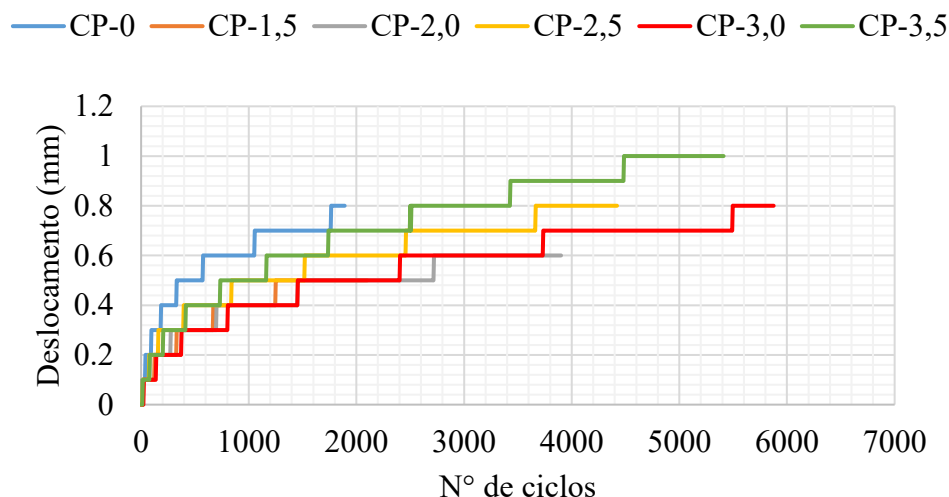


Tabela 22: Valores de Nh e Deslocamento correspondente para as misturas em estudo.

Amostra	Nh	Deslocamento correspondente (mm)
CP-0	1899	0,8
CP-1,5	2108	0,5
CP-2,0	3906	0,6
CP-2,5	4429	0,8
CP-3,0	5880	0,8
CP-3,5	5417	1,0

Apesar do aumento progressivo dos valores de Nh observado para as amostras ensaiadas, os deslocamentos associados ao critério de parada evidenciaram variações distintas entre as misturas. As amostras CP-1,5 e CP-2,0 apresentaram reduções de 37,5% e 25% em relação à amostra de referência, respectivamente. Já as misturas CP-2,5 e CP-3,0 exibiram deslocamentos idênticos ao da amostra de referência (variação de 0%). Por outro lado, a mistura CP-3,5 apresentou o maior deslocamento (1,0 mm), correspondendo a um aumento de 25% em relação à CP-0.

Cabe avaliar se a variação nos deslocamentos do atuador observada nessa etapa resultou em respostas mecânicas distintas entre as misturas, especialmente no que se refere aos níveis de deformação e ao grau de dano acumulado. Nesse contexto, torna-se pertinente analisar se a existência de diferentes níveis de deformação pode ter influenciado a avaliação da autocura nas etapas subsequentes.

Etapa 4) Ensaio TC e obtenção do IC_{Vv}

A Tabela 23 apresenta os valores de V_{V1} e V_{V2} das misturas asfálticas avaliadas. A Figura 85 mostra os valores de IC_{Vv} para cada amostra, enquanto a Figura 86 ilustra uma comparação visual em 3D entre V_{V1} e V_{V2} para a faixa da amostra CP-0 considerada para análise em micro-TC, obtida por meio do software Avizo Fire. As representações correspondentes às demais amostras encontram-se no Apêndice C.

Tabela 23: V_{v1} e V_{v2} para as amostras em estudo.

Volume de vazios das misturas asfálticas						
Mistura	CP-0	CP-1,5	CP-2,0	CP-2,5	CP-3,0	CP-3,5
Vv1 (%)	2.3	2.6	3.9	2.8	3.2	3.2
Vv2 (%)	4.6	4.2	5.5	4.7	4.2	3.4

Figura 85: IC_{Vv} para as amostras em estudo.

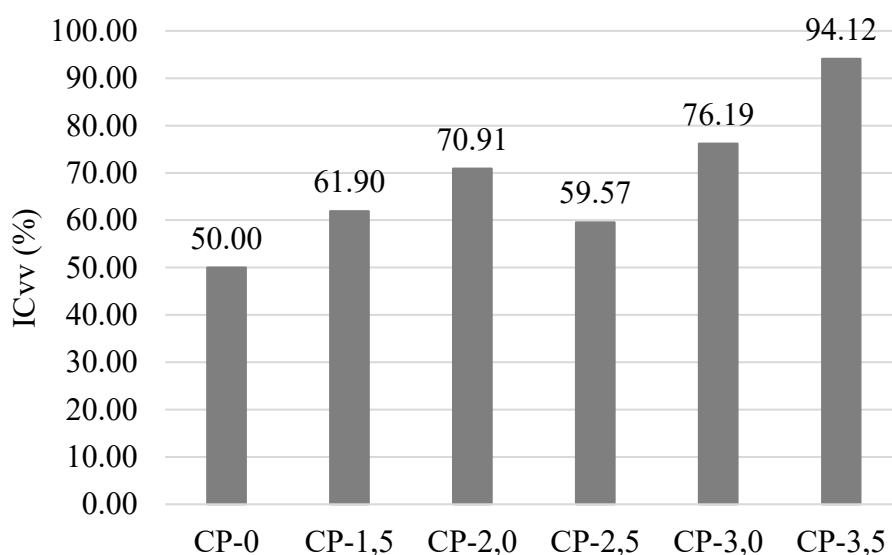
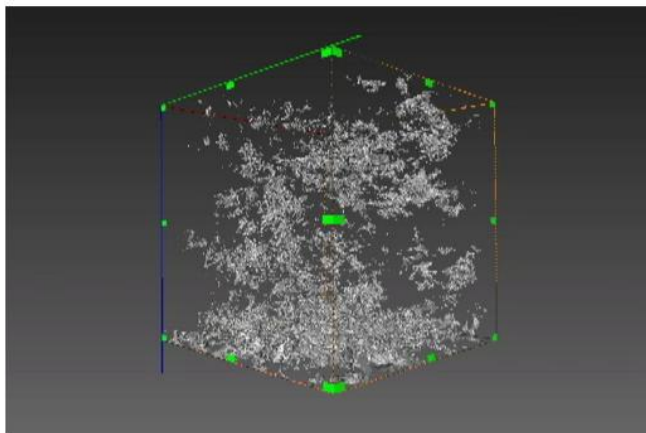


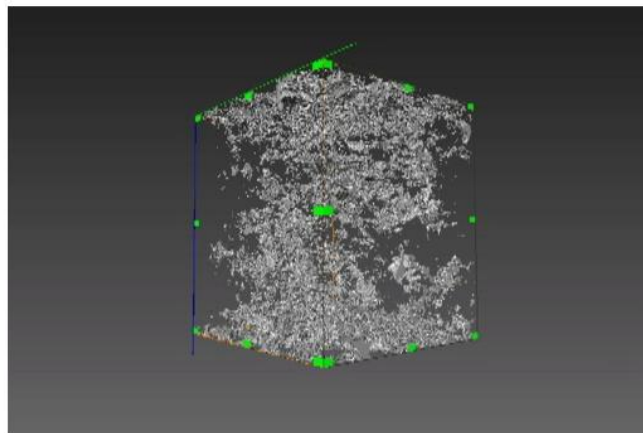
Figura 86: Imagem comparativa em 3D entre Vv1e Vv2 para a faixa da amostra CP-0.

CP-0 Antes do ensaio



$$\Phi = 2,3 \%$$

CP-0 Depois do ensaio



$$\Phi = 4,6 \%$$

A comparação entre os valores de Vv obtidos na etapa de dosagem e aqueles determinados por MicroCT antes da aplicação de carregamentos (Vv_1) evidencia comportamentos distintos entre as metodologias. Na etapa de dosagem, a mistura de referência apresentou Vv superior ao da mistura com adição de fibras, enquanto na análise por MicroTC observou-se comportamento inverso, em que o Vv_1 da mistura de referência foi inferior aos valores das misturas com fibras. Esse resultado indica que a diferença de Vv observada na dosagem, além de estar dentro da faixa normativa, foi pequena a ponto de não influenciar de forma significativa o processo de moldagem dos corpos de prova das etapas subsequentes.

A adição de fibras resultou em melhora da autocura na mistura asfáltica, com aumentos de 23,8% para CP-1,5, 41,8% para CP-2,0, 19,1% para CP-2,5, 52,4% para CP-3,0 e 88,2% para CP-3,5, em relação a mistura de referência. Esses resultados evidenciam que todas as amostras com adição de fibras promoveram maior fechamento de vazios e, portanto, maior eficiência de autocura.

Quanto à influência do teor de ácido graxo nas fibras, observa-se uma tendência de aumento progressivo do IC_{Vv} à medida que o teor de ácido graxo se eleva. Embora CP-2,5 apresente uma pequena queda relativa em relação a CP-2,0, o comportamento geral indica que teores mais altos favorecem a autocura da mistura asfáltica, culminando em um desempenho máximo na amostra CP-3,5. Assim, os resultados indicam que o aumento do

teor de ácido graxo nas fibras está diretamente associado ao aumento da capacidade de autocura da mistura asfáltica.

Esses resultados corroboram com as observações obtidas no estudo de autocura do ligante asfáltico, avaliado por MO, no qual se constatou que a adição de fibras aumenta significativamente o potencial de autocura do ligante. Além disso, verificou-se que o aumento do teor de ácido graxo nas fibras intensifica esse efeito, alcançando valores de índice de cura até 337,39% superiores ao do ligante sem fibras.

Etapa 5) Ensaio SCB dinâmico pós-cura e obtenção do IC_{Nf}

A Figura 87 apresenta as curvas carga–deslocamento das amostras avaliadas. A Tabela 24 reúne os valores de N_{f2} obtidos para cada mistura, bem como seus respectivos índices de cura IC_{Nf} . A Figura 88 mostra a distribuição dos valores de IC_{Nf} entre as amostras.

Figura 87: Curvas N X d após o período de cura para as amostras em estudo.

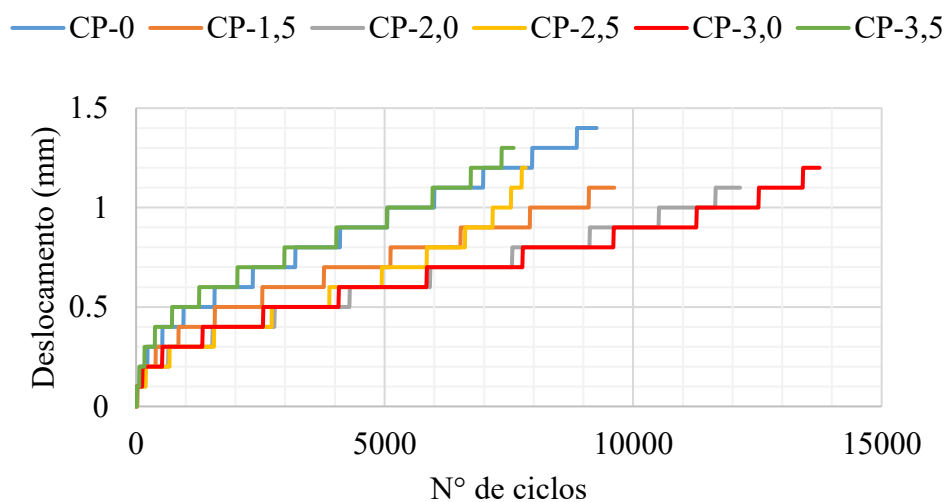
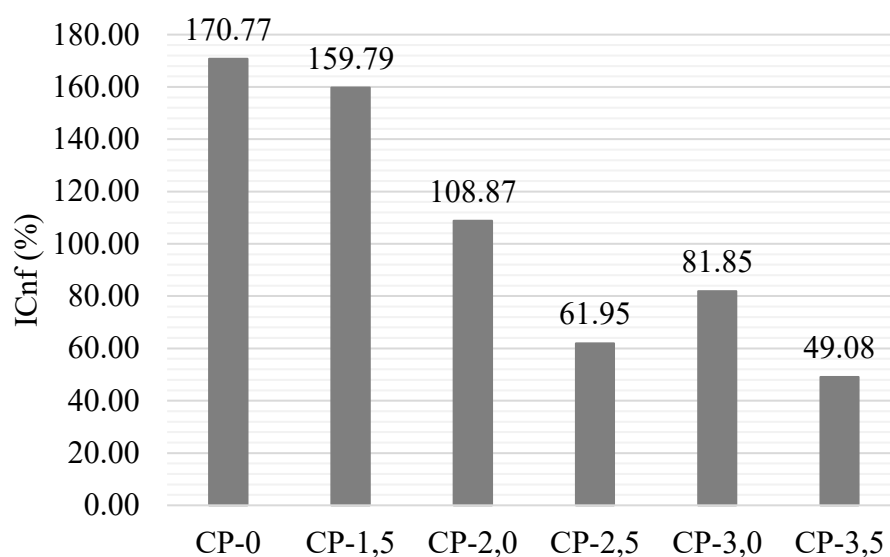


Tabela 24: Valores de N_{f2} e seus respectivos valores de IC_{Nf} para as amostras estudadas.

Amostra	N_{f1}	N_{f2}	IC (%)
CP-0	5426	9266	170.77
CP-1,5	6021	9621	159.79
CP-2,0	11161	12151	108.87
CP-2,5	12656	7841	61.95
CP-3,0	16801	13751	81.85
CP-3,5	15476	7596	49.08

Figura 88: Gráfico representativo dos valores de IC_{nf} para as amostras.

Em relação à mistura de referência, as amostras CP-1,5, CP-2,0, CP-2,5, CP-3,0 e CP-3,5 apresentaram reduções de 6,45%, 36,28%, 63,72%, 52,08% e 71,27%, respectivamente, nos valores de IC_{nf} . Esses resultados contrastam com aqueles obtidos para o parâmetro IC_{vv} , que indicou aumento do potencial de autocura proporcional ao teor de ácido graxo nas fibras.

A divergência observada entre os dois índices pode estar associada a variações nas condições experimentais ao longo da execução dos ensaios. Um dos fatores identificados refere-se à dificuldade em manter os corpos de prova sob a mesma condição térmica no intervalo entre o término do período de cura (3ª etapa) e o início das análises por microtomografia computadorizada (4ª etapa), especialmente no caso da amostra CP-0. A sala onde se encontrava o tomógrafo apresentava temperaturas significativamente inferiores às preconizadas pela metodologia, e, durante os procedimentos de calibração e varredura, as amostras permaneceram expostas a essas condições por períodos prolongados. Após essa etapa, os corpos de prova foram encaminhados para a fase final do ensaio de autocura (5ª etapa), sendo a amostra CP-0 a primeira a ser ensaiada. Nesse momento, a amostra ainda se encontrava em temperatura inferior à ambiental, o que pode ter resultado em maior rigidez do material e, conseqüentemente, contribuído para o elevado número de ciclos até a ruptura observado na etapa pós-cura. As demais amostras, por sua vez, permaneceram por mais tempo em condições ambientais antes do ensaio, possibilitando um condicionamento térmico mais próximo da temperatura ambiente.

Outro fator que possivelmente influenciou os resultados foi a adoção do critério de parada baseado em $N_h = 35\%N_{f1}$. Os deslocamentos do atuador correspondentes a esse critério variaram consideravelmente entre as amostras, o que sugere que cada mistura foi submetida a níveis diferentes de deformação antes da etapa de cura.

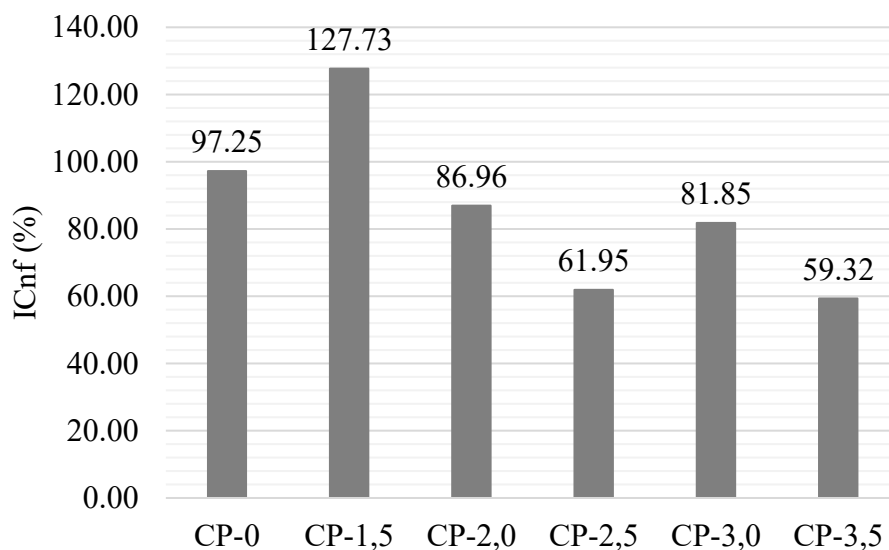
Diante desse contexto, optou-se pela repetição da terceira etapa do protocolo de estudo da autocura para algumas amostras, adotando-se como critério de parada o mesmo valor de deslocamento do atuador para todas as misturas, em substituição ao critério baseado em frações do número de ciclos. Essa estratégia teve como objetivo estabelecer condições iniciais de deformação mais uniformes, de modo a tornar a comparação entre os índices de cura mais consistente e representativa. Considerou-se que as amostras CP-0, CP-2,5 e CP-3,0 já haviam atingido deslocamento do atuador de 0,8 mm na terceira etapa, assim, decidiu-se repetir o protocolo de autocura para as amostras CP-1,5, CP-2,0 e CP-3,5, fixando-se esse mesmo valor de deslocamento como critério de parada. Optou-se, ainda, pela repetição da segunda etapa para as amostras CP-0 e CP-1,5.

A Tabela 25 reúne os valores de N_{f1} e N_{f2} obtidos para cada mistura após a repetição dos ensaios, bem como seus respectivos índices de cura IC_{nf} . A Figura 89 mostra a nova distribuição dos valores de IC_{nf} entre as amostras.

Tabela 25: Valores de N_{f1} , N_{f2} e seus respectivos valores de IC_{nf} para as amostras estudadas após a repetição do ensaio.

Amostra	Nf1	Nf2	IC (%)
CP-0	9528	9266	97,25
CP-1,5	7141	9121	127,73
CP-2,0	11161	9706	86,96
CP-2,5	12656	7841	61,95
CP-3,0	16801	13751	81,85
CP-3,5	15476	9181	59,32

Figura 89: Gráfico representativo dos valores de ICnf para as amostras após repetição do ensaio.



Após a repetição do ensaio observou-se uma redução de 41,08%, 20,06% e 20,12% para as amostras CP-0, CP-1,5 e CP-2,0, respectivamente, em relação aos seus valores antes da repetição. Em contrapartida, foi observado um aumento de 20,86% para a amostra CP-3,5 em relação ao seu valor antes da repetição.

Mesmo após a repetição dos ensaios, ainda foi possível observar redução dos valores de IC para todas as amostras em relação à mistura de referência. Sendo de 10,58%, 36,3%, 15,84% e 39,00% para as amostras CP-0, CP-2,0, CP-2,5, CP-3,0 e CP-3,5, com exceção apenas da amostra CP-1,5, que apresentou aumento de 31,34%.

Os resultados dos ensaios de autocura realizados em amostras de ligante asfáltico, a partir das análises em MO, assim como aqueles obtidos para as misturas asfálticas por meio das análises em MicroTC, indicaram que a adição das fibras avaliadas proporcionou aumento do IC em relação ao material de referência, observando-se ainda uma tendência de aumento deste índice com o aumento do teor de ácido graxo. Em contrapartida, os resultados obtidos a partir do protocolo de ensaios para estudo da autocura na mistura asfáltica por meio do ensaio SCB apresentaram comportamento oposto, evidenciando inconsistência entre os métodos. Dessa forma, não foi possível estabelecer conclusões coerentes para esses resultados, e as possíveis causas dessas discrepâncias são discutidas na sequência do texto.

A amostra CP-1,5, mesmo após a repetição do ensaio, apresentou valor de Nf após o período de cura superior ao observado antes da aplicação do carregamento. Antes da repetição do ensaio, esse mesmo comportamento também foi verificado em outras amostras. Tal resultado pode ser atribuído ao fato de as amostras terem sido submetidas a um período

de 4 horas em estufa a 40 °C, conforme proposto por Silva (2022), condição que pode ter promovido maior fluidez do ligante asfáltico no interior da mistura, possibilitando o preenchimento de deformações eventualmente geradas e o retorno do material a um estado próximo ao inicial, anterior à aplicação do carregamento.

Durante o período de condicionamento em estufa, os corpos de prova foram posicionados em moldes metálicos, conforme procedimento recomendado por Silva (2022). Entretanto, é razoável inferir que cada amostra tenha sido submetida a diferentes níveis de tensão durante esse processo, uma vez que não foi possível padronizar ou controlar a carga aplicada aos corpos de prova no interior dos moldes. Dessa forma, a estratégia adotada pode ter introduzido variabilidade adicional nos resultados, indicando que tal procedimento não se mostrou adequado para a realização de comparações representativas entre as amostras analisadas.

Além disso, durante a realização do SCB dinâmico, os corpos de prova apresentam padrões distintos de fissuração, não seguindo um comportamento de propagação de trinca uniforme entre as amostras. Esse comportamento pode ser atribuído à variabilidade na distribuição e na magnitude das tensões induzidas durante o carregamento. Como consequência, cada corpo de prova tende a desenvolver trajetórias de trinca distintas, dificultando a padronização do processo de fratura. Essa variabilidade no comportamento de fissuração constitui um fator adicional que limita a possibilidade de realizar comparações representativas entre as amostras analisadas.

Com o objetivo de padronizar as condições de ensaio, as amostras CP-0, CP-1,5, CP-2,0 e CP-3,5 foram condicionadas ao longo de todo o protocolo experimental à temperatura de 25 °C, no interior do equipamento UTM-25. No entanto, foram observadas, em diferentes momentos, oscilações de temperatura no próprio equipamento, com variações entre 22 °C e 26 °C. Sabe-se que variações térmicas influenciam de forma significativa o comportamento mecânico de materiais viscoelásticos, conforme destacado por Oliveira (2019), podendo contribuir para a inconsistência dos resultados obtidos nos ensaios de fadiga.

Tabakovic *et al.* (2017) avaliaram a eficiência de fibras de alginato como sistema de autocura em pavimentos asfálticos por meio de ensaios SCB e relataram que esse ensaio se mostrou inadequado para a análise do fenômeno de autocura em misturas asfálticas com adição de fibras, em razão das elevadas deformações geradas nos corpos de prova após a realização do teste. Nesse contexto, Aguirre *et al.* (2019) destacam que a avaliação da autocura deve ser conduzida a partir de ensaios que permitam a indução controlada de

microfissuras decorrente do controle das deformações impostas, condições que não são atendidas pelo ensaio SCB.

Oliveira (2019) avaliou a influência dos períodos de repouso (rest periods – RPs) na vida de fadiga de ligantes e misturas asfálticas. A autora observou que, nos ensaios com repouso, as misturas apresentaram variações pouco expressivas do número de ciclos até a falha (Nf) em relação aos ensaios sem repouso. Embora algumas amostras tenham apresentado valores de Nf superiores ao esperado, esses resultados não foram suficientes para caracterizar a existência do fenômeno da autocura. A autora destaca que tais variações podem ser atribuídas à variabilidade inerente ao processo de moldagem, preparação dos corpos de prova e condução do ensaio, e não exclusivamente ao fenômeno de autocura. Assim, conclui-se que a atribuição direta do aumento de Nf à autocura pode ser inadequada, uma vez que outros efeitos reversíveis, como não linearidade, autoaquecimento e tixotropia, podem influenciar o comportamento do material e devem ser considerados na interpretação dos resultados.

Ainda que tenha sido adotado um mesmo deslocamento do atuador como critério de parada para todas as amostras no ensaio SCB, não foi possível padronizar o nível de deformação efetivamente imposto aos corpos de prova, conforme discutido por Tabakovic *et al.* (2017) e Aguirre *et al.* (2019). Adicionalmente, constatou-se a presença de variabilidades inerentes à condução do ensaio, tais como oscilações de temperatura, conforme apontado por Oliveira (2019). Dessa forma, infere-se que a metodologia empregada para o ensaio SCB nesta pesquisa não se mostrou a mais adequada, em razão da dificuldade de garantir condições experimentais equivalentes entre as amostras, comprometendo a obtenção de resultados capazes de descrever e comparar, de maneira consistente, o fenômeno da autocura.

5. CONCLUSÕES

A partir da análise integrada dos resultados experimentais, foi possível estabelecer algumas considerações acerca do efeito da adição das fibras no ligante e na mistura asfáltica:

- Verificou-se que a incorporação de 5% de fibras de alginato de cálcio contendo ácido graxo proveniente da borra de óleo de soja, não promoveu redução da rigidez nem aumento da viscosidade do ligante. Observou-se, entretanto, a necessidade de cautela quanto à estabilidade do sistema durante o armazenamento, uma vez que a ausência de reação química entre as fibras e o ligante, aliada ao aumento da densidade das fibras com o acréscimo do teor de ácido graxo e ao envelhecimento a curto prazo, pode potencializar o fenômeno de decantação. Adicionalmente, os resultados do ensaio LAS evidenciaram melhoria expressiva da resistência à fissuração por fadiga, destacando-se os ligantes contendo 5% de fibras com teores de 2,5%, 3,0% e 3,5% de ácido graxo, que apresentaram maior preservação da integridade estrutural antes da queda de resistência associada ao pós-pico de tensão de cisalhamento.
- A adição das fibras contribuiu para a melhoria da estabilidade térmica do ligante asfáltico, auxiliando na mitigação da degradação associada aos processos de envelhecimento. As análises por FTIR confirmaram a presença do ácido graxo na matriz do ligante modificado com fibras, sendo essa evidência particularmente mais pronunciada após o corte manual das fibras, condição na qual a liberação do ácido graxo se mostrou mais evidente.
- A interpretação integrada dos resultados de FTIR, do parâmetro AI obtido no ensaio de PG, das curvas tensão versus deformação do ensaio LAS e da análise térmica indicou que a adição das fibras de ácido graxo da borra do óleo de soja não promoveu diferença relevante no envelhecimento oxidativo do ligante modificado.
- A incorporação de 5% das fibras de ácido graxo da borra de óleo de soja não promoveu reduções significativas na resistência à tração, na resistência à tração retida após dano por umidade induzida, nem na rigidez da mistura, ao mesmo tempo em que contribuiu positivamente para o aumento da resistência à deformação permanente. Observou-se, ainda, que misturas contendo maiores teores de ácido graxo apresentaram melhor desempenho à fadiga sob níveis mais severos de sollicitação, refletindo maior capacidade de retardar o acúmulo de danos e, conseqüentemente, maior durabilidade em serviço. Adicionalmente, a presença das

fibras mostrou-se eficaz na redução da velocidade de propagação de fissuras, sobretudo nos estágios iniciais do carregamento monotônico, preservando a energia de fratura do material e resultando em desempenho global comparável ao da mistura asfáltica de referência.

- A análise por MO evidenciou que a adição das fibras de ácido graxo da borra de óleo de soja promoveu aumento expressivo da capacidade de autocura do ligante, alcançando valores até 337,39% superiores aos observados no ligante de referência. Observou-se que a autocura ocorreu de forma mais rápida e pronunciada nos estágios iniciais, apresentando forte correlação com o aumento do teor de ácidos graxos nas fibras, o que indica maior eficiência do sistema fibra–ligante na promoção da recuperação da continuidade da matriz asfáltica após a ocorrência de danos.
- O índice de cura IC_{Vv} , obtido por MicroTC, constatou que a adição de fibras contribui positivamente para a melhoria da autocura de misturas asfálticas, evidenciando maior eficiência desse fenômeno nas misturas contendo fibras de ácido graxo da borra de óleo de soja, com tendência de aumento proporcional ao teor de ácido graxo encapsulado e ganhos de até 88,24% em relação à mistura de referência. Em contraste, o índice IC_{nf} apresentou reduções significativas nas misturas com fibras, contudo, esses resultados mostraram-se fortemente influenciados por limitações metodológicas, tais como: a variabilidade do procedimento experimental, a ausência de controle rigoroso da estabilização térmica e a falta de padronização dos níveis de deformação aplicados. Dessa forma, conclui-se que o índice IC_{Vv} se mostrou mais adequado para a caracterização da autocura em misturas asfálticas, enquanto o IC_{nf} revelou-se sensível a efeitos reversíveis decorrentes de restrições experimentais, não sendo o parâmetro mais apropriado para a avaliação do fenômeno.

De modo geral, os resultados obtidos demonstram que a adição de fibras de ácido graxo provenientes da borra de óleo de soja constitui uma estratégia tecnicamente viável para o aumento da capacidade de autocura de materiais asfálticos, além de favorável à sustentabilidade. Quando empregada em teores adequados, a adição de fibras em materiais asfálticos não compromete de forma significativa as propriedades reológicas, mecânicas, químicas e térmicas e pode, inclusive, promover melhorias no desempenho do material. Nesse sentido, os resultados indicam que a aplicação dessas fibras pode ser considerada em obras de pavimentação, desde que observadas algumas limitações, como: a necessidade de

controle da proporção alginato/rejuvenescedor nas fibras, a fim de evitar o rompimento prematuro das fibras, a redução excessiva da rigidez ou o aumento de deformações; além de cuidados específicos quanto à estabilidade do material durante o armazenamento. Assim, embora as fibras avaliadas configurem uma alternativa promissora para a melhoria do fenômeno da autocura em materiais asfálticos, sua adoção em escala prática deve ser precedida pela definição de teores ótimos e por análises de custo-benefício, de modo a verificar sua competitividade em relação a soluções convencionais.

5.1. Considerações metodológicas e limitações da pesquisa

Em razão do caráter inovador da pesquisa, tanto no que se refere aos materiais empregados quanto às abordagens metodológicas adotadas, o presente estudo apresentou algumas limitações de natureza experimental. Destaca-se, nesse contexto, o fato de a confecção das fibras ter sido realizada de forma manual, o que induziu dificuldades relacionadas ao controle do processo de extrusão da emulsão no banho de coagulação. A extrusão manual mostrou-se sensível a fatores como o entupimento recorrente da agulha, a variação da velocidade de extrusão em função do diâmetro da seringa utilizada e a impossibilidade de padronização rigorosa da uniformidade geométrica das fibras produzidas e do tempo de permanência no banho de coagulação. Adicionalmente, a produção manual impôs restrições significativas à produção em larga escala das fibras, uma vez que a confecção da quantidade necessária para um único corpo de prova de aproximadamente 1200 g demandava cerca de três horas de trabalho contínuo.

Para superar essas limitações e viabilizar o avanço das investigações relacionadas ao uso dessa tecnologia promissora para o aprimoramento da autocura em materiais asfálticos, recomenda-se a adoção de dispositivos ou maquinários de extrusão automatizados. A automação do processo permitiria maior controle dos parâmetros de produção, melhor padronização das fibras e aumento substancial da produtividade, tornando a tecnologia mais adequada para estudos em larga escala e aplicações práticas.

Outras limitações relevantes observadas neste estudo estão associadas às dificuldades inerentes à metodologia adotada para a investigação do fenômeno de autocura em macroescala na mistura asfáltica. No ensaio SCB monotônico, Silva (2022) adotou uma taxa de carregamento de 50 mm/min, entretanto, verificou-se que, em diversas situações, esse carregamento resultava em curvas carga versus deslocamento inconsistentes com o comportamento esperado, frequentemente apresentando dois picos de diferentes magnitudes. Diante disso, após a avaliação de diferentes taxas de carregamento, optou-se por adotar um

carregamento mais lento, de 0,08 kN/min, o qual proporcionou curvas mais bem delineadas e compatíveis com o padrão estático do ensaio.

Na segunda etapa do procedimento experimental (SCB dinâmico), adotou-se inicialmente um nível de carregamento correspondente a 50% da carga máxima obtida no ensaio SCB monotônico, conforme recomendado por Silva (2022). Contudo, considerando que as misturas asfálticas com adição de fibras de ácido graxo apresentaram maior resistência à fadiga em comparação às misturas contendo cápsulas, o tempo necessário para a ocorrência da ruptura tornou-se excessivamente elevado. Assim, optou-se pela utilização do valor integral da carga máxima obtida na primeira etapa, com o objetivo de acelerar o processo de dano.

Na terceira etapa, foi adotado o critério de parada $N_h = 35\%N_{f1}$ para todos os corpos de prova, visando a indução de níveis de dano semelhantes entre as amostras antes do período de descanso, conforme sugerido por Silva (2022). Entretanto, observou-se que os deslocamentos do atuador associados a esse critério variavam entre as amostras, indicando que os níveis de deformação efetivamente impostos também eram distintos. Em razão da inconsistência dos resultados obtidos para o estudo da autocura em macroescala por meio do procedimento experimental adotado em comparação com outras metodologias empregadas neste estudo, essa etapa foi repetida adotando-se um valor fixo de deslocamento do atuador para todas as amostras, com o intuito de uniformizar o nível de deformação, ainda assim, os resultados permaneceram incoerentes.

Quanto ao período de descanso, Silva (2022) recomendou a permanência dos corpos de prova por 5 horas em estufa a 40 °C, seguida de 24 horas em temperatura ambiente, antes da repetição do ensaio dinâmico. Na presente pesquisa, o período em estufa foi reduzido para 4 horas, contudo, em algumas amostras, observou-se que o número de ciclos até a ruptura após o período de descanso (N_{f2}) foi superior ao obtido antes da indução de dano (N_{f1}), comportamento considerado incoerente. Esse resultado pode ser atribuído ao baixo nível de deformação imposto na terceira etapa, que, associado à maior fluidez adquirida pelo ligante asfáltico durante o período em estufa, pode ter promovido o preenchimento das deformações geradas, fazendo com que a mistura asfáltica retornasse a uma condição próxima à inicial, anterior ao dano.

Adicionalmente, durante a realização da primeira, segunda, terceira e quinta etapas do ensaio, os corpos de prova foram condicionados à temperatura de 25 °C. No entanto, oscilações térmicas no interior da UTM-25, variando entre 22 °C e 26 °C, foram observadas

ao longo dos ensaios. Além disso, durante a quarta etapa, correspondente à análise por MicroCT, não foi possível manter o condicionamento térmico a 25 °C, em função da necessidade de operação do tomógrafo em ambiente de baixas temperaturas. Essas variações térmicas contribuíram significativamente para a variabilidade e inconsistência dos resultados de autocura.

Diante das limitações identificadas na metodologia adotada para a avaliação da autocura em macroescala de misturas asfálticas, recomenda-se, para estudos futuros, a utilização do ensaio de flexão em quatro pontos (4-PB), o qual, conforme destacado por Tabakovic et al. (2017) e Aguirre et al. (2019), possibilita um controle mais rigoroso dos níveis de deformação impostos aos corpos de prova. Recomenda-se, ainda, a eliminação do período de descanso em estufa a 40 °C, uma vez que essa condição favorece a fluidez do ligante e o preenchimento das deformações induzidas, sugerindo-se a adoção de períodos de descanso apenas em temperatura ambiente. Por fim, indica-se que os ensaios de SCB e MicroCT não sejam realizados de forma consecutiva no mesmo corpo de prova, em virtude das diferenças significativas de temperatura entre os ambientes.

5.2. Sugestões para trabalhos futuros

Após a investigação dos efeitos da incorporação de fibras de ácido graxo da borra de óleo de soja sobre o desempenho e a autocura de materiais asfálticos, permanecem algumas lacunas que podem ser exploradas em estudos adicionais. Sugere-se para pesquisas futuras:

- Desenvolver um sistema automatizado para produção de fibras similar ao dispositivo microfluídico proposto por Shu et al. (2028, 2019a; 2019b) e Li, Hao e Li (2022) com o intuito de dinamizar e facilitar o processo de confecção das fibras, estabelecendo parcerias interdisciplinares com pesquisadores das áreas de Engenharia Mecânica e/ou Engenharia de Materiais;
- Avaliar a adição de fibras com diferentes diâmetros, comprimentos e proporções de alginato/rejuvenescedor, tanto no ligante asfáltico quanto nas misturas asfálticas;
- Realizar ensaios de FTIR, MO, ATG e MEV diretamente nas fibras, com o objetivo de caracterizar sua morfologia, estabilidade térmica e possíveis processos de oxidação;

- Promover inicialmente a modificação do ligante asfáltico com fibras de diferentes teores de ácido graxo para, posteriormente, incorporá-lo à mistura asfáltica e prosseguir para o estudo de suas propriedades mecânicas e estudo do fenômeno de autocura, com o intuito de aumentar a confiabilidade na correlação entre os resultados obtidos nos ensaios reológicos do ligante isolado e o desempenho mecânico da mistura asfáltica modificada;
- Investigar o efeito da adição de fibras de ácido graxo em diferentes tipos de misturas asfálticas (densas, descontínuas, SMA ou com alto teor de RAP), avaliando a compatibilidade da tecnologia com diferentes estruturas granulométricas;
- Desenvolver uma metodologia específica para avaliação da autocura em macroescala de misturas asfálticas, com controle rigoroso de temperatura, nível de deformação e tempo de repouso, visando reduzir a influência de efeitos reversíveis observados em métodos convencionais;
- Investigar a influência do rompimento controlado das fibras no desempenho de autocura das misturas asfálticas, por meio da aplicação de diferentes níveis de deformação e da correlação com imagens obtidas por MicroCT, buscando estabelecer relações entre a liberação do agente rejuvenescedor e o fenômeno de autocura.

REFERÊNCIAS

AFRIDI, H.F.; KHATTAK, M.J. Self-Healing Characteristics Of Polyvinyl Alcohol Fiber-Reinforced Hot Mix Asphalt For Enhanced Pavement Durability. **Transportation Research Record**, p. 1-15, 2024.

AGUIRRE, M. A.; HASSAN, M. M.; SHIRZAD, S.; COOPER JR., S. S.; MOHAMMAD, L. N.; NEGULESCU, I. I. Laboratory testing of self-healing fibers in asphalt mixtures prepared with recycled materials. **Transportation Research Record**, p. 513–523, 2019.

AL-MANSOORI, T.; MICAELLO, R.; ARTAMENDI, I.; NORAMBUENA-CONTRERAS, J.; GARCÍA, Á. Microcapsules for self-healing of asphalt mixture without compromising mechanical performance. **Construction and Building Materials**, 2017.

AL-MANSOORI, T.; NORAMBUENA-CONTRERAS, J.; MICAELLO, R.; GARCÍA, Á. Selfhealing of asphalt mastic by the action of polymeric capsules containing rejuvenators. **Construction and Building Materials**, v. 161, p. 330–339, 2018.

AL-SABAEI, A M; NAPIAH, M; SUTANTO, M; ALALOUL, W; YUSOFF; GHALEB, A A s. Prediction of Rheological Properties of Bio-asphalt Binders Through Response Surface Methodology. *Iop Conference Series: Earth and Environmental Science*, v. 498, n. 1, p. 012012, 2020.

AMERICAN ASSOCIATION OF STATE HIGHWAY AND TRANSPORTATION OFFICIALS. **AASHTO TP 101-14**: Standard Method of Test for Estimating Damage Tolerance of Asphalt Binders Using the Linear Amplitude Sweep, Washington, 2014.

AMERICAN OIL CHEMISTS' SOCIETY. **AOCS Ca 2c-25**: Moisture and Volatile Matter, in *Animal and Vegetable Fats, Air Oven Method*. Estados Unidos, 2017.

AMERICAN OIL CHEMISTS' SOCIETY. **AOCS Ca 5a-40**: Free Fatty Acids in Crude and Refined Fats and Oils. Estados Unidos, 1997.

AMERICAN OIL CHEMISTS' SOCIETY. **AOCS Ca 6a-40**: Unsaponifiable Matter in Fats and Oils, Except Marine Oils. Estados Unidos, 2017.

AMERICAN OIL CHEMISTS' SOCIETY. **AOCS G 3-53**: Total Fatty Acids, Oxidized Fatty Acids, Wet Extraction Method. Estados Unidos, 2017.

AMERICAN OIL CHEMISTS' SOCIETY. **AOCS G 5-40**: Neutral Oil in Soapstock, Unsaponifiable Material. Estados Unidos, 2017.

AMERICAN OIL CHEMISTS' SOCIETY. **AOCS G 7-56**: pH of Acidulated Soapstocks. Estados Unidos, 2017.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM C 127**: Standard Test Method for Relative Density (Specific Gravity) and Absorption of Coarse, 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 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, DC: AASHTO, 2014.

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 D1856**: Standard test method for recovery of asphalt from solution by Abson method. Estados Unidos, 2009.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 2419**: Standard Test Method for Sand Equivalent Value of Soils and Fine Aggregate. Estados Unidos, 2014. Aggregate. Estados Unidos, 2015.

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 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, 2023.

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 5M**: Standard Test Method for Penetration of Bituminous Materials. Estados Unidos, 2020.

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 Gyrotory 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.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 7653**: Standard Test Method for Determination of Trace Gaseous Contaminants in Hydrogen Fuel by Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy. Estados Unidos, 2018.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D8044**. Standard test method for evaluation of asphalt mixture cracking resistance using the semi-circular bend test (SCB) at intermediate temperatures. Estados Unidos, 2016

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D8159**. Standard test methods for quantitative extraction of asphalt binder from asphalt. Estados Unidos, 2018.

ARAÚJO, A. M. **Borra de óleo de soja: caracterização físico-química e avaliação da potencialidade econômica**. Monografia (Engenharia de Petróleo). Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2016.

ASPHALT INSTITUTE. Superpave Mix Design. Superpave Serie No. 2 (SP2). 1996.

ATAKAN, M; YILDIZ, K. Effect of aggregate damage on self-healing characteristics of asphalt concrete: An image processing-based method. **Construction and Building Materials**, p. 1-14, 2024.

AYAR, P. MORENO-NAVARRO, F. RUBIO-GAMEZ, M.C. The healing capability of asphalt pavements: a state of the art review. **Journal of Cleaner Production**, v. 113, p. 28–40, 2016.

AYATOLLAHI, M.R., ALIHA, M.R.M. Fracture parameters for a cracked semi circular specimen. **International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences**, n. 41, p. 20–25, 2004.

BALDROODI, S. K. KEYMANESH, M. R. SHAFABAKHSH, G. Experimental investigation of the fatigue phenomenon in nano silica-modified warm mix asphalt containing recycled asphalt considering self-healing behavior. **Construction and Building Materials**, p. 1-14, 2020.

BINNIG, G. GERBER, C. STOLL, E. ALBRECHT, T.R. QUATE, C.F. Atomic resolution with atomic force microscope. **Europhysics Letters**, 1987.

BLANCHARD, C.R. Atomic force microscopy. **Chemical Education**, p. 1-8, 1996.

CHENG, L.; ZHANG, L.; LIU, X.; YUAN, F.; MA, Y., SUN, Y. Evaluation of the fatigue properties for the long-term service asphalt pavement using the semi-circular bending tests and stereo digital image correlation technique. **Construction and Building Materials**, 2022.

CHONG, K.P., KURUPPU, M.D. New specimen for fracture toughness determination for rock and other materials. **International Journal of Fracture**, p. 59-62, 1984.

CHUNG, K. LEE, S. PARK, M. YOO, P. HONG, Y. Preparation and characterization of microcapsule-containing self-healing asphalt. **Journal of Industrial and Engineering Chemistry**, v. 29, p. 330-337, 2015.

COSTA, D.B. **análise do envelhecimento, rigidez e suscetibilidade à presença de água em misturas recicladas com adição de agentes de reciclagem**. 2022. Tese (Doutorado em Engenharia Civil e Ambiental) – Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2022.

DA FRÉ, N. C. **Obtenção de Ácidos Graxos a Partir da Acidulação de Borra de Neutralização de Óleo de Soja**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química). Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, p. 112, 2009.

DAI, Q. WANG, Z. HASAN, M.R.M. Investigation of induction healing effects on electrically conductive asphalt mastic and asphalt concrete beams through fracture-healing tests. **Construction and Building Materials**, p. 729-737, 2013.

DAS, P.K. JELAGIN, D. BIRGISSON, B. KRINGOS, N. Atomic force microscopy to characterize the healing potential of asphaltic materials. Atomic Force Microscopy-Imaging, Measuring and Manipulating Surfaces at the Atomic Scale. **InTechOpen**, 2012.

DEPARTAMENTO NACIONAL DE ESTRADAS DE RODAGEM. **DNER-ME 079**: Agregado – adesividade a ligante betuminoso. Método de ensaio, 1994.

DEPARTAMENTO NACIONAL DE INFRAESTRUTURA DE TRANSPORTES. **DNIT 031**: Concreto asfáltico - Especificação de material. Rio de Janeiro, 2006.

DEPARTAMENTO NACIONAL DE INFRAESTRUTURA DE TRANSPORTES. **DNIT 135 ME**. Pavimentação asfáltica - Misturas asfálticas. Determinação do Módulo de resiliência - Método de Ensaio. Brasil: [s.n.], 2018.

DEPARTAMENTO NACIONAL DE INFRAESTRUTURA DE TRANSPORTES. **DNIT 136 ME**. Pavimentação asfáltica – Misturas Asfálticas – Determinação da Resistência à Tração por Compressão Diametral – Método de Ensaio. Brasil: [s.n.], 2018.

DEPARTAMENTO NACIONAL DE INFRAESTRUTURA DE TRANSPORTES. **DNIT 180 ME**. Pavimentação - Misturas asfálticas - Determinação do dano por umidade induzida – Método de Ensaio. Brasil: [s.n.], 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 ME**. Ensaio Uniaxial de Carga Repetida para Determinação da Resistência à Deformação Permanente de Misturas Asfálticas. Brasil: [s.n.], 2018.

EGERTON, R.F. Physical principles of electron microscopy: an introduction to TEM, SEM and AEM. Physical principles of electron microscopy an introduction to TEM, SEM and AEM Ray F. **Egerton**, 2005.

FAKHRI, M.; BAHMAI, B.B.; JAVADI, S.; SHARAFI, M. An Evaluation of the Mechanical and Self-healing Properties of Warm Mix Asphalt Containing Scrap Metal Additives. **Journal of Cleaner Production**, 2020.

FAKHRI, M.; JAVADI, S.; SASSANI, A.; TORABI-DIZAJI, M. Zinc Slag as a Partial or Total Replacement for Mineral Filler in Warm Mix Asphalt and Its Effects on Self-Healing Capacity and Performance Characteristics. **Materials**, 2022.

- FAN, S.; WANG, H.; ZHU, H.; SUN, W. Evaluation of Self-Healing Performance of Asphalt Concrete for Low-Temperature Fracture Using Semicircular Bending Test. **Journal of Materials in Civil Engineering**, [S.L.], v. 30, n. 9, p. 0, set. 2018.
- FAN, L.; MENG, Y.; KONG, W.; GOU, C.; DENG, S.; HU, Y.; CHEN, J. A review on evaluation of crack resistance of asphalt mixture by semi-circular bending test. **Journal of Road Engineering**, 2023.
- GALLEGO, J. DEL VAL, M. A. CONTRERAS, V. PÁEZ, A. Heating asphalt mixtures with microwaves to promote self-healing. **Construction and Building Materials**, v. 42, p. 1-4, 2013.
- GARCÍA, Á. SCHLANGEN, E. VAN DE VEN, M. SIERRA-BELTRÁN, G. Preparation of capsules containing rejuvenators for their use in asphalt concrete. **Journal of Hazardous Materials**, v. 184, p. 603–611, 2010.
- GARCÍA, Á. SCHLANGEN, E. VAN DE VEN, M. Properties of capsules containing rejuvenators for their use in asphalt concrete. **Fuel**, v. 90, p. 583–591, 2011.
- GARCÍA, Á. Self-healing of open cracks in asphalt mastic. **Fuel**, v. 93, p. 264–272, 2012.
- GARCÍA, A. BUENO, M. NORAMBUENA-CONTRERAS, J. PARTL, M. N. Induction healing of dense asphalt concrete. **Construction and Building Materials**, v. 49, p. 1-7, 2013.
- GARCÍA, A. JELFS, J. AUSTIN, C.J. Internal asphalt mixture rejuvenation using capsules. **Construction and Building Materials**, v. 101, p. 309–316, 2015.
- GARCÍA, A. AUSTIN, C.J. JELFS, J. Mechanical properties of asphalt mixture containing sunflower oil capsules. **Journal of Cleaner Production**, v. 118, p. 124–132, 2016.
- GONZALEZ, A. NORAMBUENA-CONTRERAS, J. STOREY, L. SCHLANGEN, E. Self-healing properties of recycled asphalt mixtures containing metal waste: an approach through microwave radiation heating. **Journal of Environmental Management**. p. 242–251, 2018.
- GONZALEZ, A. CHAMORRO, A. BARRIOS, I. OSORIO, A. Characterization of unbound and stabilized granular materials using field strains in low volume roads. **Construction and Building Materials**. p. 333–343, 2018.
- GONZALEZ, A. VALDERRAMA, NORAMBUENA-CONTRERAS, J. Microwave crack healing J. on conventional and modified asphalt mixtures with different additives: na experimental approach. **Road Materials**. p. 149–S162, 2019.
- GULZAR, S.; XUE, L. G.; PRECIADO, J.; FRIED, A.; CASTORENA, C.; UNDERWOOD, B. S.; HABBOUCHE, J.; BOZ, I. Phenomenological modeling of aging and rejuvenation on asphalt binder fatigue characteristics. **Construction and Building Materials**, v. 425, p. 135929, 2024.
- HASSAN, M. AGUIRRE, M. Development of a self-healing and rejuvenating mechanism for asphalt mixtures containing recycled asphalt materials. **Final Report No.**, Washington, 2018.

HE, Y.; XIONG, K.; ZHANG, J.; GUO, F.; LI, Y.; HU, Q. A state-of-the-art review and perspectives on the self-healing repair technology for asphalt materials. **Construction and Building Materials**, 2024.

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.

JIANG, J.; NI, F.; WU, F.; SADEK, H.; LV, Q. Evaluation of the healing potential of asphalt mixtures based on a modified semi-circular bending test. **Construction And Building Materials**, [S.L.], v. 196, p. 284-294, 2019.

JING, H.; LIU, J.; WANG, Z.; CHEN, H.; ZHANG, X.; YUAN, L. X-ray computed tomography analysis of internal voids in steel slag asphalt mixture under freeze–thaw damage and microwave healing process. **Construction and Building Materials**, 2023.

JWAIDA, Z.; DULAIMI, A.; MYDIN, M.A.O.; KADHIM, Y.N.; AL-BUSALTAN, S. The self-healing performance of asphalt binder and mixtures: a state-of-the-art review. **Innovative Infrastructure Solutions**, 2024.

KARGARI, A. ARABANI, M. MOHAMMAD, S. MIRABDOLAZIMI, M.S. Effect of palm oil capsules on the self-healing properties of aged and unaged asphalt mixtures gained by resting period and microwave heating. **Construction and building materials**. 2022.

KHIAVI, A. K. RASOULI, R. Laboratory evaluation of loading frequency effects on HMA self-healing. **Construction and building materials**. p. 1-8, 2018.

KIM, Y. LITTLE, D. BENSON, F. Chemical and mechanical evaluation on healing mechanism of asphalt concrete. **Association of Asphalt Paving Technologists**, Albuquerque, 1990.

KIM, Y.J.; YOON, K.J.; KO, S.W. Preparation and properties of alginate superabsorbent filament fibers crosslinked with glutaraldehyde. **Journal of Applied Polymer Science**, p. 1797–1804, 2000.

KIM, M. MOHAMMAD, L.N. ELSEIFI, M.A. Characterization of fracture properties of asphalt mixtures as measured by semicircular bend test and indirect tension test. **Transportation Research Record**, p. 115–124, 2012.

KOBAYASHI, Y.; MATSUO, R.; OHYA, T., et al. Enzyme-entrapping behaviors in alginate fibers and their papers. **Biotechnology and Bioengineering**, p. 451–457, 1987.

KONG, Q.; WANG, B.; JI, Q., et al. Thermal degradation and flame retardancy of calcium alginate fibers. **Chinese Journal of Polymer Science**, p. 807–812, 2009.

KRANS, R.L.; TOLMAN, F.; VAN de Ven, M.F. Semi-circular bending test: a practical crack growth test using asphalt concrete cores. In: 3rd International RILEM Conference on Reflective Cracking in Pavements, Maastricht, 1996.

LI, R. ZHOU, T.S. PEI, J.Z. Design, preparation and properties of microcapsules containing rejuvenator for asphalt. **Construction and Building Materials**, v. 99, p. 143–149, 2015.

- LI, Y. HAO, P. ZHANG, M. Fabrication, Characterization and Assessment of the Capsules Containing Rejuvenator for Improving the Self-healing Performance of Asphalt Materials: A Review. **Journal of cleaner production**. 2020.
- LI, Y.; HAO, P.; LI, N. Preparation and properties of a novel rejuvenator-loaded fiber for asphalt pavement. **Construction and Building Materials**, 2022.
- LIANG, B. LAN, F. SHI, K. QIAN, G. LIU, Z. ZHENG, J. Review on the self-healing of asphalt materials: mechanism, affecting factors, assessments and improvements. **Construction and building materials**, Changsha, p. 1-24, 2021.
- LIN, J.; XIA, Y.; HUO, L.; HONG, J.; ZHU, X.; WU, S. Fatigue crack evolution and characteristic of cold recycled asphalt mixture in different dimensions. **Construction and Building Materials**, 2022.
- LIU, Q. SCHLANGEN, E. VAN DE VEM, M. Induction healing of porous asphalt. **Transportation Research Record**, v. 2305, p. 95-101, 2012.
- LIU, J.; WHANG, Z.; JING, H.; JIA, H.; ZHOU, L.; CHEN, H. Microwave self-healing characteristics of bituminous mixtures with different steel slag aggregate and waste ferrite filler. **Construction and Building Materials**, 2023.
- LOU, B. SHA, A. LI, Y. WANG, W. LIU, Z. JIANG, W. CUI, X. Effect of metallic-waste aggregates on microwave self-healing performances of asphalt mixtures. **Construction and building materials**, 2020.
- LOUREIRO, C.D.A.; SILVA, H.M.R.D.; OLIVEIRA.; J.R.M.; COSTA, N.L.S.; PALHA, C.A.O. The Effect of Microwave Radiation on the Self-Healing Performance of Asphalt Mixtures with Steel Slag Aggregates and Steel Fibers. **Materials**, 2023.
- LV, Q. HUANG, W. XIAO, F. Laboratory evaluation of self-healing properties of various modified asphalt. **Construction and Building Materials**, v. 136, p. 192-201, 2017.
- LYU, L. LI, D. CHEN, Y. TIAN, Y. PEI, J. Dynamic chemistry based self-healing of asphalt modified by diselenide-crosslinked polyurethane elastomer. **Construction and building materials**, Xianxim, p. 1-10, 2021.
- LYU, L.; WANG, Z.; JI, J.; LI, Y.; WEN, Y.; ZHANG, J.; LI, R.; CHEN, Z. Investigating rheological and healing properties of asphalt binder modified by disulfide-crosslinked poly(urea-urethane) elastomer. **Construction and Building Materials**, 2022.
- MAINIERI, J. J. G.; SINGHVI, P.; OZER, H.; SHARMA, B. K.; AL-QADI, I. L. Fatigue tolerance of aged asphalt binders modified with softeners. **Transportation Research Record**, v. 2675, n. 11, p. 1229–1244, 2021. DOI: 10.1177/03611981211025510.
- MARINHO FILHO, Paulo Germano Tavares. **Análise do comportamento reológico e de envelhecimento de ligantes asfálticos contendo nanofibrilas de celulose**. 2023. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) — Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2023.
- MELO NETO, O.M. **Viabilidade de misturas asfálticas recicladas com ácido graxo da borra do óleo de soja**. 2022. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil e Ambiental) – Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2022.

- MINISTRY OF TRANSPORT OF THE PEOPLE'S REPUBLIC OF CHINA. Technical specification for construction of highway asphalt pavements: *JTG F40-2004*. Beijing: China Communications Press, 2004.
- MIRAFATAB, M., QIAO, Q., KENNEDY, J., et al. Advanced wound care materials: developing an alginate fibre containing branan ferulate. **Journal of Wound Care**, p. 353–356, 2002.
- MOOKHOEK, S.D.; FISCHER, H.R.; ZWAAG, S. Alginate fibres containing discrete liquid filled vacuoles for controlled delivery of healing agents in fibre reinforced composites. **Composites: Part A**, p. 2176–2182, 2012.
- MORENONAVARRO, F. SOLSÁNCHEZ, M. RUBIOGÁMEZ, M. C. Exploring the recovery of fatigue damage in bituminous mixtures: the role of healing. **Road Materials and Pavement Design**, v. 16, p. 75-89, 2015.
- MOHAMMAD, L. KIM, N. M. ELSEIFI, M. Characterization of asphalt mixture's fracture resistance using the semi-circular bending (SCB) test. **Rilem Bookseries**, p. 1–10, 2012.
- MULL, M.A. STUART, K. YEHA, A. Fracture resistance characterization of chemically modified crumb rubber asphalt pavement, **Journal of Materials Science**, p. 557–566, 2002.
- MULL, M.A. OTHMAN, A. MOHAMMAD, L. Fatigue crack propagation analysis of chemically modified crumb rubber-asphalt mixtures. **J. Elastomers Plast.** p. 73–87, 2005.
- MURAKAMI, K., AOKI, H., NAKAMURA, S., et al. Hydrogel blends of chitin/chitosan, fucoidan and alginate as healing-impaired wound dressings. **Biomaterials**, p. 83–90, 2010.
- NAHAR, S.N. Phase-Separation Characteristics of Bitumen and their Relation to Damage-Healing. TU Delft, Delft University of Technology, 2016.
- NALBADIAN, K. M. GONZÁLEZ, A. Assessment of self-healing asphalt pavement fatigue life using analytical Jc approach and laboratory results. **Construction and building materials**. 2021.
- NORAMBUENA-CONTRERAS, J. GARCÍA, A. Self-healing of asphalt mixture by microwave and induction heating. **Materials & Design**, v. 106, p. 404–414, 2016.
- NORAMBUENA-CONTRERAS, J. GONZALEZ-TORRE, I. Influence of the microwave heating time on the self-healing properties of asphalt mixtures. **Applied Sciences**, 2017.
- NORAMBUENA-CONTRERAS, J. YALCIN, E. GARCIA, A. AL-MANSOORI, T. YILMAZ, M. HUDSON-GRIFFITHS, R. Effect of mixing and ageing on the mechanical and self-healing properties of asphalt mixtures containing polymeric capsules. **Construction and building materials**, p. 254-266, 2018.
- NORAMBUENA-CONTRERAS, J.; LIU, Q.; ZHANG, L.; WU, S.; YALCIN, E.; GARCIA, A. Influence of encapsulated sunflower oil on the mechanical and self-healing properties of dense-graded asphalt mixtures. **Materials and Structures**, v. 52, n.4, 2019.
- OLIVEIRA, Leticia Sousa de. **Efeito dos períodos de repouso no ensaio de fadiga em misturas asfálticas e em ligantes**. 2019. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) — Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2019.

- PETER, E. PAUL, W. Atomic force microscopy. **Oxford University Press**, 2010.
- PHAN, T.M. PARK, D.W. LE, T.H.M. Crack healing performance of hot mix asphalt containing steel slag by microwaves heating, **Construction and building materials**, p. 503–511, 2018.
- PHILLIPS, M.C. Multi-step models for fatigue and healing, and binder properties involved in healing. Anais do Eurobitume Workshop on Performance Related Properties for Bituminous Binders, Luxemburgo, 1998.
- PRAJER, M.; WU, X.; GARCIA, S.J., et al. Direct and indirect observation of multiple local healing events in successively loaded fibre reinforced polymer model composites using healing agent-filled compartmented fibres. **Composites Science and Technology**, p. 127–133, 2015.
- QIU, J. Self healing of asphalt mixes: literature review. Delft University of Technology, 2008.
- QIU, J. Self healing of asphalt mixtures: Towards a better understanding of the mechanism. TU Delft, Delft University of Technology, 2012.
- QIU, X.; XU, J.; XU, W.; XIAO, S.; WANG, F.; YUAN, J. Characterization of fatigue damage mechanism of asphalt mixtures with acoustic emission. **Construction and Building Materials**, 2020.
- RAGHAVAN, D. GU, X. NGUYEN, T. VANLANDINGHAM, M. KARIM, A. Mapping polymer heterogeneity using atomic force microscopy phase imaging and nanoscale indentation. **Macromolecules**, 2000.
- SA, V., KORNEV, K.G. A method for wet spinning of alginate fibers with a high concentration of single-walled carbon nanotubes. **Carbon**, p. 1859–1868, 2011.
- SANTOS, F. B.; FAXINA, A. L. Estudo da incorporação de bio-óleos à base de soja como agentes rejuvenescedores de ligantes asfálticos. 33º Congresso de Ensino e Pesquisa em Transportes, Balneário, p. 1898-1901, 2019.
- SHU, B.A. BAO, S.W. WU, S.P. DONG, L.J. LI, C. YANG, X. NORAMBUENA-CONTRERAS, J. LIU, Q.T. WANG, Q. Synthesis and effect of encapsulating rejuvenator fiber on the performance of asphalt mixture. **Materials (Basel)**, v. 12, p. 1–12, 2019.
- SHU, B.; WU, S.; DONG, L.; NORAMBUENA-CONTRERAS, J.; LI, Y.; LI, C.; YANG, X.; LIU, Q.; WANG, WANG, Q.; WANG, F.; BARBIERI, D.M.; YUAN, M.; BAO, S. Self-healing capability of asphalt mixture containing polymeric composite fibers under acid and saline-alkali water solutions. **Journal of Cleaner Production**, 2020.
- SHU, B.; GUO, L.; QIU, B.; YANG, T.; SUN, T.; QIU, W.; ZHOU, M.; SONG, P.; LI, Y.; BARBIERI, D.M.; WU, S. Effect of Encapsulation Combined with Microwave Heating on Self-Healing Performance of Asphalt Mixture. **Journal of renewable materials**, v. 9, n. 10, 2021.
- SILVA, I.M. **Análise do efeito de agentes rejuvenescedores encapsulados na autorregeneração da mistura asfáltica**. 2022. 141. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Universidade Federal de Campina Grande – UFCG, Campina Grande.

STEPLEWSKI, W., WAWRO, D., NIEKRASZEWICZ, A., et al. Research into the process of manufacturing alginate-chitosan fibres. **Fibres & Textiles in Eastern Europe**, p. 25–31, 2006.

SU, J.F. QIU, J. SCHLANGEN, E. Stability investigation of self-healing microcapsules containing rejuvenator for bitumen. **Polymer Degradation and Stability**, v. 98, p. 1205–1215, 2013.

SU, J. F. QIU, J. SCHLANGEN, E. WANG, Y. Y. Investigation the possibility of a new approach of using capsules containing waste cooking oil: In situ rejuvenation for aged bitumen. **Construction and Building Materials**, v. 74, p. 83-92, 2015.

SU, J. GUO, Y. XIE, X. ZHANG, X. MU, R. WANG, Y. TAN, Y. Smart bituminous material combining anti-icing and self-healing functions using electrothermal graphene microcapsules containing oily rejuvenator. **Construction and Building Materials**. p. 671-681, 2019.

SUN, D.Q. HU, J.L. ZHU, X.Y. Size optimization and self-healing evaluation of microcapsules in asphalt binder. **Colloid and Polymer Science**, v. 293, p. 3505–3516, 2015.

SUN, D.Q. LIN, T.B. ZHU, X.Y. TIAN, Y. LIU, F.L. Indices for self-healing performance assessments based on molecular dynamics simulation of asphalt binders. **Computational Materials Science**, v. 114, p. 86–93, 2016.

SUN, D.Q. PANG, Q. ZHU, X.Y. TIAN, Y. LU, T. YANG, Y. Enhanced self-healing process of sustainable asphalt materials containing microcapsules. **ACS Sustainable Chemistry & Engineering**, v. 5, p. 9881–9893, 2017.

SUN D.; SUN G.; ZHU X.; GUARIN A.; LI B.; DAI Z.; LING J. A comprehensive review on self-healing of asphalt materials: mechanism, model, characterization and enhancement. **Advances In Colloid And Interface Science**, v. 256, p. 65-93, 2018.

TABAKOVIC, A. SCHLANGEN, E. Self-healing technology for asphalt pavements, self-healing materials. **In Advances in polymer science**, p. 285–306, 2015.

TABAKOVIC, A. POST, W. CANTERO, D. COPUROGLU, O. S. GARCIA, J. SCHLANGEN, E. The reinforcement and healing of asphalt mastic mixtures by rejuvenator encapsulation in alginate compartmented fibres. **Smart Materials and Structures**, p. 1–12, 2016.

TABAKOVIC, A. BRAAK, D. VAN GERWEN, M. COPUROGLU, O. POST, W. S. GARCIA, J. SCHLANGEN, E. The compartmented alginate fibres optimisation for bitumen rejuvenator encapsulation. **Journal of Traffic and Transportation Engineering**, p. 347–359, 2017.

TABAKOVIC, A.; SCHUYFFEL, L.; KARAC, A.; SCHLANGEN, E. An Evaluation of the Efficiency of Compartmented Alginate Fibres Encapsulating a Rejuvenator as an Asphalt Pavement Healing System. **Applied Sciences**, v. 7, n. 7, p. 647, 2017b.

TANG, S. Evaluate the Fracture and Fatigue Resistances of Hot Mix Asphalt Containing High Percentage Reclaimed Asphalt Pavement (RAP) Materials at Low and Intermediate Temperatures. **Iowa State University**, 2014.

- TANG, J. LIU, Q. WU, S. YE, Q. SUN, Y. SCHLANGEN, E. Investigation of the optimal self-healing temperatures and healing time of asphalt binders. **Construction and Building Materials**, v. 113, p. 1029-1033, 2016.
- VO, H.V. -W. PARK, D. -W. SEO, J. LE, T.H.M. Effects of asphalt types and aging on healing performance of asphalt mixtures using induction heating method. **Journal of Traffic and Transportation Engineering**, p. 227–236, 2020.
- WAN, P. WU, S. LIU, Q. ZOU, Y. ZHAO, Z. CHEN, S. Recent advances in calcium alginate hydrogels encapsulating rejuvenator for asphalt self-healing. **Journal of road engineering**, 2022.
- WANG, B.; SHEN, J.; LI, S.; WANG, W. Peanut Shell Powder as a Sustainable Modifier and Its Influence on Self-Healing Properties of Asphalt. **Materials**, 2023.
- WANG, Y.; SU, J.; LIU, L.; LIU, Z.; SUN, G. Waste cooking oil based capsules for sustainable self-healing asphalt pavement: Encapsulation, characterization and fatigue-healing performance. **Construction and Building Materials**, 2024.
- WATTHANAPHANIT, A.; SUPAPHOL, P.; TAMURA, H., et al. Fabrication, structure, and properties of chitin whisker-reinforced alginate nanocomposite fibers. **Journal of Applied Polymer Science**, p. 890–899, 2008.
- Wen, Y.; Ma, F.; Fu, Z.; Li, C.; Shi, K.; Dai, J.; Zhu, C. Evaluation of the microcapsules on the rheological and self-healing performance of asphalt. **Construction and Building Materials**, 2023.
- WEST, R.C. WINKLE, C.V. MAGHSOODLOO, S. DIXON, S. Relationships between simple asphalt mixture cracking tests using design specimens and fatigue cracking at FHWA's accelerated loading facility. **Asphalt Paving Technology**, s. 18, p. 428–446, 2017.
- WU, S.; YOU, Z.; YUAN, J.; LENG, Z. Crack healing behavior for asphalt concrete with encapsulated rejuvenator. **Construction and Building Materials**, v. 19, n. 10, p. 693–700, 2005.
- XU, S. TABAKOVIĆ, A. LIU, X. SCHLANGEN, E. Calcium alginate capsules encapsulating rejuvenator as healing system for asphalt mastic. **Construction and Building Materials**, v. 169, p. 379–387, 2018.
- XU, S. TABAKOVIĆ, A. LIU, X. PALIN, D. SCHLANGEN, E. Optimization of the Calcium Alginate Capsules for Self-Healing Asphalt. **Applied Sciences**, 2019.
- XU, S. LIU, X. TABAKOVIC, A. SCHLANGEN, E. A novel self-healing system: towards a sustainable porous asphalt. **Journal of Cleaner Production**, 2020.
- XUE, B. WANG, H. PEI, J. LI, R. ZHANG, J. FAN, Z. Study on selfhealing microcapsule containing rejuvenator for asphalt. **Construction and Building Materials**, v.135, p. 641–649, 2017.
- Yang, C.; Wu, S.; Xie, J.; Amirkhanian, S.; Liu, Q.; Zhang, J.; Xiao, Y.; Zhao, Z.; Xu, H.; Li, N.; Wang, F.; Zhang, L. Enhanced induction heating and self-healing performance of recycled asphalt mixtures by incorporating steel slag. **Journal of Cleaner Production**, 2023.

- Yang, H.; Ouyang, J.; Jiang, Z.; Ou, J. Effect of fiber reinforcement on self-healing ability of asphalt mixture induced by microwave heating. **Construction and Building Materials**, 2023.
- Yuan, F.; Cheng, L.; Shao, X.; Dong, Z.; Zhang, L.; Wu, G.; He, X. Full-field measurement and fracture and fatigue characterizations of asphalt concrete based on the SCB test and stereo-DIC. **Engineering Fracture Mechanics**, 2020.
- ZAREMOTEKHASES, F. IDRIS, I. I. HASSAN, M. M. MOHAMMAD, L. N. NEGULESCU, I. I. Effect of sodium alginate fibers encapsulating rejuvenators on the self-healing capability and cracking resistance of asphalt mixtures. **Journal of Materials in Civil Engineering**, P. 1-12, 2020
- ZHANG, L. LIU, Q. LI, H. NORAMBUENA-CONTRERAS, J. WU, S. BAO, S. SHU, B. Synthesis and characterization of multi-cavity Ca-alginate capsules used for self-healing in asphalt mixtures. **Construction and building materials**. p. 298-307, 2019.
- ZHANG, Z. CHENG, P. LI, Y. Effect of nano montmorillonite on the multiple self-healing of microcracks in asphalt mixture. **Road materials and pavement design**. 2020.
- Zhang, X.; Zhou, X.; Zhang, F.; Ji, W.; Otto, F. Study of the self-healing properties of aged asphalt-binder regenerated using residual soybean-oil. **Journal of applied polymer Science**, 2021.
- ZHANG, H; WU, J; QIN, Z; LUO, Y. The Effect of Bio-Oil on High-Temperature Performance of Bio-Oil Recycled Asphalt Binders. **Journal Of Renewable Materials**, v. 10, n. 4, p. 1025-1037, 2022
- Zhao, Y.; Jiang, J.; Zhou, L.; Ni, F. Improving the calculation accuracy of FEM for asphalt mixtures in simulation of SCB test considering the mesostructure characteristics, **International Journal of Pavement Engineering**, 2022.
- ZHOU, F. KARKI, P. IM, S. Development of a simple fatigue cracking test for asphalt binders. **Transportation Research Record**, v. 2632, p. 79–87, 2017.
- ZHU, X. JOYCE, J.A. Review of fracture toughness (G, K, J, CTOD, CTOA) testing and standardization. **Engineering Fracture Mechanics**, p. 1–46, 2012.
- ZHU, X. CAI, Y. ZHONG, S. ZHU, J. ZHAO, H. Self-healing efficiency of ferrite-filled asphalt mixture after microwave irradiation. **Construction and Building Materials**, v. 141, p. 12-22, 2017.
- ZHU, X.; YE, F.; CAI, Y.; BIRGISSON, B.; YU, Y. Digital image correlation-based investigation of self-healing properties of ferrite-filled open-graded friction course asphalt mixture. **Construction and Building Materials**, [S.L.], v. 234, p. 117378, 2020.

APÊNDICE A - Análises de MO das amostras de ligante asfáltico.

Figura 90: Análises de MO na amostra A-1,5 considerando tempos de descanso de: a) 0min, b) 10min, c) 20min, d) 30min, e) 40min e f) 50min, respectivamente.

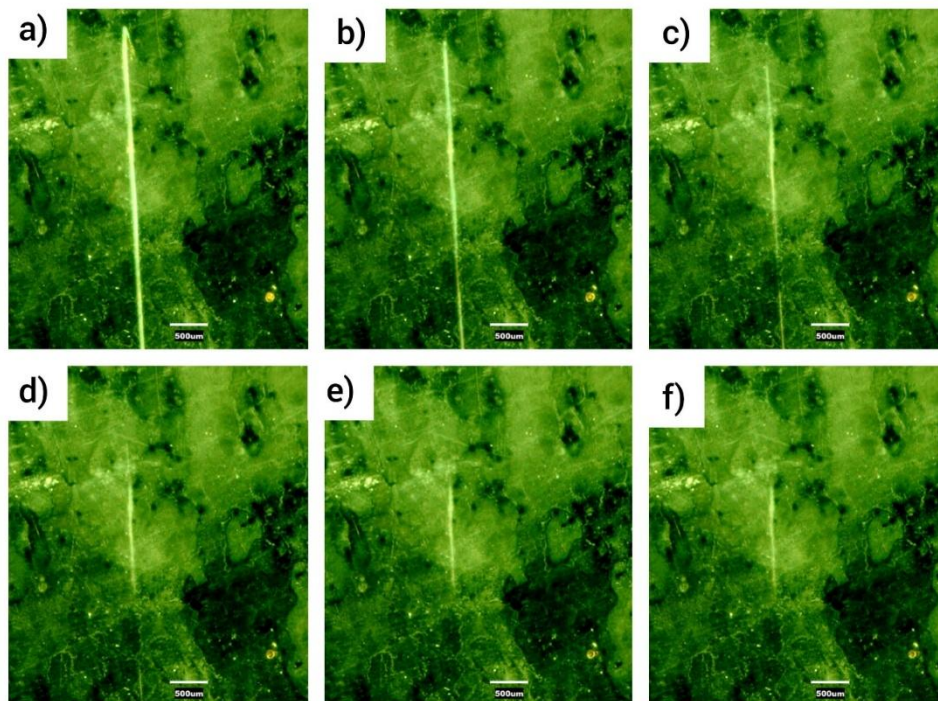


Figura 91: Análises de MO na amostra A-2,0 considerando tempos de descanso de: a) 0min, b) 10min, c) 20min, d) 30min, e) 40min e f) 50min, respectivamente.

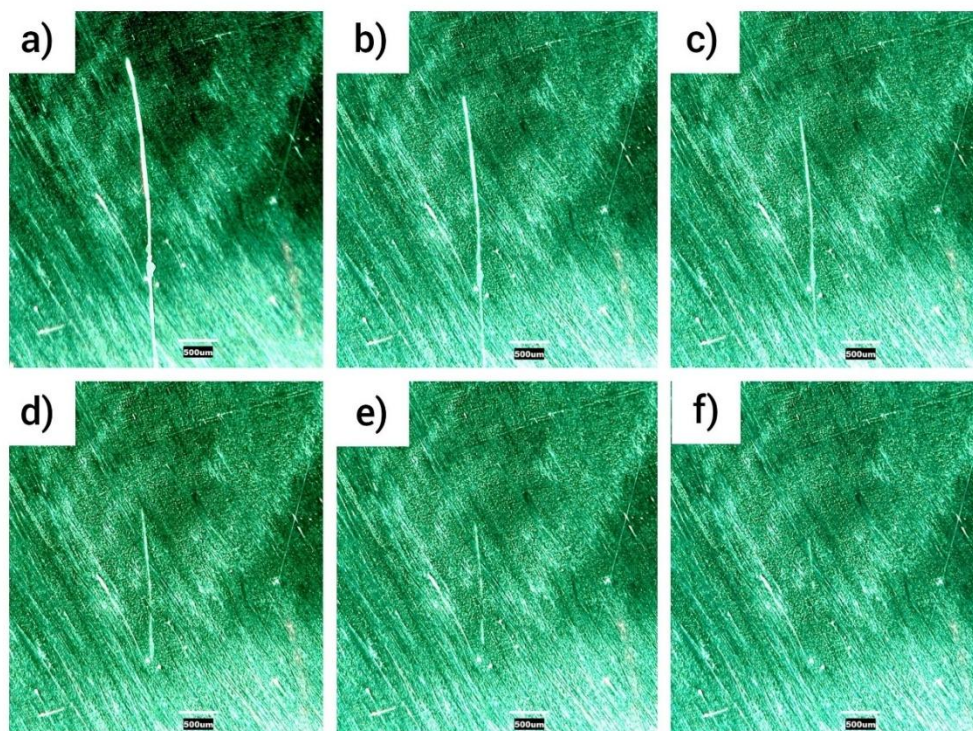


Figura 92: Análises de MO na amostra A-2,5 considerando tempos de descanso de: a) 0min, b) 10min, c) 20min, d) 30min, e) 40min e f) 50min, respectivamente.

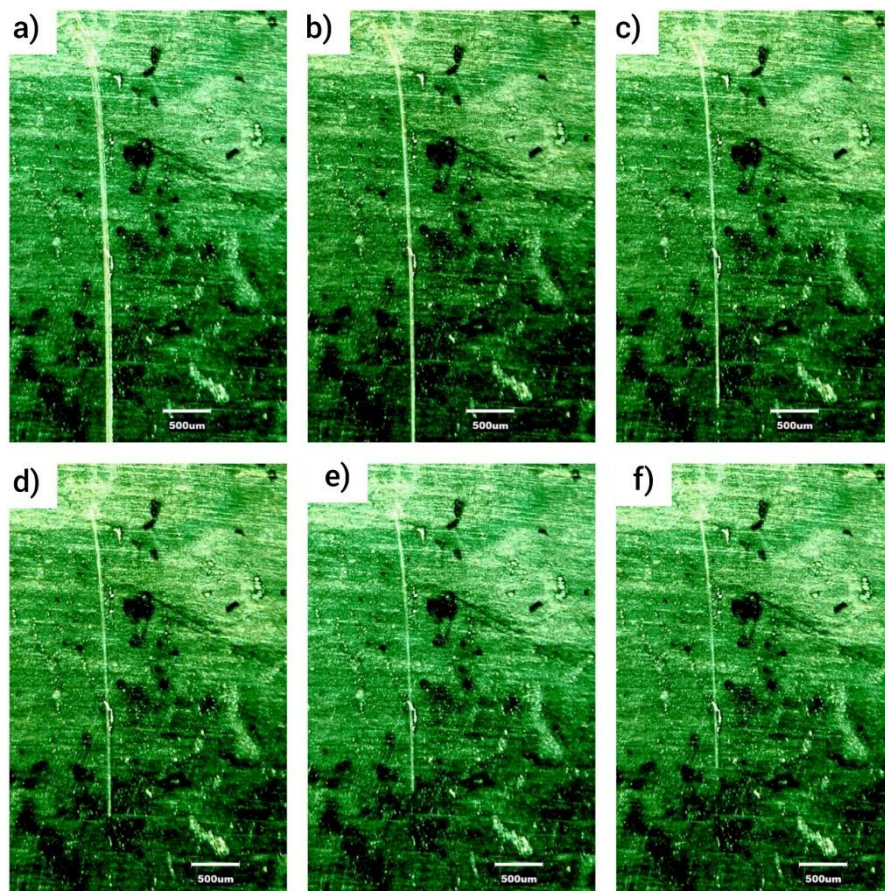
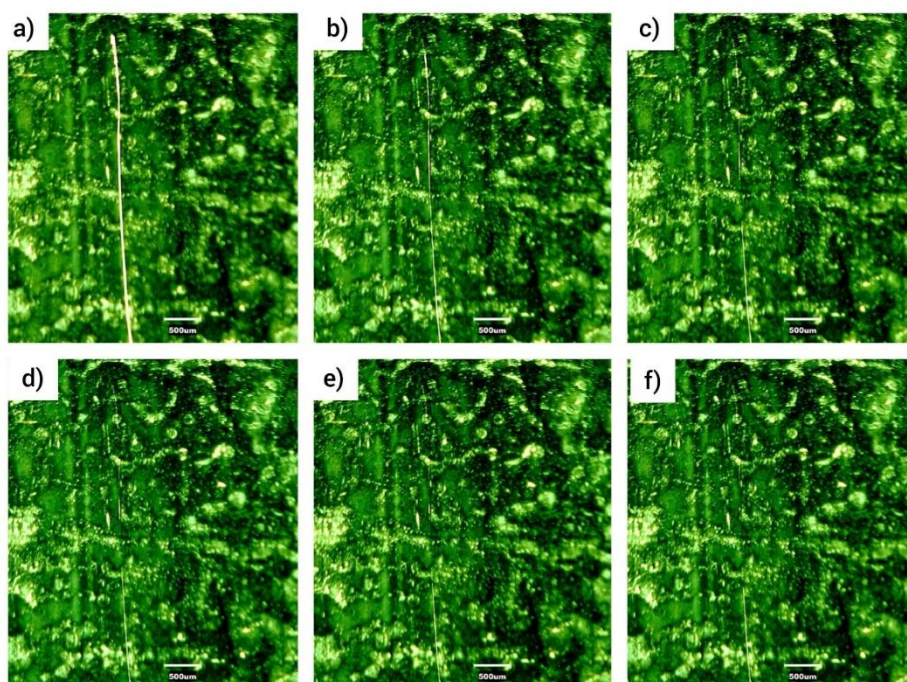


Figura 93: Análises de MO na amostra A-3,5 considerando tempos de descanso de: a) 0min, b) 10min, c) 20min, d) 30min, e) 40min e f) 50min, respectivamente.



APÊNDICE B – Evolução da fissura com o passar do tempo para as misturas asfálticas em ensaio SCB monotônico.

Figura 94: Evolução da fissura com o passar do tempo para a amostra CP-1,5.

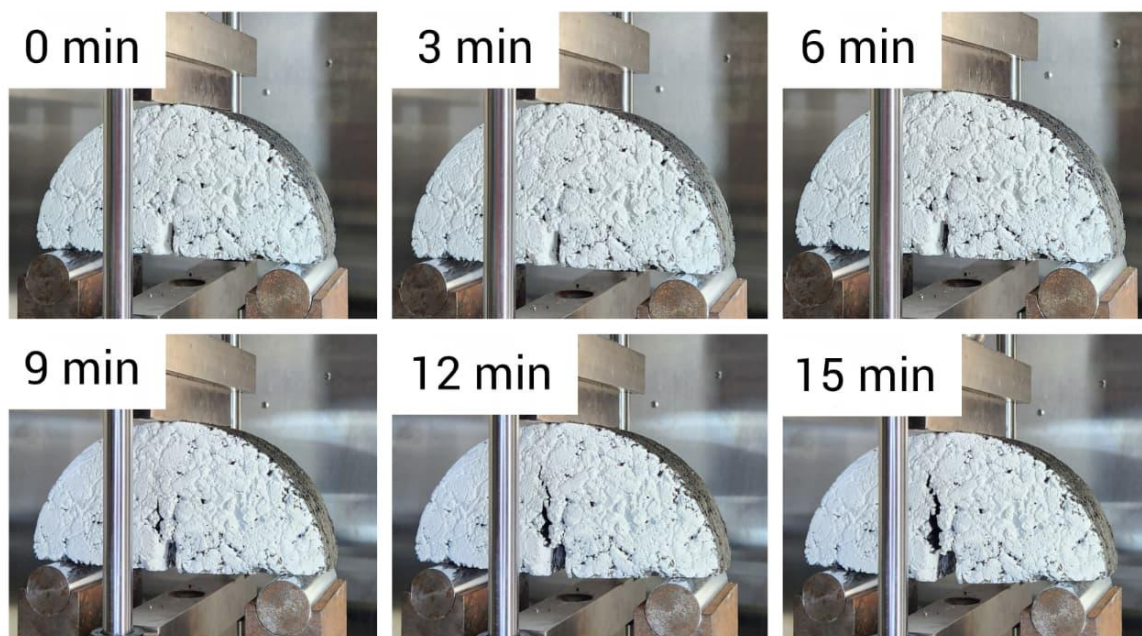


Figura 95: Evolução da fissura com o passar do tempo para a amostra CP-2,0.

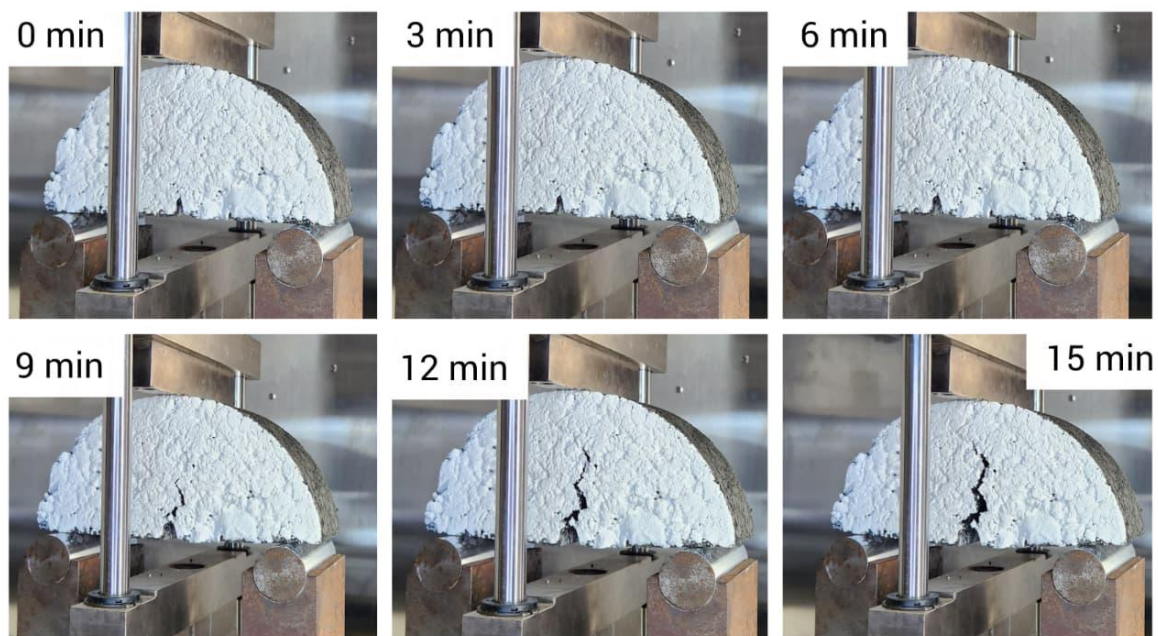


Figura 96: Evolução da fissura com o passar do tempo para a amostra CP-2,5.

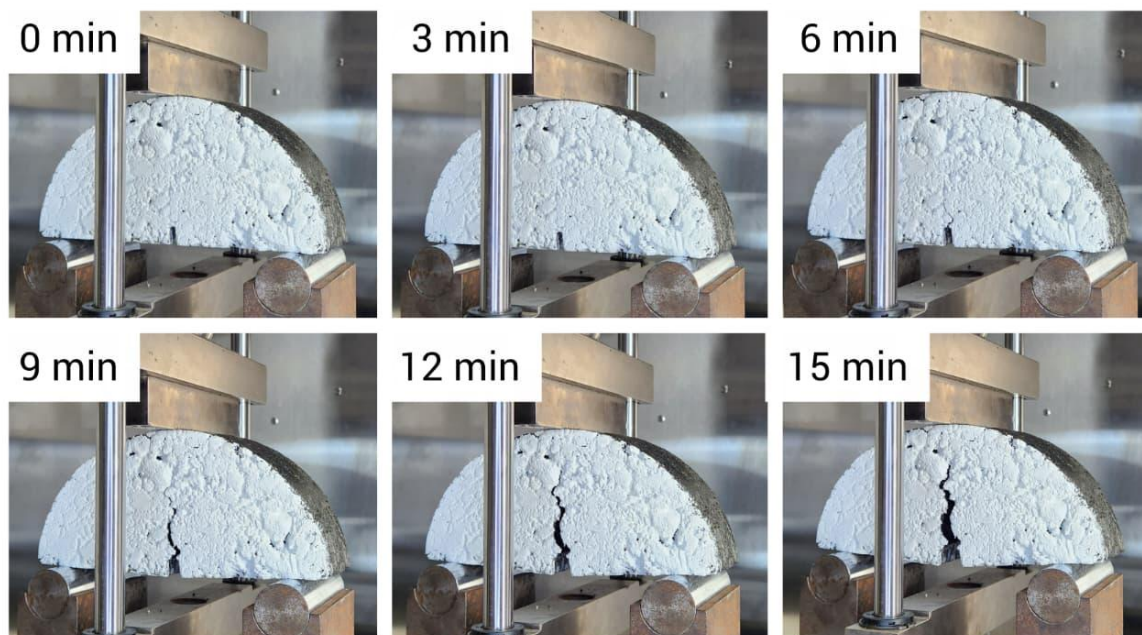
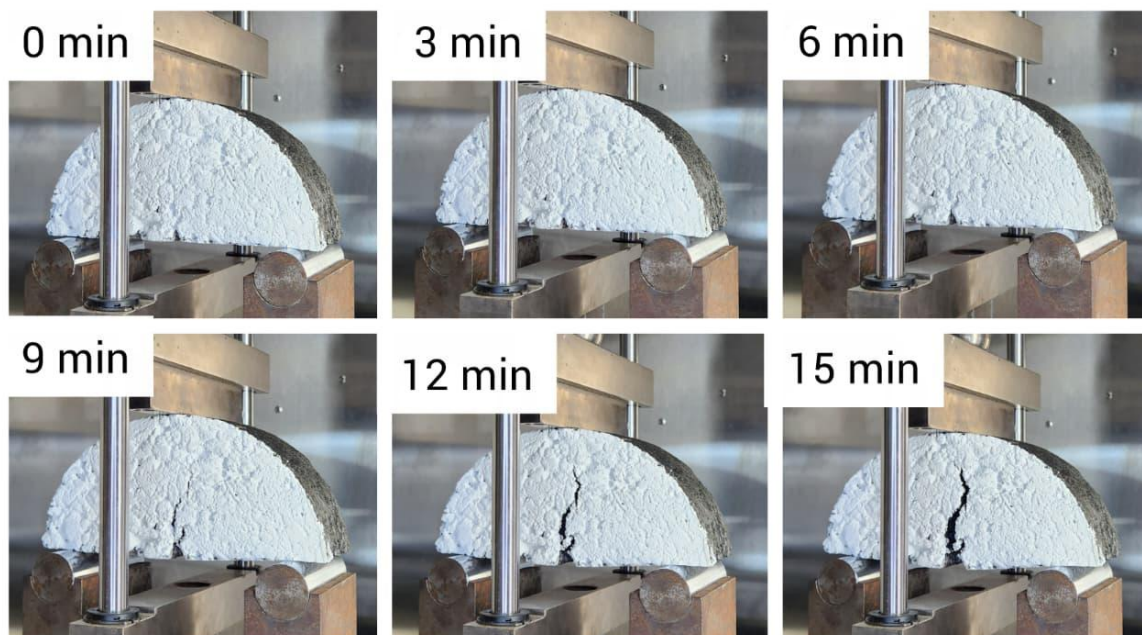


Figura 97: Evolução da fissura com o passar do tempo para a amostra CP-3,0.



APÊNDICE C – Imagens comparativas em 3D entre Vv1e Vv2 das misturas asfálticas obtidas por MicroCT.

Figura 98: Imagem comparativa em 3D entre Vv1e Vv2 para a faixa da amostra CP-1,5.

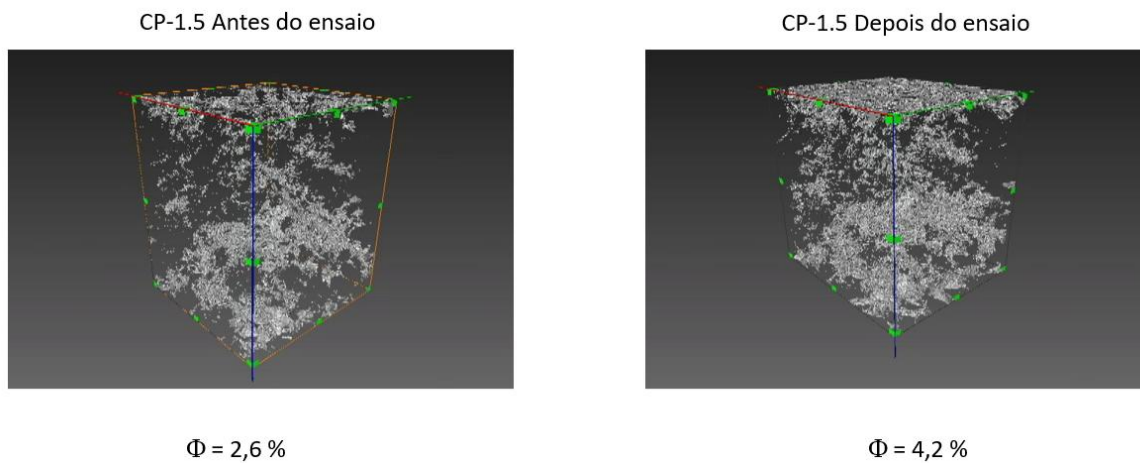


Figura 99: Imagem comparativa em 3D entre Vv1e Vv2 para a faixa da amostra CP-2,0.

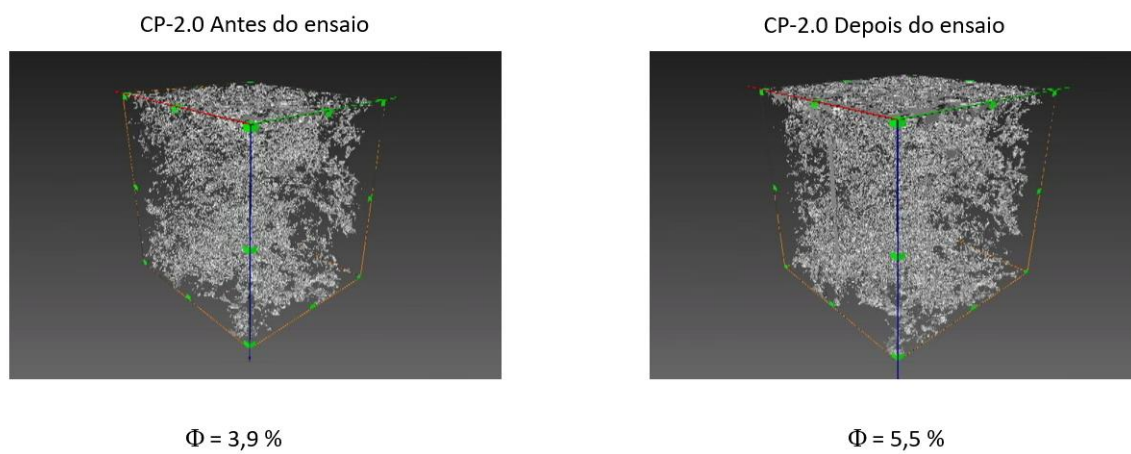


Figura 100: Imagem comparativa em 3D entre Vv1 e Vv2 para a faixa da amostra CP-2,5.

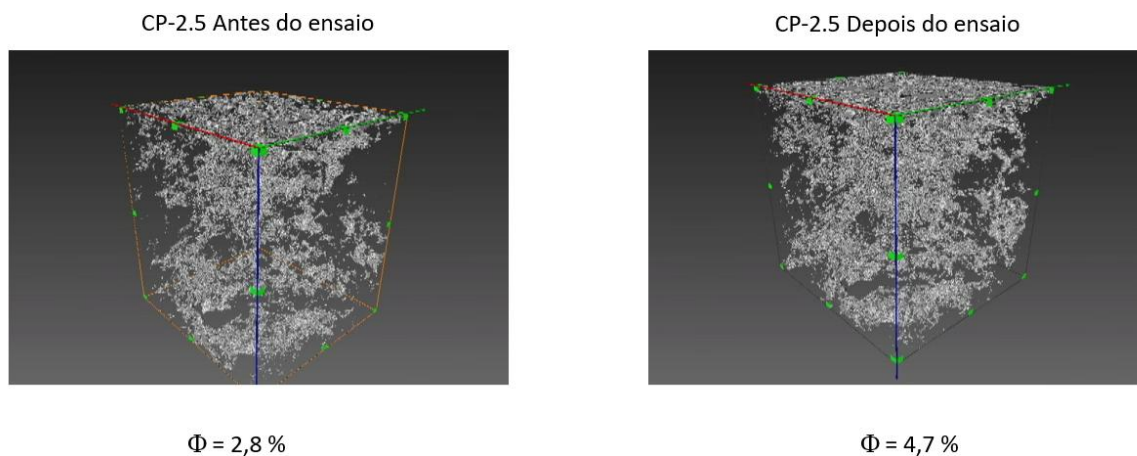


Figura 101: Imagem comparativa em 3D entre Vv1 e Vv2 para a faixa da amostra CP-3,0.

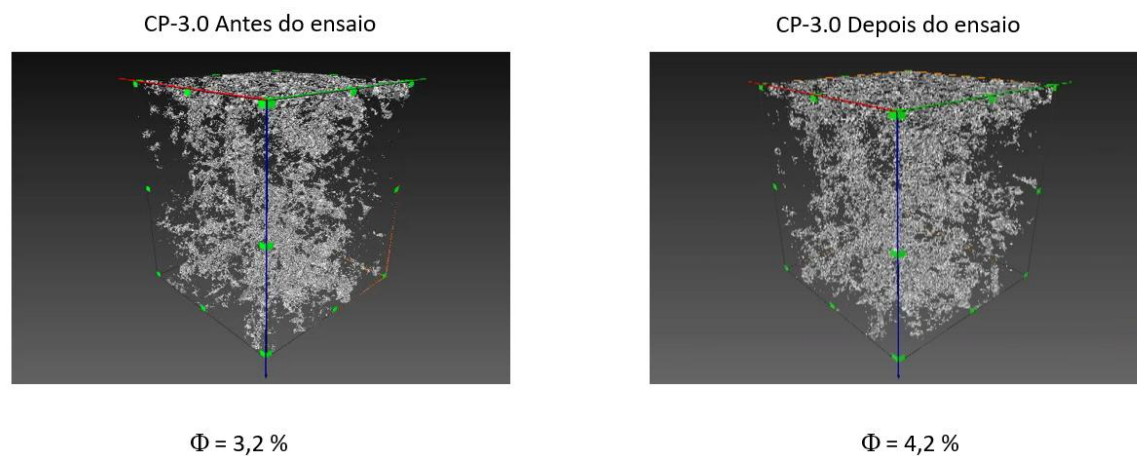


Figura 102: Imagem comparativa em 3D entre Vv1 e Vv2 para a faixa da amostra CP-3,5.

