



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

**ABLENYA GRANGEIRO DE BARROS**

**O EFEITO DO USO DE AGENTES REJUVENESCEDORES  
ENCAPSULADOS SOBRE A AUTORREGENERAÇÃO DE MISTURAS  
ASFÁLTICAS**

Campina Grande – PB

2020

ABLENYA GRANGEIRO DE BARROS

**O EFEITO DO USO DE AGENTES REJUVENESCEDORES ENCAPSULADOS  
SOBRE A AUTORREGENERAÇÃO DE MISTURAS ASFÁLTICAS**

Dissertação submetida ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil e Ambiental da Universidade Federal de Campina Grande, como parte dos requisitos para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Civil e Ambiental

Área de concentração: Geotecnia

Orientadora: Prof. D.Sc. Lêda Christiane de Figueiredo Lopes Lucena

Campina Grande – PB

2020

FOLHA DE APROVAÇÃO

AUTORA: ABLENYA GRANGEIRO DE BARROS

TÍTULO: O EFEITO DO USO DE AGENTES REJUVENESCEDORES ENCAPSULADOS  
SOBRE A AUTORREGENERAÇÃO DE MISTURAS ASFÁLTICAS

Área de Concentração: Geotecnia

Dissertação defendida em: \_\_\_/\_\_\_/\_\_\_

Dissertação aprovada em: \_\_\_/\_\_\_/\_\_\_

Pela Banca Examinadora:

---

Profa. D.Sc. (Orientadora) Lêda Christiane de Figueirêdo Lopes Lucena  
Universidade Federal de Campina Grande – UFCG

---

Prof. D.Sc. (Examinador Interno) Adriano Elísio de Figueirêdo Lopes Lucena  
Universidade Federal de Campina Grande – UFCG

---

Profa. PhD. (Examinadora Externa) Verônica Teixeira Franco Castelo Branco  
Universidade Federal do Ceará – UFC

---

Prof. PhD. (Examinador Externo) Álvaro García Hernandez  
University of Nottingham

Campina Grande – PB

2020

## AGRADECIMENTOS

Muitas pessoas me ajudaram nessa caminhada, algumas diretamente na pesquisa, outras com palavras de suporte. O meu muito obrigada se estende a todas essas, citadas aqui ou não.

Meus pais, agradeço-os por serem meus maiores apoiadores, por me guiarem por bons caminhos e por proverem das condições necessárias para que eu pudesse me dedicar aos estudos sem outras preocupações. Ao meu irmão, pelo incentivo e companheirismo. Sem vocês essa conquista não seria possível.

Aos demais familiares, pela torcida e pelo apoio.

À Prof<sup>a</sup>. Lêda, que aceitou me acompanhar desde a iniciação científica, com paciência e prestatividade. Os anos sob sua orientação foram muito enriquecedores. Sou grata pela sua dedicação ao ensino e à pesquisa.

Ao Prof. Álvaro García por amigavelmente compartilhar parte do seu trabalho e esclarecer dúvidas que surgiram ao longo da execução desta pesquisa.

Aos amigos com quem compartilhei o dia-a-dia do laboratório e àqueles que se fizeram presentes, mesmo distantes. Em especial Talita, Letícia, Laiana, Daniel, Natália, Jeovanesa, Flávia, Rafaela, Gustavo, Paulo, Hicaro, Lais, Julieta, Ivna, Rebecca, Bruna, Tobias e Paula.

A Raphael que, como aluno de PIBITI, me ajudou bastante nos ensaios de laboratório. Obrigada pela força!

Ao Prof. Kennedy, Prof. Adriano e Prof<sup>a</sup>. Ana Maria pelo suporte e pelo conhecimento compartilhado ao longo desses anos de LEP.

A Jadilson e Joseildo pela ajuda na execução da parte experimental desta pesquisa e pela boa convivência, assim como Arthur pela prestatividade na execução de ensaios e nas análises químicas. A Ladjane pela companhia diária. A Fabiana pela realização dos ensaios no laboratório de análise térmica.

À Prof<sup>a</sup>. Verônica pelas contribuições enquanto membro da banca e pelas palavras de carinho.

Ao CNPq pela bolsa de estudos concedida.

À UFCG e ao PPGECA por viabilizarem o curso de mestrado.

## RESUMO

O fenômeno chamado *self-healing*, que ocorre em misturas asfálticas, consiste na capacidade destas de fechar microtrincas de forma autônoma, promovendo ganhos para funcionalidade do revestimento asfáltico. No entanto, em campo, esse processo é normalmente muito lento para compensar a deterioração natural do pavimento. Na presente pesquisa estudou-se um método desenvolvido para intensificar a autorregeneração natural de misturas asfálticas: a incorporação de agentes rejuvenescedores encapsulados. Óleo de soja e óleo de cozinha residual foram usados como agentes rejuvenescedores, encapsulados pelo procedimento de gelificação ionotrópica de alginato na presença de cálcio. Três tipos de cápsulas foram produzidas: Tipo 1, Tipo 1 residual e Tipo 2, as duas primeiras contendo o mesmo teor de óleo, porém compostas por óleo de soja e óleo residual, respectivamente, e a terceira possuindo um maior teor de óleo de soja. As cápsulas foram caracterizadas pela sua composição química, tamanho, resistência térmica e à compressão. As cápsulas foram incorporadas em uma mistura asfáltica e o efeito dessa adição sobre o volume de vazios, a resistência à tração indireta, ao dano por umidade induzida, à deformação permanente, rigidez e à vida de fadiga foi avaliado. Ademais, estudou-se a aplicabilidade do método de ensaio de tração indireta e de fadiga por flexão de três pontos sobre fundação elástica para a avaliação da capacidade de autorregeneração das misturas, usando períodos de descanso distintos. Os resultados demonstraram que as cápsulas possuem propriedades que viabilizam sua adição nas misturas asfálticas. As adições não afetaram consideravelmente o volume de vazios e a resistência à tração, mas, de forma geral, reduziram a resistência ao dano por umidade, o módulo de resiliência, a resistência a deformação permanente e vida de fadiga. O método por tração indireta apresentou dificuldades para avaliar a capacidade de autorregeneração das misturas asfálticas. O método de fadiga por flexão de três pontos sobre fundação elástica mostrou um potencial de autorregeneração elevado para as misturas com cápsulas. Níveis de autorregeneração máximos de 138%, 193% e 147% para as misturas com cápsulas Tipo 1, Tipo 1 residual e Tipo 2, respectivamente, foram alcançados, enquanto que para a mistura sem cápsulas esse valor atingiu 52%. Portanto, destaca-se o uso das cápsulas com óleo residual por promover ganhos ambientais ao fornecer um reuso para esse resíduo. Esse sistema de intensificação da autorregeneração se mostra promissor para o desenvolvimento de um modelo de manutenção autônomo da camada de revestimento asfáltico.

**Palavras-chave:** Trincamento; autorregeneração; agentes rejuvenescedores; cápsulas

## ABSTRACT

The self-healing phenomenon of asphalt mixtures consists in their capacity to autonomously close microcracks in their body and, consequently, increase the functionality of the surface course. However, in the field, this process is usually not intense enough to match the natural deterioration process. This research assessed a method developed to enhance the natural self-healing of asphalt mixtures: the addition of encapsulated rejuvenators. Soybean oil and waste cooking oil were used as rejuvenators. These oils were encapsulated by ionotropic gelation of alginate in calcium. Three types of capsules were manufactured: Type 1, Type 1 residual, and Type 2 – the first two contain the same oil content, but are composed of soybean oil and waste cooking oil, respectively, and the third is composed of a higher soybean oil content. The capsules were characterized by their chemical composition, size, thermal behavior and resistance to compression. An asphalt mixture was incorporated with the capsules and the effect of these on the void content, indirect tensile strength, water sensitivity, rutting resistance, stiffness and fatigue life of the asphalt mixture was evaluated. Also, the applicability of two methods, based on the indirect tensile and the three-point bending over elastic foundation tests, were investigated to evaluate the self-healing ability of the asphalt mixtures. Different rest periods were used in these methods. The results showed that the capsules have properties that enable their use in asphalt mixtures. The capsules did not affect significantly the volume of voids nor the indirect tensile strength of the mixture. However, its water sensitivity, resilient modulus, resistance to rutting and fatigue life decreased with the capsules' addition. The indirect tensile-based method presented limitations to evaluate the self-healing. On the other hand, the three-point bending over elastic foundation method gives high self-healing levels for the mixtures with capsules. The maximum healing levels obtained from this method were 138%, 193%, and 147% for the mixture with capsules Type 1, Type 1 residual, and Type 2, respectively. This value was 52% for the mixture without capsules. Therefore, capsules with waste cooking oil stand out for promoting environmental gains as it provides a new use for a waste material. This self-healing intensification system is promising for the development of an autonomous maintenance model for the coating layer of asphalt pavements.

**Keywords:** cracking; self-healing; rejuvenators agents; capsules

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Fórmulas condensadas lineares dos componentes dos asfaltos.....	23
Figura 2 – Envelhecimento do asfalto ao longo da sua vida de serviço.....	25
Figura 3 – Tensões em um pavimento.....	28
Figura 4 – Curva típica obtida em ensaio de fadiga com ponto de trinca inicial e de ruptura .	29
Figura 5 – Trincas isoladas e interligadas: a) trinca transversal; b) trinca longitudinal; c) trincas tipo “couro de jacaré”; d) Trincas tipo “bloco” .....	31
Figura 6 – Evolução do estado de um pavimento ao longo do tempo.....	32
Figura 7 – Progressão das trincas e ilustração conceitual da selagem de trincas .....	34
Figura 8 – Composição dos alginatos: a) cadeia de ácidos manurônicos; b) cadeia de ácidos gulurônicos; c) cadeia de ácidos manurônicos e gulurônicos alternados .....	39
Figura 9 –Formação das micropartículas de alginato de sódio via interação com íons de cálcio .....	40
Figura 10 – Ligação entre as cadeias homopoliméricas por meio dos íons cálcio situados entre os grupos com carga negativa.....	40
Figura 11 – Resistência dos géis de alginato de acordo com sua composição .....	40
Figura 12 – Ilustração do processo de autorregeneração no material asfáltico .....	41
Figura 13 – Modelo de fadiga e <i>self-healing</i> em etapas .....	42
Figura 14 – Diagrama esquemático do <i>self-healing</i> em etapas .....	43
Figura 15 – Processo de healing de uma microtrinca em um ligante asfáltico PG 64-28 envelhecido, a 30°C .....	45
Figura 16 – Imagens obtidas por microscopia de fluorescência do processo de autorregeneração de um ligante asfáltico modificado por SBS .....	46
Figura 17 – Tomografia computadorizada de uma amostra de mastique asfáltico após aquecimento, seguido de diversos períodos de descanso .....	46
Figura 18 – Reconstrução em 3D dos vazios de uma trinca em uma amostra de mistura asfáltica .....	47
Figura 19 – Bobina geradora de aquecimento por indução .....	50
Figura 20 – Recuperação de resistência a diferentes temperaturas de aquecimento .....	52
Figura 21 – Extensão da vida de fadiga em diferentes temperaturas .....	53
Figura 22 – Índice de autorregeneração <i>versus</i> fração do dano .....	54
Figura 23 – Ilustração conceitual do processo de rompimento das cápsulas .....	55

Figura 24 – Cápsulas contendo agentes rejuvenescedores: a) cápsulas de MMF no ligante asfáltico, imagem obtida por microscopia de fluorescência; b) núcleo de areia poroso saturado com rejuvenescedor; c) Seção transversal da cápsula de núcleo poroso revestido com resina epóxi .....	56
Figura 25 – Diâmetro equivalente das cápsulas com diferentes conteúdos de óleo.....	58
Figura 26 – a) Cápsula tipo C2; b) Imagem obtida por MEV da estrutura interna da cápsula	58
Figura 27 – a) Resultados da análise térmica das cápsulas; b) Gráficos tensão <i>versus</i> deformação obtidos pelo ensaio de compressão.....	59
Figura 28 – Imagem por tomografia computadorizada de seção de amostra de mistura asfáltico contendo cápsulas .....	60
Figura 29 – Comparação de desempenho da misturas com em relação à sem cápsulas .....	60
Figura 30 – Sequência do ensaio para medir o <i>self-healing</i> em misturas asfálticas.....	62
Figura 31 – Valores de autorregeneração obtido pela método de ensaio por flexão de três pontos: a) Al-Mansoori <i>et al.</i> (2017); b) Norambuena-Contreras <i>et al.</i> (2019b); c) Norambuena-Contreras <i>et al.</i> (2019a); d) Norambuena-Contreras <i>et al.</i> (2018b) .....	63
Figura 32 – Fluxograma das etapas de realização desta pesquisa .....	65
Figura 33 – Agregados e fíler usados nesta pesquisa: a) Brita 19mm; b) Brita 12,5mm; c) Pó de pedra; d) Areia; e) Cal .....	66
Figura 34 – Curvas granulométricas dos agregados.....	67
Figura 35 – Curva viscosidade <i>versus</i> temperatura do ligante asfáltico .....	71
Figura 36 – Óleos usados como agentes rejuvenescedores: a) óleo de soja; b) óleo residual..	72
Figura 37 – Reagentes alginato de sódio e cloreto de cálcio dihidratado, usados no processo de encapsulação.....	72
Figura 38 – Esquema do processo de gelificação ionotrópica de alginato em cálcio (Adaptado de Al-Mansoori, 2018) .....	73
Figura 39 – Exemplo de mistura de óleo residual e água destilada (proporção o/a de 0,2) .....	74
Figura 40 – Produção da emulsão: a) alginato de cálcio pesado em balança; b) alginato de cálcio sendo adicionado à mistura óleo + água.....	74
Figura 41 – Gotejamento da emulsão na solução de cloreto de cálcio em agitação .....	75
Figura 42 – Cápsulas Tipo 1 úmidas .....	76
Figura 43 – Três tipos de cápsulas utilizadas nessa pesquisa.....	76
Figura 44 – Ensaio de compressão em cápsula .....	79
Figura 45 – Curvas inferior, intermediária e superior, TMN = 19,0mm.....	80



Figura 48 – Cápsulas Tipo 1 residual adicionadas na mistura asfáltica durante a usinagem ...	82
Figura 49 – Mistura asfáltica após homogeneização das cápsulas Tipo 1 residual durante a usinagem.....	82
Figura 50 – Corpo de prova com 150mm de altura contendo cápsulas Tipo 1 residual .....	83
Figura 51 – Volume de vazios das misturas asfálticas sem e com cápsulas .....	84
Figura 52 – Representação das tensões no centro de um CP no ensaio de fadiga por compressão diametral (BERNUCCI <i>et al.</i> , 2008) .....	88
Figura 53 – Etapas da medição da autorregeneração por meio do ensaio de tração por compressão diametral: a) ensaio de tração por compressão diametral; b) aplicação do carregamento estático usando o molde de Estabilidade Marshall; c) confinamento no molde de PVC; d) Aplicação do carregamento axial no CP confinado .....	90
Figura 54 – Serragem dos corpos de prova cilíndricos .....	91
Figura 55 – Corpo de prova prismático usado no ensaio de flexão de três pontos sobre fundação elástica .....	92
Figura 56 – Configuração do ensaio de flexão de três pontos sobre fundação elástica .....	93
Figura 57 – Modo de carregamento usado no ensaio de flexão de três pontos sobre fundação elástica .....	94
Figura 58 – Linha de tendência usada para estimar os parâmetros da distribuição de <i>Weibull</i> .....	95
Figura 59 – Curva de probabilidade teórica de <i>Weibull</i> .....	95
Figura 60 – Corpo de prova confinado em molde após realizado o primeiro ensaio de flexão de três pontos sobre fundação elástica .....	96
Figura 61 – Fluxograma da metodologia da medida de autorregeneração por meio do ensaio de flexão de três pontos sobre fundação elástica.....	97
Figura 62 – Diâmetro equivalente das cápsulas .....	98
Figura 63 – Espectro infravermelho do óleo de soja e óleo residual.....	99
Figura 64 – Espectro infravermelho do alginato de sódio e do polímero cálcio-alginato.....	100
Figura 65 – Espectro infravermelho das cápsulas e do polímero alginato-cálcio .....	102
Figura 66 – Termogramas das amostras analisadas .....	102
Figura 67 – Curva DTA <i>versus</i> temperatura de cápsula Tipo 1 .....	103
Figura 68 – Gráfico força $\times$ deformação obtido do ensaio de compressão em cápsulas.....	104
Figura 69 – Resultados do ensaio de resistência à compressão das cápsulas.....	105
Figura 70 – Resultados do ensaio de tração por compressão diametral .....	107
Figura 71 – Resultados do dano por umidade induzida .....	109

Figura 72 – Resultados de módulo de resiliência .....	110
Figura 73 – Valores do <i>Flow Number</i> obtidos pelo ensaio uniaxial de carga repetida .....	111
Figura 74 – Número de ciclos até a ruptura <i>versus</i> diferença de tensões no centro do CP....	113
Figura 75 – Número de ciclos até a ruptura <i>versus</i> deformação resiliente inicial.....	114
Figura 76 – Medidas da autorregeneração obtidas por meio da metodologia do ensaio de tração por compressão diametral .....	116
Figura 77 – Curvas teóricas de probabilidade de Weibull para misturas estudadas: a) sem cápsulas; b) Tipo 1; c) Tipo 1 residual; d) Tipo 2 .....	119
Figura 78 – Resultados do nível de autorregeneração pelo método de flexão de três pontos sobre fundação elástica.....	120

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Comparação do desempenho das misturas com e sem cápsulas.....	61
Tabela 2 – Resultados dos ensaios de caracterização dos agregados .....	67
Tabela 3 – Procedimentos realizados para caracterizar o ligante asfáltico .....	68
Tabela 4 – Resultados dos ensaios de caracterização do ligante asfáltico .....	70
Tabela 5 – Proporções de agregados .....	80
Tabela 6 – Parâmetros volumétricos das misturas com teor de ligante inicial.....	81
Tabela 7 – Resumo dos parâmetros volumétricos da mistura de projeto .....	81
Tabela 8 – Resumo das características das curvas de vida de fadiga das misturas .....	114

## LISTA DE QUADROS

Quadro 1 – Medidas de manutenção para diversos tipos de degradações funcionais .....	33
Quadro 2 – Métodos de caracterização em macroescala do <i>self-healing</i> em materiais asfálticos .....	48

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AASHTO	<i>American Association of State Highway and Transportation Officials</i>
AI	Índice de envelhecimento
AMPT	<i>Asphalt Mixture Performance Test</i>
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
CAP	Cimento asfáltico
CBUQ	Concreto betuminoso usinado a quente
CGS	Compactador Giratório SUPERPAVE
CP	Corpo de prova
DCT	<i>Disk-Shaped Compact Tension Test</i>
DNIT	Departamento Nacional de Infraestrutura de Transportes
DSR	<i>Dynamic Shear Rheometer</i>
DTA	Análise térmica diferencial
FN	<i>Flow number</i>
FTIR	<i>Fourier transform infrared spectroscopy</i>
FWD	<i>Falling Weight Deflectometer</i>
LEP	Laboratório de Engenharia de Pavimentos
LVDT	<i>Linear Variable Differential Transducer</i>
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
MFA	Microscopia de força atômica
MMF	Melamina-formaldeído modificada por metanol
MR	Módulo de resiliência (MPa)
NBR	Norma brasileira
NCHRP	<i>National Cooperative Highway Research Program</i>
RAP	<i>Reclaimed Asphalt Pavement</i>
RRT	Resistência à tração retida
RT	Resistência à tração por compressão diametral
RTFOT	<i>Rolling Thin Film Oven Test</i>
RTu	Resistência à tração por compressão diametral após ciclo de condicionamento
SCB	<i>Semi-Circular Bending Test</i>
SENB	<i>Single-Edge Notched Beam Test</i>
SMA	Stone Matrix Asphalt

SUPERPAVE	<i>Superior Performance Asphalt Pavements</i>
TGA	Análise termogravimétrica
TMN	Tamanho Nominal Máximo
UFCG	Universidade Federal de Campina Grande
UFRN	Universidade Federal do Rio Grande do Norte
UTM	<i>Universal Testing Machine</i>
WMA	<i>Warm Mix Asphalt</i>
VAM	Vazios no agregado mineral
V <sub>v</sub>	Volume de vazios

## LISTA DE SÍMBOLOS

$\Delta\sigma$	Diferença de tensões no centro do corpo de prova (MPa)
$^{\circ}\text{C}$	Grau celsius
$^{\circ}\text{C}/\text{min}$	Grau celsius por minuto
cm	Centímetro
cP	Centipoise
D	Diâmetro das cápsulas
g	Gramma
Gmb	Massa específica aparente medida ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )
Gmm	Densidade máxima medida ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )
Hz	Hertz
Kg	Quilograma
kN	Kilonewton
kPa	Kilopascal
mm	Milímetro
MPa	Megapascal
Nprojeto	Número de giros de projeto no compactador SUPERPAVE
Nmáximo	Número de giros máximo no compactador SUPERPAVE
Ninicial	Número de giros inicial no compactador SUPERPAVE
rpm	Rotação por minuto
SBS	Estireno-Butadieno-Estireno
Ta	Temperatura da amostra
Tr	Temperatura de referência
UTM	Universal Testing Machine
$\sigma$	Resistência à tração
$\eta_a$	viscosidade do ligante em uma dada condição de envelhecimento
$\eta_o$	viscosidade inicial do ligante asfáltico
T°C	Ponto de amolecimento
Jnr	Compliância não recuperável
G*	Módulo Complexo de Cisalhamento

## SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO .....	19
1.1 OBJETIVOS.....	21
1.1.1 Objetivo geral.....	21
1.1.2 Objetivos específicos.....	21
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....	22
2.1 Ligantes asfálticos .....	22
2.1.1 Composição química dos ligantes asfálticos .....	22
2.1.2 Processo de envelhecimento dos ligantes asfálticos.....	24
2.2 Misturas asfálticas .....	26
2.3 Defeitos nos revestimentos asfálticos: trincamento por fagida.....	27
2.4 Manutenção e restauração de pavimentos flexíveis .....	31
2.4.1 Selagem de trincas.....	34
2.4.2 Tratamento de superfície com agentes rejuvenescedores.....	35
2.5 Óleos vegetais como agentes rejuvenescedores de materiais asfálticos.....	36
2.6 Microencapsulação .....	37
2.6.1 Gelificação ionotrópica de alginato na presença de cálcio.....	38
2.7 O fenômeno de autorregeneração ( <i>self-healing</i> ) de materiais asfálticos.....	41
2.7.1 Mensuração do self-healing.....	44
2.8 Métodos de intensificação da autorregeneração.....	49
2.8.1 Aquecimento por indução .....	49
2.8.2 Agentes rejuvenescedores encapsulados .....	54
2.8.2.1 Propriedades das cápsulas de alginato de cálcio .....	57
2.8.2.2 Efeitos da adição das cápsulas de alginato-cálcio em misturas asfálticas.....	59
2.8.2.3 O <i>self-healing</i> em misturas asfálticas com adição de cápsulas de alginato-cálcio.....	61
2.9 Considerações finais.....	64
3. MATERIAIS E MÉTODOS .....	65
3.1 Materiais .....	66
3.1.1 Agregados.....	66
3.1.2 Ligante asfáltico .....	68
3.1.3 Cápsulas.....	71
3.2 Métodos .....	77



3.2.1	Cápsulas.....	77
3.2.1.1	Diâmetro das cápsulas .....	77
3.2.1.2	Espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR).....	77
3.2.1.3	Propriedades térmicas das cápsulas.....	78
3.2.1.4	Resistência à compressão das cápsulas .....	78
3.2.2	Dosagem da mistura asfáltica pela metodologia SUPERPAVE .....	79
3.2.3	Incorporação das cápsulas na mistura asfáltica .....	81
3.2.4	Efeito da adição das cápsulas nas propriedades mecânicas das misturas asfálticas... 84	
3.2.4.1	Resistência à tração por compressão diametral .....	84
3.2.4.2	Dano por umidade induzida .....	85
3.2.4.3	Módulo de resiliência .....	85
3.2.4.4	Resistência à deformação permanente .....	86
3.2.4.5	Vida de fadiga .....	86
3.2.5	Medição da autorregeneração.....	89
3.2.5.1	Tração por compressão diametral.....	89
3.2.5.2	Fadiga por flexão de três pontos sobre fundação elástica .....	91
4.	RESULTADOS E DISCUSSÕES .....	98
4.1	Propriedades das cápsulas .....	98
4.1.1	Diâmetro das cápsulas .....	98
4.1.2	FTIR.....	99
4.1.3	Propriedades térmicas das cápsulas.....	102
4.1.4	Resistência à compressão das cápsulas .....	104
4.2	Propriedades mecânicas das misturas asfálticas.....	106
4.2.1	Resistência à tração por compressão diametral .....	106
4.2.2	Dano por umidade induzida .....	108
4.2.3	Módulo de resiliência .....	110
4.2.4	Resistência à deformação permanente .....	111
4.2.5	Vida de fadiga .....	113
4.3	Medidas da autorregeneração das misturas asfálticas .....	116
4.3.1	Tração por compressão diametral.....	116
4.3.2	Fadiga por flexão de três pontos sobre fundação elástica .....	118
5.	CONCLUSÕES E SUGESTÕES .....	123
5.1	Considerações finais.....	123

5.2	Conclusão .....	124
5.3	Sugestões para pesquisas futuras.....	125
6.	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	126

## 1. INTRODUÇÃO

O surgimento de trincas nos revestimentos asfálticos são um dos primeiros sinais da perda de qualidade funcional e, subsequentemente, estrutural dos pavimentos flexíveis. Esse tipo de defeito pode surgir, principalmente, devido à fadiga dos materiais que constituem o revestimento asfáltico, causada pela solicitação exaustiva dos esforços de tração por flexão oriunda do carregamento do tráfego (GODOI, 2017). Além disso, fatores ambientais, como o envelhecimento oxidativo do ligante asfáltico e o dano causado pela umidade, reduzem a capacidade resiliente das misturas asfálticas, tornando-as mais frágeis ao longo dos anos de serviço e, portanto, mais suscetíveis à fadiga (XU *et al.*, 2018).

Em contrapartida, na literatura há evidências suficientes que comprovam que o fenômeno chamado *self-healing* (autorregeneração) ocorre em materiais asfálticos (BHASIN *et al.*, 2008). Este fenômeno refere-se à capacidade do material de autorregenerar (fechar) trincas em estágio inicial de formação. Nesse processo, as moléculas de ligante asfáltico tendem a se difundir entre as superfícies das microtrincas até que a pressão e tensão superficial na parcela de ligante que preenche as trincas se iguale àquelas da mistura asfáltica, eliminando assim as discontinuidades no material (SUN *et al.*, 2018). Após o fechamento das trincas, a mistura tende a iniciar um processo de recuperação da resistência e resiliência. Dessa forma, a autorregeneração pode restaurar parcialmente ou até completamente a funcionalidade inicial do revestimento asfáltico (AL-MANSOORI, 2018).

O processo de autorregeneração em misturas asfálticas é tanto mais acentuado quanto maiores as temperaturas e períodos sem tráfego (GARCÍA, 2012). No entanto, nas temperaturas ambiente usuais, o ligante asfáltico apresenta elevada viscosidade, a qual tende ainda a aumentar conforme o envelhecimento. Este fator, somado a altos volumes de tráfego, resultam em um processo autorregenerativo muito lento para compensar a deterioração natural da mistura asfáltica (QIU, 2012).

Dessa forma, pesquisas têm sido conduzidas com o objetivo de intensificar o *self-healing* natural das misturas asfálticas. Xu *et al.* (2018) afirmam que tecnologias para esse fim apresentaram grandes avanços nos últimos 10 anos. Dentre elas, destaca-se o aquecimento por indução (GARCÍA *et al.*, 2011) em misturas asfálticas contendo fibras metálicas e o uso de agentes rejuvenescedores encapsulados (MICAELO *et al.*, 2016).

Dentre as medidas de manutenção funcional utilizadas na pavimentação asfáltica, existe a aplicação de rejuvenescedores. As substâncias usadas como rejuvenescedores devem possuir

composição química tal que, quando aplicadas no revestimento asfáltico, restaurem a fração maltenos do ligante asfáltico perdida devido ao envelhecimento (PACIÊNCIA, 2018). A aplicação dos rejuvenescedores consiste comumente em seu espalhamento sobre a superfície do pavimento. Porém, Shen *et al.* (2007) afirmam que os rejuvenescedores não são capazes de penetrar mais que 20mm no revestimento asfáltico. Além disso, esse tratamento de superfície pode causar redução do atrito pneu-pavimento, sendo necessário interromper o tráfego por algum tempo após a aplicação do rejuvenescedor (AL-MANSOORI, 2018).

Para superar as desvantagens apresentadas no procedimento de tratamento de superfície com rejuvenescedores, foi desenvolvido o conceito dos agentes rejuvenescedores encapsulados (GARCÍA, 2012). A função das cápsulas consiste em “aprisionar” um rejuvenescedor e permitir que este alcance toda camada de revestimento, visto que as cápsulas são incorporadas à mistura asfáltica na usinagem. Ao carregamento repetido do tráfego solicitar a camada de revestimento, as cápsulas rompem e liberam o rejuvenescedor. A resistência das cápsulas deve ser tal que estas suportem as tensões geradas na compactação da mistura asfáltica, mas rompam gradualmente a partir do momento em que as trincas começam a surgir (MICAELO *et al.*, 2016).

Uma vez liberado, o agente rejuvenescedor age localmente, rejuvenescendo o ligante asfáltico no entorno das cápsulas, e, conseqüentemente, reduzindo sua viscosidade. Dessa forma, o ligante asfáltico flui com mais facilidade para as superfícies trincadas, acelerando o processo de autorregeneração natural da mistura asfáltica. O incremento do *self-healing* a partir do uso cápsulas possui a vantagem de não necessitar de intervenções externas, diferentemente do método por aquecimento citado anteriormente.

Apesar dos benefícios observados na autorregeneração natural de misturas asfálticas, gerados pela adição de agentes rejuvenescedores encapsulados, a concepção desses materiais e as metodologias de medição da autorregeneração são recentes e ainda possuem lacunas a serem preenchidas. O desenvolvimento de novos testes para mensuração do *self-healing* pode ser uma maneira de aprimorar o conhecimento sobre esse mecanismo. Além disso, materiais ainda não estudados para compor as cápsulas também podem ser explorados, especialmente materiais de origem sustentável e de baixo custo.

Dessa forma, o aperfeiçoamento de um sistema de regeneração autônomo pode conduzir a economias significativas nos custos com manutenção e reabilitação de pavimentos asfálticos, assim como contribuir para o desenvolvimento sustentável na área da pavimentação asfáltica.

## **1.1 OBJETIVOS**

### *1.1.1 Objetivo geral*

Avaliar a capacidade de autorregeneração de misturas asfálticas contendo agentes rejuvenescedores encapsulados.

### *1.1.2 Objetivos específicos*

- produzir agentes rejuvenescedores encapsulados capazes de resistir às tensões e temperaturas utilizadas na usinagem e compactação das misturas asfálticas;
- avaliar o efeito da adição dos agentes rejuvenescedores encapsulados nas propriedades mecânicas das misturas asfálticas;
- verificar a viabilidade da utilização dos ensaios de tração por compressão diametral e fadiga por flexão em três pontos sobre fundação elástica para mensurar a capacidade de autorregeneração de misturas asfálticas;
- comparar a eficiência do uso de óleos vegetais novos e residuais como agentes rejuvenescedores sobre a capacidade de autorregeneração de misturas asfálticas, a fim de promover um destino ecologicamente correto para esse resíduo.

## 2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste capítulo são apresentados temas que forneceram embasamento teórico para a estruturação desta pesquisa. Inicialmente, faz-se uma abordagem sobre os ligantes asfálticos e seu processo de envelhecimento, assim como generalidades sobre misturas asfálticas. Em seguida são introduzidas noções sobre os defeitos recorrentes em pavimentos asfálticos, com foco no trincamento por fadiga. Posteriormente, os processos de manutenção da camada de revestimento, especialmente aqueles voltados para a redução do trincamento, serão tratados.

Em seguida é abordada uma introdução sobre o fenômeno do *self-healing* em materiais asfálticos. Dentro dessa temática, serão abordados os principais métodos para a mensuração do *self-healing* encontrados na literatura até então.

O capítulo é finalizado com uma apresentação dos principais resultados publicados sobre os métodos desenvolvidos para intensificar a autorregeneração natural de misturas asfálticas: o aquecimento por indução e o uso de agentes rejuvenescedores encapsulados. Os estudos sobre o uso de cápsulas de alginato-cálcio em misturas asfálticas receberão maior detalhamento.

### 2.1 Ligantes asfálticos

#### 2.1.1 Composição química dos ligantes asfálticos

Os ligantes asfálticos são produtos oriundos, principalmente, da destilação ou refino do petróleo, sendo uma das últimas frações obtidas da torre de destilação (GODOI, 2011). Estas substâncias são utilizadas em serviços de pavimentação como material constituinte da camada de revestimento asfáltico por possuir características como comportamento termoviscoelástico; insolubilidade em água; resistência à ação da maioria dos ácidos, álcalis e sais; e adesividade, proporcionando forte união entre os agregados.

Os ligantes asfálticos são constituídos essencialmente (90 a 95%) por carbono e hidrogênio (hidrocarbonetos), além de menores proporções (5 a 10%) de elementos como oxigênio, nitrogênio, enxofre, vanádio e níquel, chamados heteroátomos.

A determinação dos constituintes do ligante asfáltico pode ser realizada por meio do uso de solventes. Quando dissolvido em um hidrocarboneto alifático, como o n-heptano, a composição do ligante asfáltico divide-se em duas frações principais: os asfaltenos, correspondente à fração insolúvel em n-heptano, e os maltenos, referente à fração solúvel. Uma subdivisão dos componentes da fração maltenos é feita por meio do processo de cromatografia de camada fina. Nesse processo, os maltenos são subdivididos entre três grupos químicos:

saturados, aromáticos e resinas (DOMONE e ILLSTON, 2010).

A estrutura do ligante asfáltico é considerada um sistema coloidal onde os asfaltenos são partículas sólidas de alto peso molecular, na forma de micelas ou de um aglomerado de moléculas, dispersas em um meio oleoso de baixo peso molecular formado pelos maltenos.

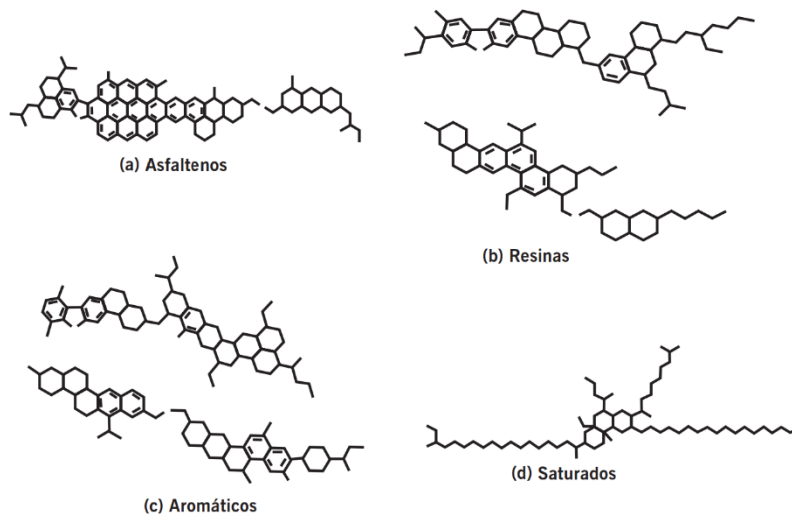
De acordo com Bernucci *et al.* (2008) os asfaltenos (Figura 1a) são aglomerados de compostos polares e polarizáveis formados por associações intermoleculares, constituídos de hidrocarbonetos naftênicos condensados e de cadeias saturadas curtas, sendo sólidos amorfos pretos ou marrons. Esse grupo químico apresenta o maior peso molecular dentre os constituintes do asfalto e compõem de 5 a 25% deste. A quantidade de asfaltenos tem grande efeito nas características reológicas do ligante, sendo sua consistência e a viscosidade diretamente proporcional ao percentual de asfaltenos.

As resinas (Figura 1b) são quimicamente similares aos asfaltenos, porém possuem menor peso molecular. Esse grupo químico corresponde a hidrocarbonetos de natureza fortemente polar e adesiva, com pequena proporção de oxigênio, enxofre e nitrogênio e são sólidos ou semi-sólidos marrom-escuros.

Os componentes aromáticos (Figura 1c) constituem um líquido viscoso amarelo polar, com cadeias não-saturadas de carbono, e possuem baixa massa molar, estando em maior proporção no asfalto (40 a 65%) como um meio de dispersão e peptização dos asfaltenos.

Os saturados (Figura 1d) são cadeias retas e ramificadas de hidrocarbonetos, sendo óleos viscosos não-polares transparentes, compondo de 5 a 20% dos asfaltos.

Figura 1 – Fórmulas condensadas lineares dos componentes dos asfaltos.



Fonte: Bernucci *et al.* (2008)

### 2.1.2 *Processo de envelhecimento dos ligantes asfálticos*

Uma vez que os ligantes asfálticos são submetidos às etapas de usinagem e compactação, e expostos à atmosfera e intempéries, têm sua composição química alterada, o que pode causar redução do seu desempenho. Esse processo é conhecido como envelhecimento.

De acordo com Silva (2005) o envelhecimento do ligante pode ser dividido em dois períodos: o envelhecimento a curto prazo, decorrente da usinagem, transporte, distribuição, até a aplicação e compactação da mistura asfáltica na pista; e o envelhecimento a longo prazo que ocorre em campo durante a vida útil da camada de revestimento.

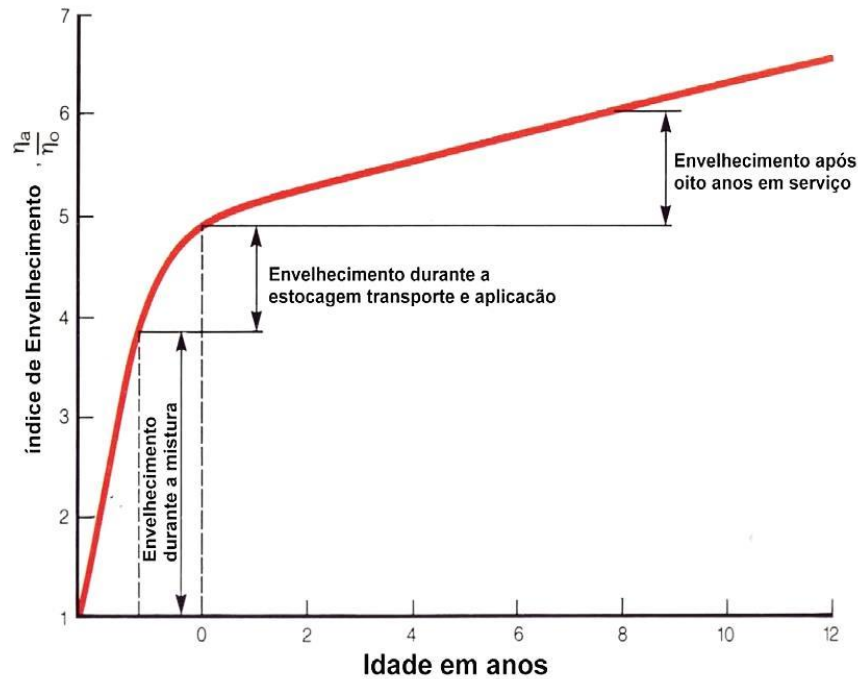
Na primeira fase, o ligante asfáltico é aquecido a altas temperaturas e exposto ao oxigênio em uma grande superfície, sob a forma de película fina (5 a 15  $\mu\text{m}$ ). Durante a aplicação da mistura asfáltica no campo, em que se pode considerar as atividades de transporte, distribuição e compactação da mistura, o processo de envelhecimento é intenso até o resfriamento total do revestimento. Nessa etapa, a temperatura é a principal causa do envelhecimento e responsável por mudanças significativas nas propriedades do ligante, como o aumento da viscosidade em até 50% da original e uma perda de penetração de até 25% (THOM, 2014).

O envelhecimento a longo prazo, por sua vez, ocorre mais lentamente, visto que o ligante está sujeito a temperaturas mais baixas, que não ultrapassam 60-70°C na superfície do revestimento. Além disto, o contato com o oxigênio se restringe à superfície e aos vazios contidos da mistura asfáltica. Todavia, o material continua a envelhecer devido às condições climáticas e, indiretamente, à solicitação do tráfego de veículos.

A Figura 2 ilustra como o índice de envelhecimento se comporta ao longo da vida de serviço do pavimento. O índice de envelhecimento é a razão entre a viscosidade do ligante em uma dada condição de envelhecimento ( $\eta_a$ ) e sua viscosidade inicial ( $\eta_o$ ). A maneira como esta razão varia ao longo dos anos evidencia a predominância do processo de envelhecimento durante a usinagem, estocagem e aplicação da mistura asfáltica.



Figura 2 – Envelhecimento do asfalto ao longo da sua vida de serviço.



Fonte: Morilha Junior (2004)

De acordo com Morilha Junior (2004), o envelhecimento também pode ser descrito quanto aos seus principais processos de ocorrência: a oxidação, o endurecimento exsudativo e a perda de voláteis. A oxidação é o processo que mais contribui no envelhecimento, ocorrendo intensamente durante a usinagem e de forma mais lenta ao longo da vida útil do pavimento. Nesse processo, a interação das moléculas polares, presentes no ligante asfáltico com o oxigênio da atmosfera, faz com que as resinas (maltenos) transformem-se em asfaltenos, os aromáticos convertem-se em resinas e estas por fim oxidam e transformam-se em asfaltenos. Deste modo, ocorre um aumento na fração polar, de alto peso molecular, e a diminuição dos componentes de menor peso molecular, resultando em aumento da rigidez do ligante. O ligante asfáltico oxida com o tempo se em contato direto com o oxigênio, portanto quanto mais permeável a mistura asfáltica, maior a suscetibilidade à oxidação.

O endurecimento exsudativo consiste na migração de componentes oleosos (frações mais leves) do ligante para o agregado mineral. Este processo é considerado uma característica importante durante a usinagem, a fim de garantir a adesão correta entre o ligante e os agregados. No entanto, em longo prazo, altera o balanço molecular do ligante a favor das frações mais pesadas (THOM, 2014).

A perda de voláteis acontece devido à evaporação de componentes de baixo peso molecular do ligante e ocorre quase que completamente durante o envelhecimento a curto prazo, devido às altas temperaturas. Uma vez que o material tenha sido aplicado no campo, a magnitude desse processo é relativamente pequena.

O aumento da consistência, redução da viscosidade e perda das características aglutinantes no ligante asfáltico pode resultar em danos à camada de revestimento asfáltico, como a perda da adesão em presença de água nas misturas asfálticas, desgaste devido à desagregação de partículas, trincamento e posterior fratura por fadiga (MORILHA JUNIOR, 2004).

## **2.2 Misturas asfálticas**

Nos pavimentos flexíveis, a última camada do pavimento é denominada revestimento asfáltico. Essa é responsável por resistir diretamente as solicitações do tráfego e transmiti-las de forma atenuada às camadas subjacentes. Além disso, tem a função de impermeabilizar a estrutura e fornecer condições de rolamento seguras e confortáveis (Bernucci *et al.*, 2008).

A camada de revestimento em pavimentos asfálticos consiste em uma estrutura flexível composta pela mistura de agregados minerais e materiais betuminosos. Para que o revestimento asfáltico exerça sua função estrutural adequadamente, este deve possuir uma mistura com graduação dos agregados e da porcentagem de ligante asfáltico apropriados. Dessa forma, a camada deve ser resistente ao trincamento e a desagregações durante o horizonte de sua vida útil, levando em consideração o nível de tráfego para o qual foi projetado e as condições climáticas ao qual será submetido (ROSSATO, 2015).

O tipo de material mais utilizado mundialmente para compor a camada de revestimento em pavimentos flexíveis são as misturas asfálticas usinadas à quente (AL-MANSOORI, 2018). Trata-se do produto da mistura adequadamente proporcionada de agregados de tamanhos diversos e ligante asfáltico, ambos aquecidos em temperaturas previamente escolhidas, misturados em usina estacionária, transportada para a pista, onde é lançada e compactada, até atingir um grau de compactação que resulte num arranjo estrutural estável e resistente.

### **2.3 Defeitos nos revestimentos asfálticos: trincamento por fadiga**

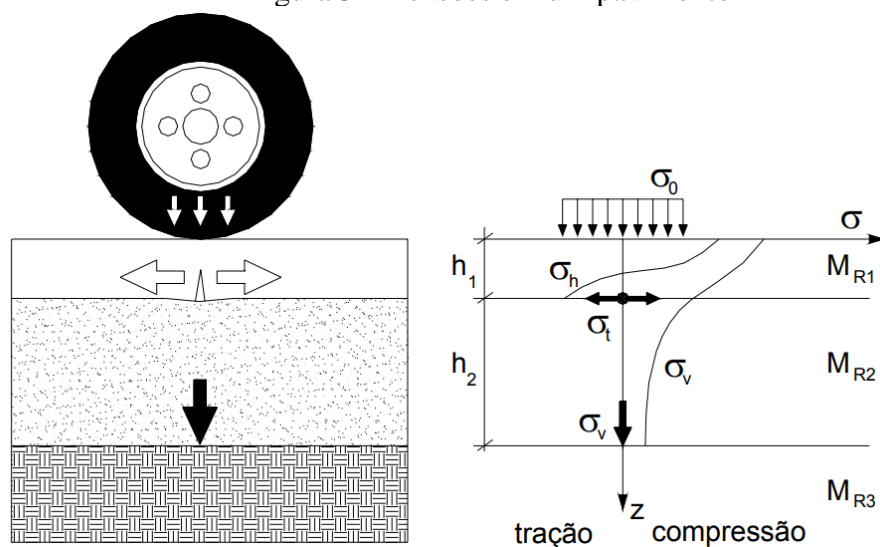
A principal causa dos defeitos estruturais em pavimentos flexíveis são as ações do tráfego ao longo dos anos de serviço. Elas provocam deformações que podem ser recuperáveis ou permanentes.

Dentre os defeitos causados pelo carregamento do tráfego, os principais mecanismos de deterioração que ocorrem na camada de revestimento asfáltico são os afundamentos de trilhas de roda, provocados pela deformação permanente excessiva, e o trincamento por fadiga, devido à repetição dos carregamentos (SANTOS, 2005).

Por muito tempo, atribuiu-se a causa do trincamento da camada de revestimento dos pavimentos flexíveis às excessivas deformações plásticas observadas nas camadas granulares abaixo desta. Contudo, verificou-se que as trincas são resultado, predominantemente, de elevadas deflexões reversíveis a que os pavimentos são submetidos repetidamente, que não são necessariamente acompanhadas de deformações plásticas (SANTOS, 2005).

A Figura 3 ilustra as solicitações sofridas pelo pavimento devido à carga dos veículos, onde, na superfície da camada de rolamento, são aplicadas cargas verticais de compressão. Dessa forma, surgem tensões de tração nas fibras inferiores dessa camada, além das de compressão. Em virtude da característica variável do tráfego, as tensões apresentam um instante de pico, e, após a passagem do veículo, anulam-se. Esse estado de tensões repetidas é o responsável pelo fenômeno da fadiga nos revestimentos asfálticos. Tradicionalmente, as trincas têm origem na parte inferior da camada do pavimento, onde as flexões são mais significativas, e desenvolvem-se até a superfície. No entanto, podem também iniciar pelo topo da camada do revestimento, devido a grandes concentrações de tensões no contato pneu-pavimento, são as chamadas “*top-down cracks*”. Esse tipo de trincamento não é oriundo da fadiga (GARCIA, 2010).

Figura 3 – Tensões em um pavimento



Fonte: Medina e Motta (2005)

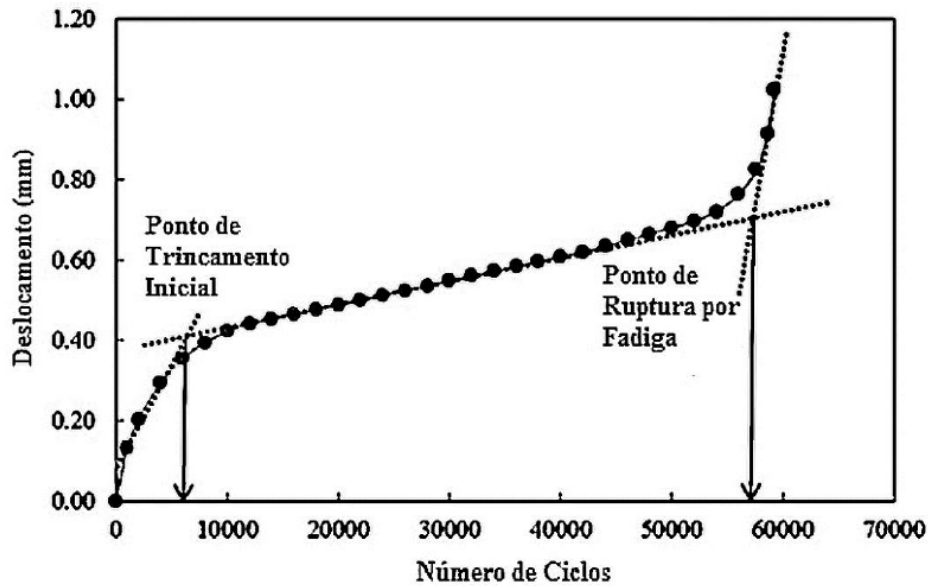
O fenômeno da fadiga caracteriza-se pelo fato de que muitos materiais, sendo repetidamente solicitados em níveis de tensão inferiores ao seu estado último de tensão ou deformação, progressivamente desenvolvem alterações em sua estrutura interna, que resultam na perda de suas características estruturais originais. Isso dá início a um processo de microfissuração que resulta no desenvolvimento de macrotrincas, e, ao final da vida útil do material, podem levá-lo à completa ruptura (FREIRE *et al.*, 2014).

O trincamento modifica o estado de tensões do sistema estratificado do pavimento e, embora não seja o defeito que mais coloque em risco o conforto e segurança do usuário quando em pequena escala, pode progredir dando origem a danos mais graves. As trincas em maior escala podem permitir a entrada de água e provocar enfraquecimento da estrutura, expresso pela redução do módulo de rigidez das camadas granulares e subleito (GODOI, 2017).

O dano por fadiga em misturas asfálticas ocorre via dois processos: surgimento e propagação das trincas. Segundo Huang *et al.* (2013), algumas das abordagens utilizadas para caracterizá-la incluem métodos fenomenológicos e a teoria da mecânica da fratura. O primeiro método está associado a parâmetros obtidos em ensaios de fadiga no qual ciclos de tensão ou deformação, necessários para induzir a ruptura por fadiga, são aplicados na superfície da amostra, no modo de tensão ou deformação controlada. A vida de fadiga é caracterizada como o número de ciclos de carga necessários para iniciar a trinca e propagá-la, até a ruptura. Um ensaio amplamente utilizado, que utiliza a abordagem fenomenológica em sua interpretação, é o de fadiga por tração à compressão diametral. A Figura 4 apresenta uma curva típica obtida

pela relação deslocamento *versus* ciclos de carga em um ensaio de fadiga à tensão controlada. Nela é possível distinguir três estágios: o primeiro, onde o deslocamento aumenta rapidamente até resultar na formação de uma trinca inicial; o segundo, onde há um aumento próximo à condição linear de deslocamento, que caracteriza o crescimento progressivo de microtrincas para macrotrincas; e um terceiro estágio onde o deslocamento aumenta rapidamente, caracterizando a ruptura da amostra ensaiada.

Figura 4 – Curva típica obtida em ensaio de fadiga com ponto de trinca inicial e de ruptura



Fonte: Adaptado de Gao e Ling (2016)

A mecânica da fratura, por sua vez, adota a premissa básica de que todos os materiais da engenharia se apresentam inerentemente com falhas. Dessa forma, a vida de fadiga corresponde ao número de aplicações de carga ao qual o material é submetido para propagar a falha inicial até uma dimensão crítica. Essa abordagem emprega um modelo empírico para a fase propagação das trincas, chamada Lei de Paris. Essa lei relaciona a taxa de crescimento da trinca e a taxa de liberação de energia, por meio da Equação 1.

$$\frac{dC}{dN} = A \cdot K^n \quad \text{Equação 1}$$

Onde:

$dC/dN$ : crescimento do comprimento da trinca (c) por ciclo de carga (N); A e n: constantes do material; K: fator de intensidade de tensões.

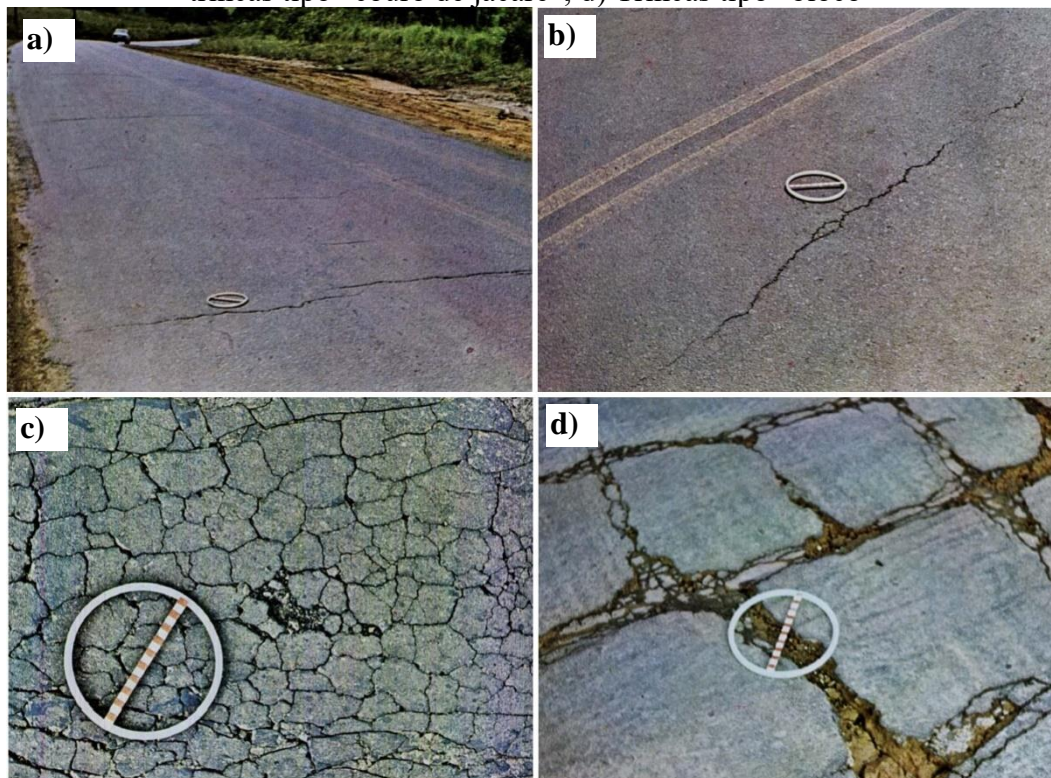
Mesmo que os métodos fenomenológicos, baseados em relações tensão-deformação, tenham sido convencionalmente mais empregados para avaliar o trincamento por fadiga, há interesse crescente na abordagem da análise da fadiga pela mecânica da fratura. Esta é realizada via testes como o ensaio de flexão em vigas com fenda (*single-edge notched beam test* – SENB), o ensaio em disco circular com fenda (*disk-shaped compact tension test* – DCT) e o flexão em amostra semicircular (*semi-circular bending test* – SCB) (SAHA e BILIGIRI, 2017).

A norma DNIT 005/2003 – TER, que se refere à terminologia de defeitos nos pavimentos flexíveis e semirrígidos, define fendas como qualquer descontinuidade na superfície do pavimento que conduza a aberturas de menor ou maior porte. As fendas são subclassificadas em fissuras – que se refere às fendas de largura capilar somente perceptíveis a vista desarmada de uma distância inferior a 1,50 m – e em trincas, que são fendas facilmente visíveis a vista desarmada com abertura superior à da fissura, podendo apresentar-se sob forma de trinca isolada ou trinca interligada.

Quando sob a forma de trinca isolada, as trincas podem ser classificadas em três tipos: trinca transversal – que apresenta direção predominantemente ortogonal ao eixo da via (Figura 5a); trinca longitudinal – cuja direção é predominantemente paralela à via (Figura 5b); e a trinca de retração, a qual não é atribuída aos fenômenos de fadiga, mas a fenômenos de retração térmica ou do material do revestimento ou do material de base rígida ou semirrígida subjacentes ao revestimento trincado.

A repetição das cargas solicitante podem ocasionar a conexão das trincas isoladas, formando as trincas do tipo “couro de jacaré”, que se interligam sem direções preferencias, podendo apresentar erosão acentuada nas bordas (Figura 5c); e as trincas tipo “bloco”, que se caracterizam pela configuração de blocos formados por lados bem definidos, que podem também apresentar erosão acentuada nas bordas (Figura 5d).

Figura 5 – Trincas isoladas e interligadas: a) trinca transversal; b) trinca longitudinal; c) trincas tipo “couro de jacaré”; d) Trincas tipo “bloco”



Fonte: DNIT 005/2003 – TER

Rossato (2015) afirma que o surgimento de trincas reflete em reduções na capacidade do revestimento asfáltico de suportar as cargas de tráfego. No entanto, é necessário ter cautela na identificação das prováveis causas deste defeito. Para Bernucci *et al.* (2008) algumas das possíveis causas que levam ao início do processo de trincamento por fadiga, além das tensões elevadas geradas pelo carregamento do tráfego e as condições climáticas, são: incompatibilidade no projeto quanto à rigidez e espessura das camadas; revestimentos asfálticos executados com teores de ligante asfáltico abaixo do teor de projeto; projetos equivocados de dosagem da mistura asfáltica – isto é, que resultam em teores de vazios inadequados; temperaturas de usinagem e/ou compactação impróprias, que podem resultar no envelhecimento precoce do ligante asfáltico; entre outros fatores.

#### 2.4 Manutenção e restauração de pavimentos flexíveis

A identificação do tipo de defeito funcional ou estrutural é de fundamental importância para identificar o melhor procedimento a ser utilizado na conservação ou reabilitação da serventia do pavimento.

O estado do pavimento em um determinado período da sua vida de projeto pode ser descrito por meio de diversos indicadores, que são divididos em dois grupos principais: as características funcionais e estruturais.

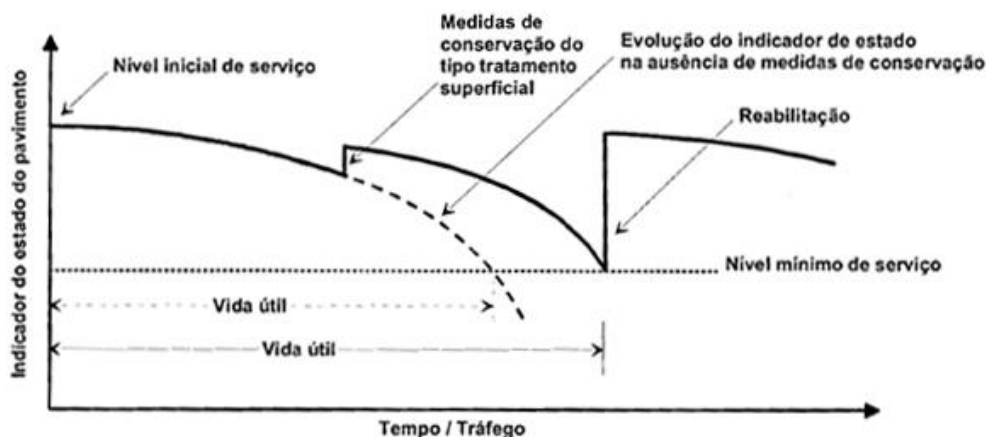
As características funcionais se referem diretamente às condições de circulação dos veículos, como por exemplo a regularidade geométrica longitudinal e transversal da superfície, a aderência pneu-pavimento e a capacidade de drenagem das águas superficiais. Dessa forma, as características funcionais compreendem principalmente às características da superfície da camada de rolamento. As características estruturais, por sua vez, correspondem à capacidade do pavimento de suportar a ação do tráfego (BATISTA, 2004).

A manutenção de pavimentos tem o objetivo de atuar na superfície do pavimento de forma a melhorar as características funcionais desse, ou tratar defeitos pontuais. Esse tipo de intervenção não é capaz de aumentar a capacidade de carga do pavimento. Quando executadas nas fases iniciais dos defeitos, as atividades de manutenção resultam na melhor utilização dos recursos financeiros disponíveis, pois reduzem a necessidade de uma restauração dispendiosa

A reabilitação de pavimentos, por sua vez, é executada quando se tem o objetivo de recuperar a capacidade estrutural deste, bem como aumentar sua vida útil, preparando-o para um novo ciclo de solicitações (Figura 6). A aplicação de um reforço com características idênticas, enquanto material, às da camada de rolamento existente é uma das intervenções mais frequentes na reabilitação de pavimentos (PACIÊNCIA, 2018).

A infraestrutura rodoviária, se conservada nas condições em que foi construída, teria uma vida útil elevada. Porém, a manutenção serve para que a rodovia desempenhe de maneira satisfatória o seu papel ao longo do período para o qual foi projetada (DNIT, 2006).

Figura 6 – Evolução do estado de um pavimento ao longo do tempo



Fonte: Batista (2004)



Devido ao escopo deste trabalho, maior atenção será dada às técnicas de manutenção dos pavimentos flexíveis. O Quadro 1 apresenta alguns os tipos de técnicas de manutenção mais utilizados e os tipos de degradação para os quais são indicadas. Algumas dessas técnicas serão descritas em maiores detalhes nos tópicos a seguir.

Quadro 1 – Medidas de manutenção para diversos tipos de degradações funcionais

Degradação	Técnica				
	Fresagem/ escarificação	Reparações pontuais	Selagem	Tratamentos superficiais	Reperfilagem
Ondulações locais	XX	X			XX
Superfície ondulada	XX				XX
Depressões		XX	O	O	
Deformações	O	XX			
Ressaltos	X	O		O	XX
Trincas tipo couro de jacaré		X	O	XX	XX
Trincas em malha larga		X	X	X	XX
Trincas longitudinais no eixo		O	XX	O	O
Trincas nas trilhas de roda		O	X	X	X
Trincas no bordo da via		O	X	X	O
Trincas em dente de serra		O	X	O	X
Trincas de retração		X	O	O	X
Trincas de reflexão		O	X	O	X
Trincas em curva		O		O	O
Desprendimento de agregados		O		X	XX
Desagregação		X	O	XX	XX
Exsudação	X			O	X
Zonas de acumulação de água					X
Zonas com umidade		O	O	O	

Notas: O – Técnica pouco corrente; X - Técnica utilizada apenas em determinadas classes de estradas; XX – Técnica de uso geral.

Fonte: Adaptado de Paciência (2018)

### 2.4.1 Selagem de trincas

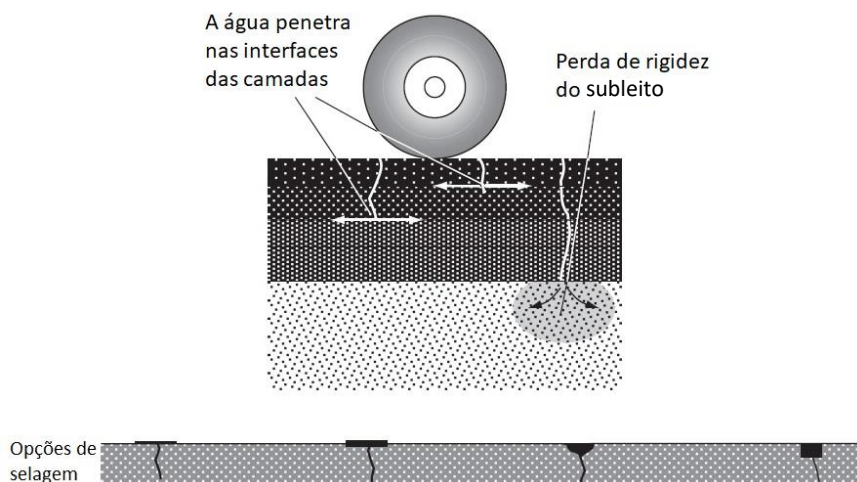
Quando trincas começam a surgir na camada de revestimento, a água superficial pode penetrá-lo e atingir a interface entre as camadas na estrutura do pavimento asfáltico, as regiões com maiores vazios na base e assim progressivamente, até o subleito. Isso resulta no aumento das deflexões e ainda na aceleração da deterioração da superfície do pavimento (THOM, 2008).

A selagem de trincas em pavimentos asfálticos é um procedimento de manutenção comumente utilizado na camada de revestimento para evitar a infiltração de material particulado incompressível e de água superficial para as camadas subjacentes, ajudando a manter a capacidade estrutural do pavimento e reduzindo a sua deterioração. Portanto, esse procedimento pode aumentar substancialmente a vida útil do pavimento (PEDRAZZI, 2004).

A selagem de trincas consiste na aplicação de materiais como ligantes asfálticos, asfaltos diluídos, emulsões, selantes especiais ou um ligante asfáltico + fíler para enchimento de trincas e fissuras na camada de revestimento. Essa pode ser feita pela aplicação direta destes materiais nas superfícies trincadas sem nenhum tratamento prévio, exceto a limpeza da superfície. Porém, o processo de aplicação do material selante pode ser também precedido de leve escarificação da superfície ao redor da trinca ou corte de um canal ao longo dela (DNIT, 2006; THOM, 2008).

A Figura 7 ilustra o potencial de dano caso a selagem das trincas não seja executada no momento certo do estado de serventia de pavimentos flexíveis fissurados ou trincados. Essa figura também ilustra, conceitualmente, as diferentes abordagens adotadas na selagem de trincas.

Figura 7 – Progressão das trincas e ilustração conceitual da selagem de trincas



Fonte: Adaptado de Thom (2008)

#### 2.4.2 Tratamento de superfície com agentes rejuvenescedores

Um programa bem planejado de manutenção preventiva de pavimentos asfálticos deve levar em consideração o processo de envelhecimento causado pela alteração do balanço químico do ligante asfáltico ao longo de sua vida útil (BROWNRIDGE, 2010).

Os agentes rejuvenescedores são materiais constituídos por hidrocarbonetos especialmente refinados para possuir em sua composição química uma alta fração de maltenos e saturados, os quais são perdidos durante o envelhecimento do asfalto. Dessa forma, esse material tende a readquirir as propriedades de um produto novo quando agentes rejuvenescedores são aplicados no revestimento asfáltico (DNIT, 2006). Os rejuvenescedores à base de óleo de xisto e à base de alcatrão são os principais produtos disponíveis atualmente no mercado para esta finalidade (SILVA e FARIAS, 2018). Tabaković *et al.* (2016) indicam que alguns rejuvenescedores comercialmente disponíveis incluem: Modeseal R20, Reclamite, Paxole 1009, Cyclepave e ACF Iterlene 1000.

Para restaurar as propriedades do asfalto envelhecido, agentes rejuvenescedores são utilizados com sucesso por meio da aplicação direta na superfície do pavimento, via pulverização. Essa técnica tem se mostrado um método simples de tratamento de superfície para redução do envelhecimento do ligante asfáltico, e por isso tem ganhado atenção há alguns anos (LIN *et al.*, 2012). Estudos anteriores (BROWNRIDGE, 2010; CHIU e LEE, 2006) apontaram a eficiência desse procedimento para reduzir a viscosidade do ligante envelhecido na superfície da camada de revestimento tratada, bem como reduzir a desagregação de partículas, o que leva à melhoria da funcionalidade do pavimento e estende a vida útil deste.

No entanto, existem algumas limitações quanto à aplicação de agentes rejuvenescedores na superfície da camada de revestimento. Uma delas é que o agente rejuvenescedor não é capaz de penetrar em mais de 20mm na camada tratada (SHEN *et al.*, 2007). Essa penetração é ainda mais reduzida em misturas asfálticas densas, por apresentarem baixo volume de vazios. Uma vez que a infiltração do rejuvenescedor não é eficiente, essas substâncias podem escoar para o solo e corpos hídricos próximos. Ademais, o atrito pneu-pavimento pode ser consideravelmente reduzido e tornar a superfície escorregadia, principalmente em clima úmido, fazendo com que seja necessário interromper o tráfego de veículos (SU e SCHLANGEN, 2012).

## 2.5 Óleos vegetais como agentes rejuvenescedores de materiais asfálticos

A demanda por agentes rejuvenescedores tem crescido na indústria da pavimentação asfáltica, seja para aplicação em misturas asfálticas recicladas (*Reclaimed Asphalt Pavement – RAP*), como na aplicação direta sobre um pavimento asfáltico executado, conforme descrito no Tópico 2.4.2. Essas técnicas reduzem a necessidade de novos materiais e diminuem o consumo energético relacionados à construção de novos pavimentos.

De forma geral, rejuvenescedores devem ser substâncias altamente aromáticas, cuja composição seja tal que aumente o poder peptizador da fração maltenos do ligante asfáltico. Normalmente, rejuvenescedores de ligantes asfálticos tradicionais apresentam uma grande quantidade de óleos combustíveis pesados para suprir as frações leves do ligante asfáltico perdidas durante o envelhecimento deste. Todavia, esses rejuvenescedores volatilizam facilmente à altas temperaturas (JI *et al.*, 2017). Ademais, devido à busca por materiais de fontes renováveis, têm-se investigado a substituição dos agentes rejuvenescedores tradicionais por materiais de origem vegetal e resíduos (ZARGAR *et al.*, 2012).

De acordo com Portugal *et al.* (2017), os óleos vegetais são ricos em ácidos graxos não saturados e apresentam resistência à altas temperaturas. Portanto, em razão dos mecanismos de envelhecimento e rejuvenescimento do ligante asfáltico, eles podem ser utilizados para a recuperação de ligantes asfálticos envelhecidos.

Ji *et al.* (2017) investigaram a adição de óleo de soja e de milho para recuperar as propriedades reológicas de um ligante asfáltico envelhecido, extraído de RAP. Os autores concluíram que essa adição é capaz de reduzir a rigidez e aumentar a plasticidade do ligante envelhecido, tal qual um rejuvenescedor convencional à base de óleo combustível.

O amplo uso de óleos vegetais na produção de alimentos, seja doméstica, comercial ou industrial, cria desafios para um descarte ecologicamente correto destes. Este resíduo, chamado de óleo de cozinha residual, apresenta alto potencial poluidor, visto que sua decomposição libera gás metano, além de que o descarte incorreto do óleo, junto às redes de esgoto, pode poluir corpos hídricos e o solo. Isto posto, o uso do óleo de cozinha residual como agente rejuvenescedor de materiais asfálticos pode ser uma alternativa de reutilização sustentável.

Alguns autores (ASLI *et al.*, 2012; AZAGAR *et al.*, 2016; ZARGAR *et al.*, 2012) investigaram o efeito da adição de óleo de cozinha residual sobre o desempenho de um ligante asfáltico envelhecido. De forma geral, esses estudos apontam que o óleo de cozinha residual oferece propriedades antioxidantes ao ligante envelhecido, e que, em termos de propriedades

químicas, físicas e reológicas, o ligante asfáltico rejuvenescido não apresentou diferenças em relação ao seu equivalente novo.

## 2.6 Microencapsulação

A microencapsulação foi definida por Todd (1970) como uma técnica que consiste no revestimento de materiais sólidos, líquidos ou gasosos por uma fina camada polimérica, originando uma micropartícula. Arshady (1993) descreveu as micropartículas como embalagens pequenas, compostas por um polímero como material de parede e um material ativo chamado núcleo.

Em termos de estrutura, as micropartículas podem ser subdivididas em dois tipos: as microcápsulas e as microesferas. As microcápsulas são caracterizadas por possuir um núcleo diferenciado, podendo ser líquido ou sólido, onde a substância ativa é isolada por uma membrana que geralmente é polimérica. Nas microesferas, a substância ativa se encontra homogeneamente dispersa no interior da matriz polimérica (SPARKS, 1981).

As indústrias de alimentos, farmacêutica e química utilizam essa tecnologia com a finalidade de proteger o material encapsulado das condições do meio circundante, sem alterar sua eficiência reativa, estabilizando e aumentando sua vida útil, e permitindo sua liberação em local e quantidade propícia para atender às mais diversas necessidades desses segmentos. A liberação do material encapsulado pode ser obtida por mecanismos como ruptura mecânica, ação da temperatura, pH, solubilidade no meio, difusão e biodegradação (ARANHA, 2015).

O conceito da microencapsulação baseia-se no modelo celular, no qual o citoplasma encontra-se envolvido por uma membrana semipermeável, que atua protegendo-o contra agentes do meio externo, como também permite liberação controlada de substâncias a partir de um determinado estímulo (JIZOMOTO *et al.*, 1993).

A escolha do método de microencapsulação mais adequado depende do tipo do material ativo, da aplicação e do mecanismo de liberação desejado para a sua ação. Algumas técnicas utilizadas para a encapsulação de ativos incluem a coacervação simples ou complexa, gelificação ionotrópica, separação por fase orgânica, *spray drying*, polimerização interfacial e polimerização *in-situ* (JYOTHI, 2010).

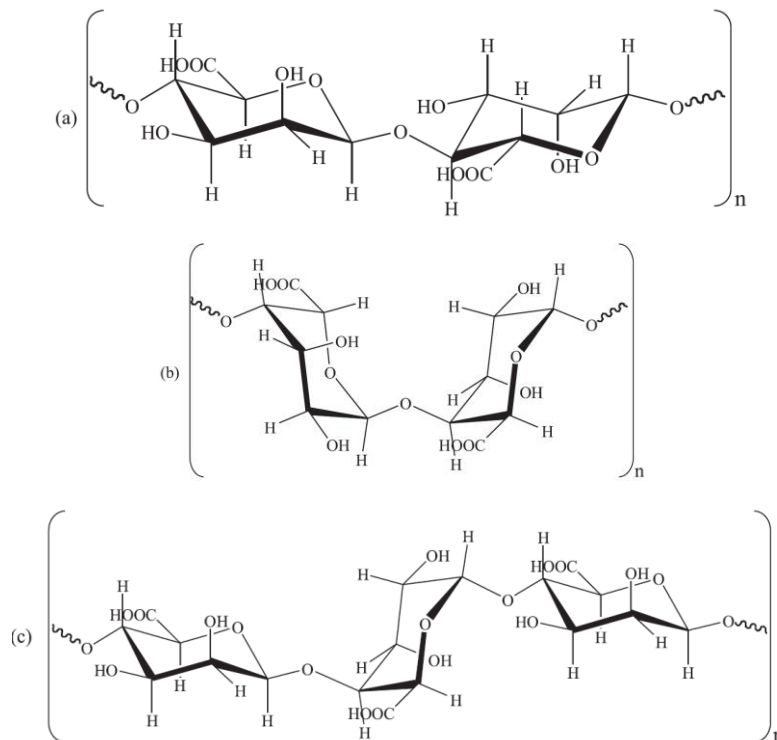
### 2.6.1 Gelificação ionotrópica de alginato na presença de cálcio

Gelificação ionotrópica é uma técnica utilizada para obtenção de microesferas chamadas grânulos de hidrogel. Polissacarídeos aniônicos, como a pectina, alginato, goma carragena e goma gelana são amplamente utilizados para essa técnica. A principal funcionalidade dos polissacarídeos é a possibilidade de formarem ligações cruzadas com íons divalentes e polivalentes, como o  $\text{Ca}^{2+}$ . As interações desses íons com os grupos carboxilato dos polissacarídeos resultam na formação de géis insolúveis, os quais possuem uma estrutura tridimensional rígida (AL-KASSAS *et al.*, 2007). Aranha (2015) destaca que a gelificação ionotrópica é um procedimento de simples execução, que não demanda temperaturas ou pH extremos, nem o uso de solventes orgânicos.

Os grânulos de hidrogel podem ser preparados por extrusão e atomização. Na extrusão, a emulsão com o material de parede e o material a ser encapsulado é gotejada na solução iônica, através do orifício de um tubo fino ou seringa, para formar microgotas cujo tamanho dependerá do diâmetro do orifício e velocidade de saída do material. Na atomização, ar comprimido é misturado à emulsão a ser encapsulada, pressionando a passagem da solução por um orifício de tamanho controlado (PATIL *et al.*, 2010).

Os alginatos, sais do ácido algínico, são polissacarídeos encontrados na matriz intercelular de algas marinhas marrons (da Classe *Phaeophyceae*) e recobrimo, extracelularmente, algumas espécies de bactérias. O alginato é comercialmente disponível na forma de sal de sódio do ácido algínico, referido como alginato de sódio, o qual é solúvel em água e funciona como agente estabilizador para emulsões do tipo óleo e água (VIEIRA, 2014). Esses polímeros possuem cadeias lineares e são constituídos por duas unidades monoméricas: o ácido  $\beta$ -D-manurônico (M) e o ácido  $\alpha$ -L-gulurônico (G). Essas unidades são unidas por ligações glicosídicas (1 $\rightarrow$ 4), podendo ser organizadas em cadeias homopoliméricas – sendo estas cadeias consecutivas de unidades M (Figura 8a) ou cadeias consecutivas de unidades G (Figura 8b); ou ainda cadeias heteropoliméricas, caracterizadas em uma alternância das unidades M e G (blocos MG) (Figura 8c).

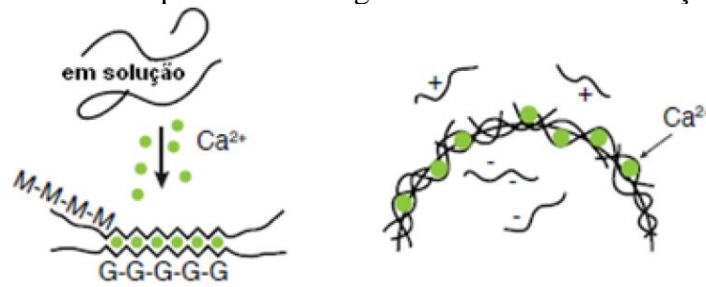
Figura 8 – Composição dos alginatos: a) cadeia de ácidos manurônicos; b) cadeia de ácidos gulurônicos; c) cadeia de ácidos manurônicos e gulurônicos alternados



Fonte: Kaeaguti e Sato (2008)

Os alginatos se comportam como bobinas flexíveis quando em solução aquosa. Porém, quando interagem com cátions divalentes, tais como os íons  $\text{Ca}^{2+}$ , suas estruturas lineares dão lugar a estruturas ordenadas e tridimensionais, o que caracteriza a gelificação ionotrópica (PEDROSA, 2013). Para o alginato de sódio, os íons de sódio, produzidos na dissociação do sistema, migram através da membrana para a solução de eletrólitos e os íons de cálcio ocupam seus espaços, favorecendo a formação do gel (Figura 9). A formação da rede de gel do alginato em presença dos íons cálcio é descrita em termos do modelo “caixa de ovos”, do termo em inglês *egg-box* (GRANT *et al.*, 1973). Um fato importante sobre este procedimento é que as condições de formação do gel não são agressivas para o agente a ser encapsulado.

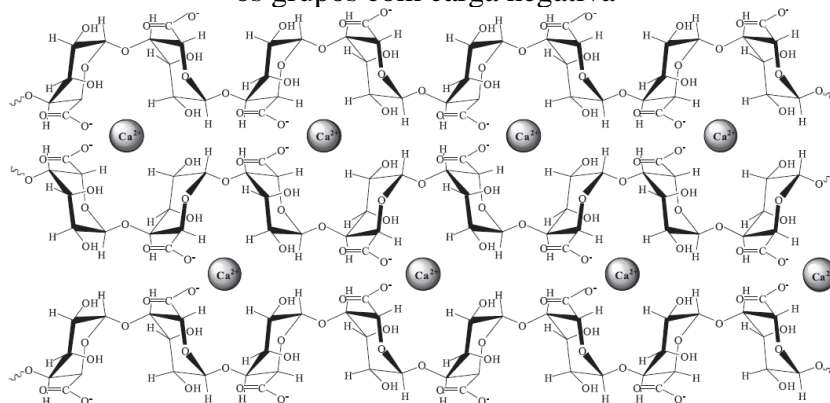
Figura 9 – Formação das micropartículas de alginato de sódio via interação com íons de cálcio



Fonte: Adaptado de Maciel (2013)

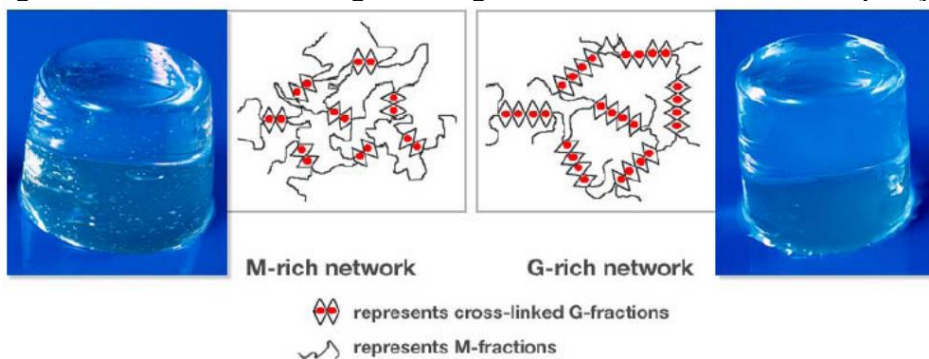
As cadeias homopoliméricas são as responsáveis pela reticulação com os íons divalentes (Figura 10), mas são as cadeias de unidades G que atribuem estabilidade à estrutura. Em geral, géis com elevado teor de unidades G são géis estáveis, com permeabilidade elevada, enquanto que o aumento da quantidade de unidades M torna os géis mais macios, com poros de menor tamanho (Figura 11) (KAWAGUTI e SATO, 2008).

Figura 10 – Ligação entre as cadeias homopoliméricas por meio dos íons cálcio situados entre os grupos com carga negativa



Fonte: Kawaguti e Sato (2008)

Figura 11 – Resistência dos géis de alginato de acordo com sua composição



Fonte: Bressel (2007)



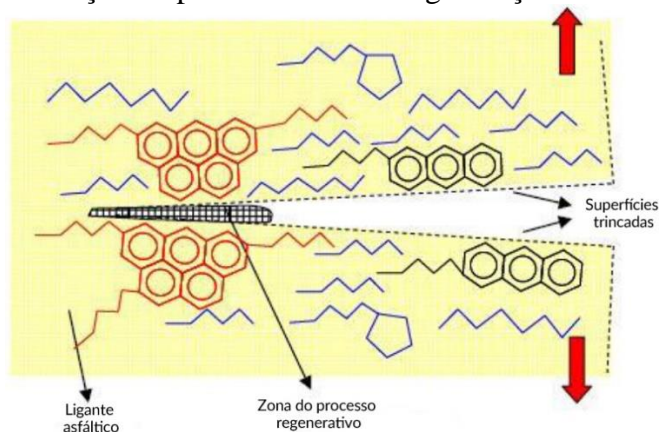
O alginato é utilizado para encapsular uma série de substâncias, a fim de controlar suas liberações. Diversos fármacos convencionais são encapsulados utilizando o alginato. Além disso, o alginato tem sido usado para encapsular uma variedade de materiais biológicos, como enzimas e células, e também antifúngicos e inseticidas (PAULA *et al.*, 2010).

## 2.7 O fenômeno de autorregeneração (*self-healing*) de materiais asfálticos

Em 1967, Bazin e Saunier relataram pela primeira vez um fenômeno de recuperação de rigidez, de resistência e a extensão da vida de fadiga de misturas asfálticas quando incluíram períodos de descanso em um ensaio de fadiga. Desde então, este fenômeno, conhecido pelo termo em inglês “*self-healing*”, tem sido um tópico de interesse de pesquisas na área da pavimentação asfáltica (XU *et al.*, 2018).

O *self-healing* se refere à capacidade intrínseca do material de reduzir as trincas que surgem em seu corpo e, conseqüentemente, recuperar parcialmente ou até totalmente suas propriedades originais (SHEN e CARPENTER, 2007) (Figura 12). Em geral, consideram-se materiais com capacidade regenerativa os polímeros, metais, cerâmica, vidro, concreto e o asfalto. Todavia, poucos materiais têm a habilidade de se regenerar como uma propriedade inerente, que é o caso de materiais asfálticos. Qiu (2012) aponta que a propriedade autorregenerativa de misturas asfálticas se deve à natureza de composto do ligante asfáltico e de suas propriedades viscosas, tornando-o capaz de fluir e remisturar suas moléculas. Além disso, o autor aponta que esse é um processo complexo pois depende de várias condições internas e externas às misturas, como temperatura, tempo, viscosidade do ligante asfáltico e confinamento.

Figura 12 – Ilustração do processo de autorregeneração no material asfáltico



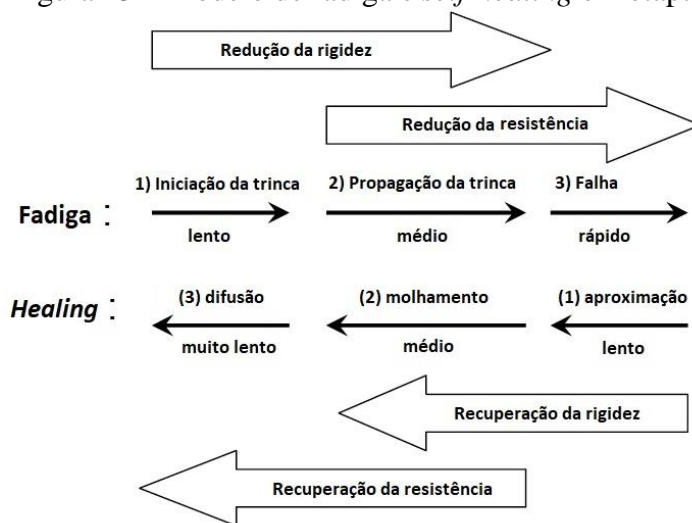
Fonte: Adaptado de Al-Mansoori (2018)

O *self-healing* em pavimentos asfálticos limita-se ao reparo de microtrincas, pois trincas de maior escala necessitam de agentes externos para serem fechadas. Além disso, o *healing* não é capaz de recuperar o dano devido a deformações permanentes (MENOZZI *et al.*, 2015).

O fenômeno de *self-healing* acontece naturalmente de forma mais acentuada em climas quentes e durante o verão em regiões de clima frio. Além disso, esse fenômeno também é favorecido pelos períodos de descanso aos quais o pavimento é submetido (GARCÍA, 2012).

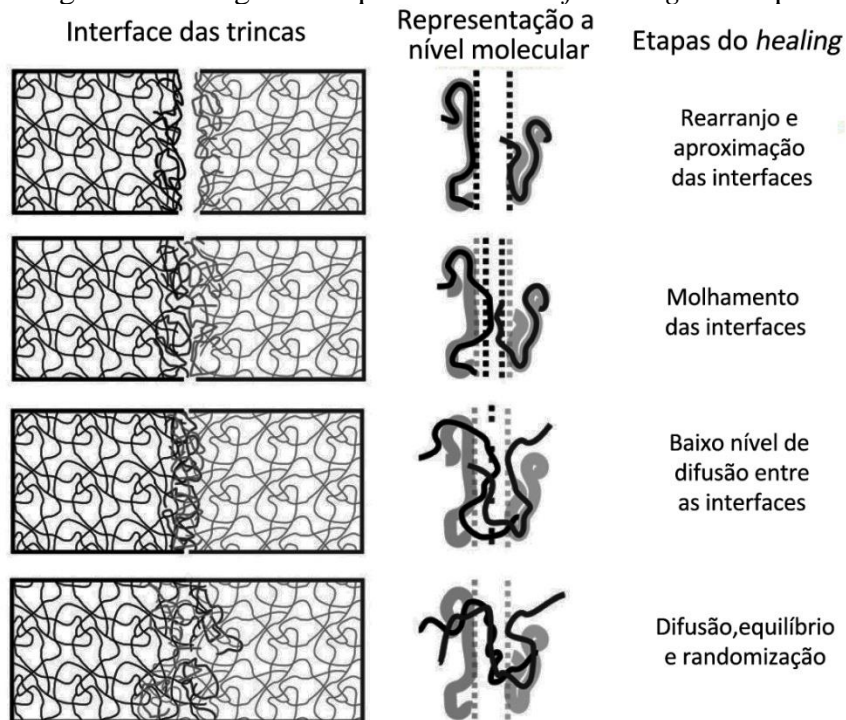
De acordo com Phillips (1998) durante a vida de serviço do pavimento asfáltico há uma “competição” entre a fadiga e o *healing*. A Figura 13 ilustra esse mecanismo. Assim como a fadiga pode ser caracterizada por três processos (início e propagação das trincas e falha do material), o *healing* em materiais asfálticos também pode ser descrito em três etapas: (1) aproximação das interfaces devido à consolidação de tensões e fluxo no ligante asfáltico; (2) fechamento das trincas devido ao molhamento (*wetting*), isto é, a adesão das interfaces das trincas, unidas pela energia de superfície livre e (3) a recuperação das propriedades mecânicas devido à difusão e randomização da estrutura dos asfaltenos (Figura 14). Bhasin *et al.* (2008) afirmam que o processo de molhamento é muito dependente da energia superficial livre: ligantes asfálticos com muita energia superficial livre podem ter fortes forças intermoleculares de interação na interface das trincas, e irá, portanto, umedecê-las mais rapidamente. A habilidade de difusão é relacionada à mobilidade das moléculas: as que possuem mais mobilidade são, normalmente, aquelas de ligantes asfálticos com cadeias longas e poucas ramificações.

Figura 13 – Modelo de fadiga e *self-healing* em etapas



Fonte: Adaptado de Qiu (2012)

Figura 14 – Diagrama esquemático do *self-healing* em etapas



Fonte: Adaptado de Wu *et al.* (2008)

Um outro ponto a evidenciar é que existem diferenças entre o *healing* e as respostas viscoelásticas na recuperação das propriedades de materiais asfálticos durante os períodos de descanso. O *healing* é relativo à recuperação das propriedades iniciais do material via molhamento e difusão das moléculas; ocorre mesmo durante o acúmulo de dano devido aos carregamentos e não apenas nos períodos de descanso entre as aplicações; e é relacionado à recuperação de danos estruturais (microtrincas) – ou seja, tem início a partir da abertura de fissuras. As respostas viscoelásticas (a exemplo a tixotropia), por sua vez, referem-se principalmente à tendência de redução da viscosidade do ligante que ocorre durante a aplicação de carregamentos e ao retorno ao estado original quando o carregamento é removido. Essa resposta não-newtoniana ao carregamento é atribuída à reestruturação das ligações intra e intermoleculares do ligante asfáltico, as quais são associados à natureza coloidal deste material. Assim, as respostas viscoelásticas não contribuem efetivamente para o aumento da vida útil de pavimentos flexíveis (AYAR *et al.*, 2016). Porém, têm grande influência nas propriedades mecânicas e reológicas de materiais asfálticos durante ensaios de fadiga e de medição do *self-healing*. Por isso, alguns trabalhos (a exemplo de Pérez-Jiménez *et al.*, 2012; Mazzoni *et al.*, 2016) foram conduzidos de forma a subtrair o efeito das respostas viscoelásticas da capacidade

autorregenerativa. Mesmo assim, ainda existe a necessidade de se distinguir com mais clareza a contribuição desses fenômenos na recuperação das propriedades de materiais asfálticos (SUN *et al.*, 2018).

Diferenças observadas entre a vida útil prevista em laboratório para a vida útil em campo de pavimentos flexíveis pode ser, ao menos em parte, relacionadas a efeitos positivos que podem ocorrer durante os períodos de descanso entre as sucessivas aplicações de cargas dos eixos do tráfego. A não consideração do *healing* no projeto do pavimento pode resultar em uma predição de vida útil mais curta. Para isso, “*shift factors*” entre da vida útil prevista em laboratório da vida útil real em campo são utilizados no método mecanístico de dimensionamento de pavimentos, sendo estes usados principalmente por conta da capacidade autorregenerativa da mistura asfáltica. Todavia, os *shift factors* devido ao *healing* ainda são pouco precisos, uma vez que são difíceis de serem previstos de forma acurada, carecendo de estudos mais aprofundados (SUN *et al.*, 2018).

### 2.7.1 Mensuração do *self-healing*

Para medir a capacidade autorregenerativa dos materiais asfálticos – como o ligante asfáltico, o masticque asfáltico e a mistura asfáltica – diversos métodos foram desenvolvidos, em laboratório e em campo, nas escalas micro, meso e macro, além de métodos de simulação computacional, como será descrito a seguir (AYAR *et al.*, 2016).

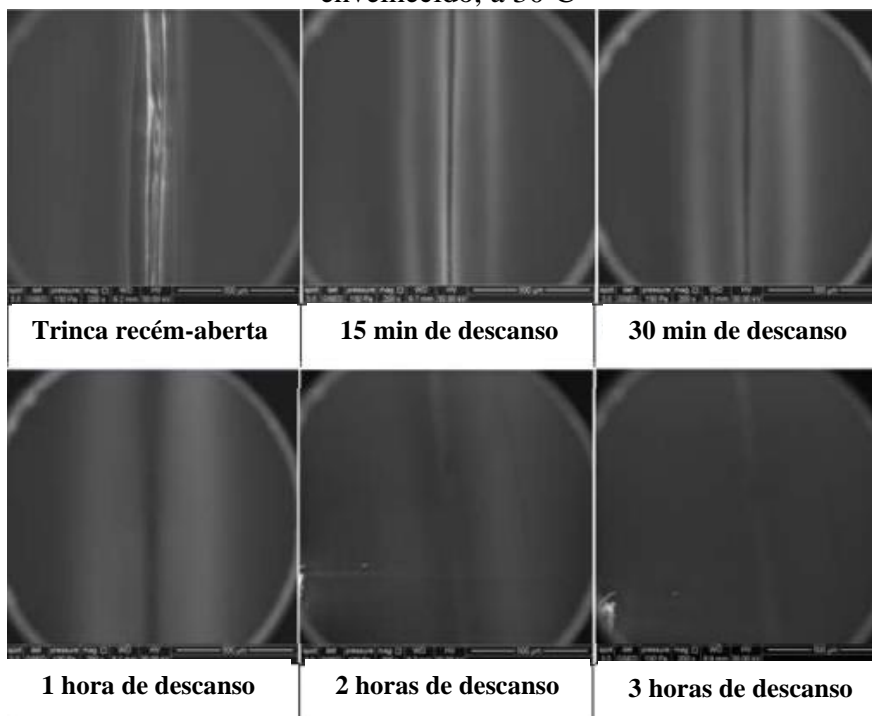
A principal abordagem dessas caracterizações consiste em comparar a resposta do material (por exemplo, recuperação mecânica ou uma resposta físico-química) sob diversas condições de carga e de dano, com e sem tempo de descanso e a diferentes temperaturas (SUN *et al.*, 2018).

No entanto, ainda não existem métodos de teste e critérios universais para quantificar a capacidade autorregenerativa em materiais asfálticos, uma vez que os mecanismos do *healing* e dos danos ainda não estão claros. Portanto, diferentes literaturas apontam diferentes métodos e resultados de avaliação da capacidade autorregenerativa, e até mesmo alguns resultados conflitantes para um mesmo material (AYAR *et al.*, 2016).

Métodos microescalares incluem a microscopia eletrônica de varredura (MEV) e a microscopia de força atômica (MFA), mas não estão limitados estes. A MEV é usada para observar os estágios do *healing* em nano-escala por imagens, enquanto o MFA é usado para medir as forças adesivas e coesivas no material (QUI, 2012). A Figura 15 de Lu (2013), obtida

por MEV, apresenta visualmente o *healing* de uma trinca induzida em uma amostra de ligante asfáltico PG64-28 envelhecido, após diferentes períodos de descanso.

Figura 15 – Processo de healing de uma microtrinca em um ligante asfáltico PG 64-28 envelhecido, a 30°C

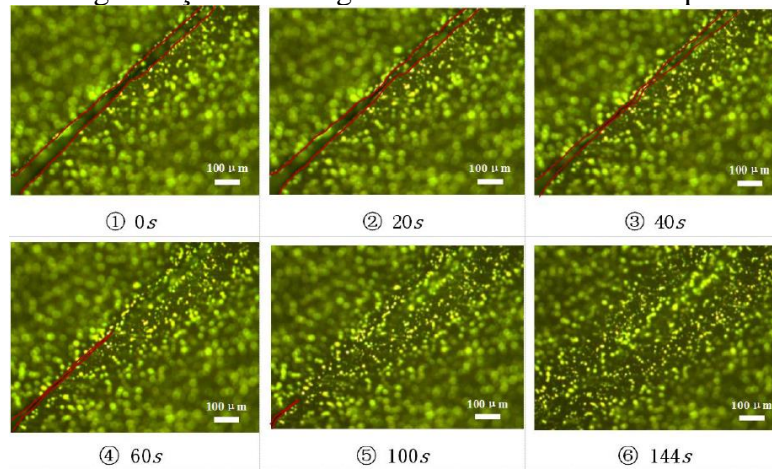


Fonte: Adaptado de Lu (2013)

Apesar de que o *healing* é baseado na difusão molecular, o efeito desse fenômeno também pode ser observado em mesoescala. Métodos típicos em mesoescala incluem a microscopia de fluorescência e a tomografia computadorizada (AYAR *et al.*, 2016).

Sun *et al.* (2017) observaram a autorregeneração de trincas via microscopia de fluorescência e apontaram um índice de autorregeneração baseado na mudança da área da trinca por processamento de imagem. O processo de *healing* em uma amostra de ligante asfáltico modificado por SBS é mostrado na Figura 16.

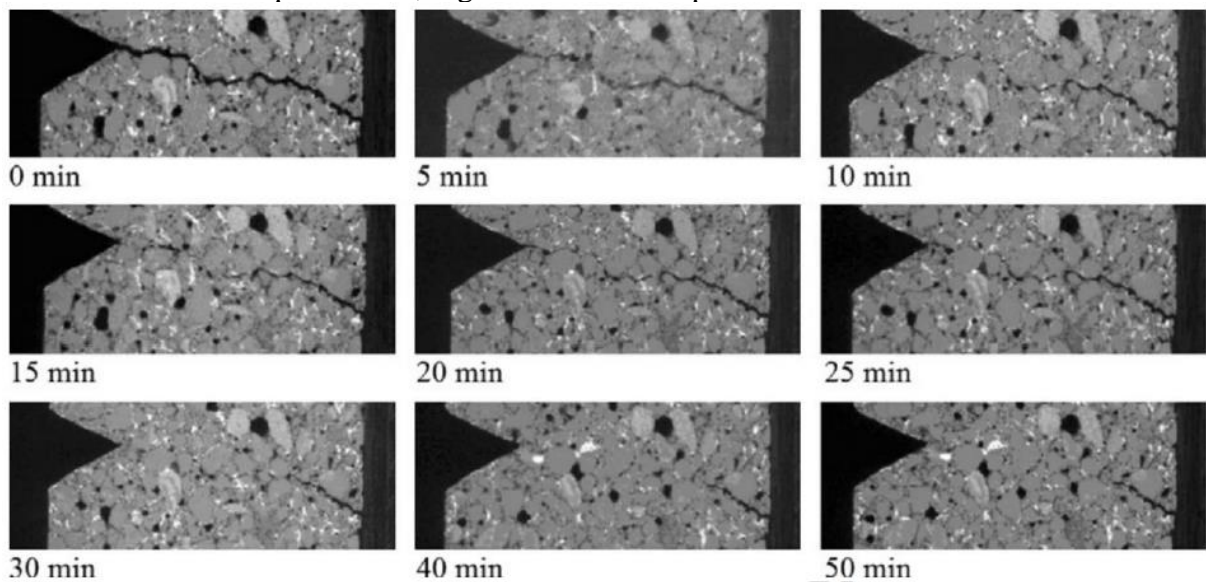
Figura 16 – Imagens obtidas por microscopia de fluorescência do processo de autorregeneração de um ligante asfáltico modificado por SBS



Fonte: Sun *et al.* (2017)

García *et al.* (2011) registraram o processo de autorregeneração de amostras de mastiche asfáltico por meio de tomografia computadorizada. A Figura 17 mostra o processo de fechamento de uma trinca com inicialmente 200 μm, cuja amostra foi aquecida à 70°C.

Figura 17 – Tomografia computadorizada de uma amostra de mastiche asfáltico após aquecimento, seguido de diversos períodos de descanso



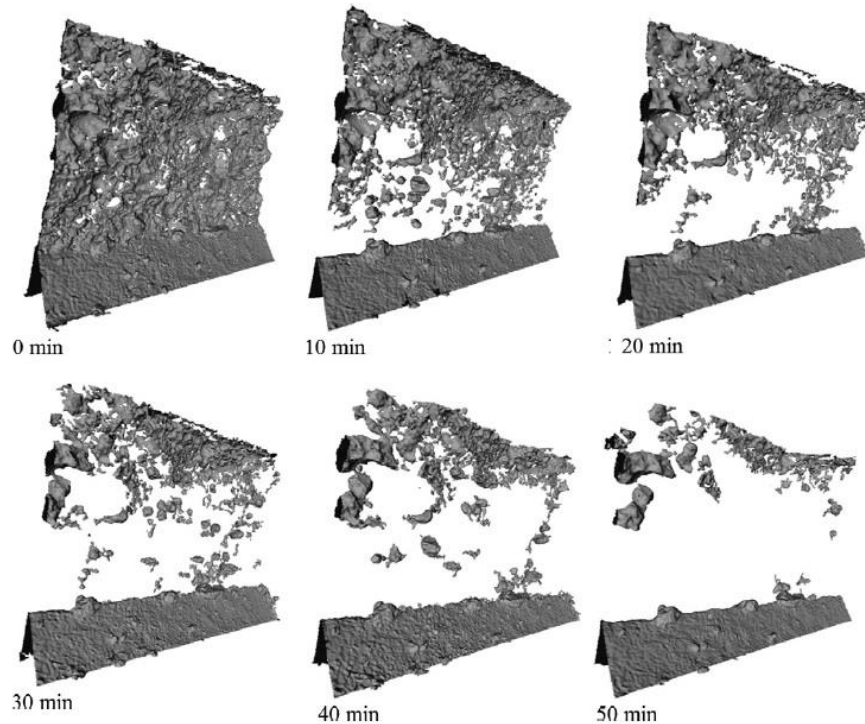
Fonte: García *et al.* (2011)

A tomografia computadorizada também já foi utilizada para observar a mudança nos vazios de misturas asfálticas durante a autorregeneração. A Figura 18 ilustra uma reconstrução em 3D do fechamento de uma trinca em uma amostra de mistura asfáltica que foi aquecida a



70°C, obtida por Menozzi *et al.* (2015). O método de análise do *healing* por tomografia computadorizada oferece a vantagem de permitir a observação deste dinamicamente.

Figura 18 – Reconstrução em 3D dos vazios de uma trinca em uma amostra de mistura asfáltica



Fonte: Adaptado de García (2012)

Sun *et al.* (2018) destacam que a análise adequada do *healing* pelos métodos supracitados requerem conhecimento abrangente de matemática, estatística e processamento de imagem.

Os métodos em macroescala são os mais utilizados para medir o *healing*, principalmente os que medem o reflexo desse fenômeno sobre as propriedades mecânicas dos materiais asfálticos. Esses métodos podem ser divididos em ensaios de fadiga, ensaios de fratura e em medições em campo. O Quadro 2 lista os principais procedimentos para medir o *healing*, agrupados de acordo com o material asfáltico nos quais foram executados. Nele também consta algumas pesquisas que fizeram uso de tais métodos.

Quadro 2 – Métodos de caracterização em macroescala do *self-healing* em materiais asfálticos

Método		Ligante asfáltico e masticque asfáltico	Misturas asfálticas	Pavimento asfáltico
Testes baseados em fadiga	Intermitente	<i>Dynamic Shear Rheometer</i> – DSR (VAN DEN BERGH <i>et al.</i> , 2009); Análise Mecânica Dinâmica (KIM <i>et al.</i> , 2002)	Flexão em dois pontos – 2PB; Flexão em três pontos – 3PB (CASTRO <i>et al.</i> , 2006); Flexão em quatro pontos – 4PB (CARPENTER e SHEN, 2007); Tração por compressão diametral (GRANT, 2001);	-
	Interrompido	DSR (SHAN <i>et al.</i> , 2010)	2PB (POULIKAKOS <i>et al.</i> , 2015); 3PB (GARCÍA <i>et al.</i> , 2020); 4PB (LIU <i>et al.</i> , 2017) Tração por compressão diametral	-
Testes baseados em fratura		DSR (BHASIN <i>et al.</i> , 2008), Análise Mecânica Dinâmica	Tração por compressão diametral (PACIÊNCIA, 2018); Teste de tração uniaxial ; Testes de flexão – (QIU, 2012; AL-MANSOORI, 2018; LIU <i>et al.</i> , 2013)	-
Em campo		-	-	<i>Falling Weight Deflectometer</i> (GROENENDIJK, 1998); Análise espectral de ondas de superfície (WILLIAMS <i>et al.</i> , 2001)

Fonte: Adaptado de Sun *et al.* (2018)

Os ensaios para medir o *healing* por meio de fadiga são conduzidos em duas condições de carregamento distintas: intermitente ou interrompida. Durante o ensaio com carregamento intermitente (pulso-descanso), cada ciclo de carregamento é seguido por um período de descanso. Nos ensaios de *healing* por meio de fadiga com condição de carregamento interrompido, as amostras são submetidas ao ensaio de fadiga convencional durante certo tempo



e em seguida são deixadas descansar por um período no qual as amostras são armazenadas em determinadas condições específicas. Nesses testes, normalmente, varia-se os períodos de descanso e o nível de dano causado na amostra. Após o período de descanso, submete-se a amostra novamente ao ensaio convencional de fadiga para verificar a resposta do material (AYAR *et al.*, 2016).

Métodos de medição do *healing* baseados na fratura das amostras são conduzidos para avaliar a resposta autorregenerativa de duas superfícies fraturadas. Estes consistem em romper a amostra do material asfáltico, deixar as faces em contato por períodos de descanso, e por fim repetir o ensaio que causou inicialmente o rompimento (QIU, 2012).

Os estudos com medida do *healing* em campo são limitados quando comparados às investigações em laboratório. Dentre estes métodos incluem-se a observação os resultados de FWD e análise espectral de ondas de superfície após a aplicação de cargas seguido de períodos de descanso no pavimento asfáltico (SUN *et al.*, 2018).

## **2.8 Métodos de intensificação da autorregeneração**

Embora a capacidade intrínseca de autorregeneração dos materiais asfálticos seja comprovada, esse fenômeno é limitado pelas condições de campo, pois nem sempre há temperaturas e períodos de descanso suficientes para que o *healing* possa compensar a deterioração natural da mistura asfáltica (QIU, 2012). Isto posto, pesquisas têm sido conduzidas com a finalidade de intensificar o *self-healing* natural das misturas asfálticas, como descrito a seguir. Xu *et al.* (2018) afirmam que tecnologias para esse fim apresentaram grandes avanços nos últimos 10 anos.

Com o objetivo de alterar condições externas e internas que favorecem o *self-healing* nas misturas asfálticas, como o aumento da temperatura e a menor viscosidade do ligante asfáltico, dois métodos recentes de intensificação da autorregeneração têm sido objeto de extensas pesquisas: o aquecimento por indução e a adição de agentes rejuvenescedores encapsulados.

### **2.8.1 Aquecimento por indução**

A temperatura é um dos fatores dominantes sobre o processo de autorregeneração de misturas asfálticas. Um aumento na temperatura na qual o material é condicionado, não só aumenta a taxa da autorregeneração, como também diminui o tempo requerido para regeneração

completa. Para aumentar a capacidade autorregenerativa das misturas asfálticas, uma abordagem de aquecimento por indução foi inicialmente desenvolvida na *Delft University of Technology*, Holanda. Pesquisas sobre este tema têm sido intensificadas pelo projeto HEALROAD, uma parceria entre a Universidade de Nottingham e Cantábria e outras instituições (XU *et al.*, 2018).

No método de aquecimento por indução, partículas eletricamente condutivas ou magneticamente susceptíveis são inseridas nos materiais asfálticos. García *et al.* (2009) apontaram as fibras de lã de aço como um dos materiais mais eficientes para tal. Durante esse procedimento, o material asfáltico é exposto a um campo magnético variável, que gera uma corrente elétrica induzida nas fibras condutoras. Pela Lei de Joule, as fibras aumentam de temperatura e o calor é difundido no material asfáltico (GARCÍA *et al.*, 2011). O mecanismo de *healing* por meio desse procedimento ocorre rapidamente uma vez que o ligante asfáltico se comporta com um fluido newtoniano a temperaturas acima do seu ponto de amolecimento. Quando a viscosidade do ligante aumenta, este tende a fluir para as trincas e preenche-las, seja pela gravidade, pela tensão superficial ou pela pressão gerada pela sua própria expansão térmica (GROSSEGER *et al.*, 2018). Em laboratório, utiliza-se a máquina de aquecimento por indução com bobina para gerar o campo magnético (Figura 19).

Figura 19 – Bobina geradora de aquecimento por indução



Fonte: García *et al.* (2011)

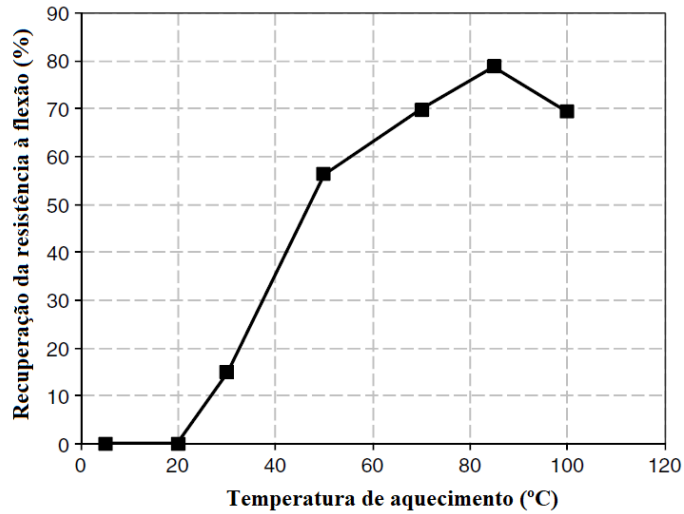
García *et al.* (2011) destacam que a técnica de aquecimento por indução não agrava o envelhecimento do ligante asfáltico visto que o tempo de aquecimento é muito curto. Dai *et al.*

(2013) verificaram que essa técnica pode ser repetida até seis vezes conforme o aparecimento das trincas.

Alguns parâmetros que são variados nos estudos sobre o aquecimento por indução são a porcentagem de adição de fibras, a frequência e potência da corrente elétrica, a temperatura do aquecimento, tipo de material asfáltico e o método de medição do *self-healing*. Alguns resultados de pesquisas recentes onde fibras de lã de aço foram adicionadas a misturas asfálticas são listados abaixo.

- A pesquisa de Liu *et al.* (2013) consistiu em incorporar uma mistura asfáltica de graduação aberta com 4% (em peso total da mistura) de fibras. As amostras de mistura asfáltica foram levadas à ruptura pelo ensaio de flexão em três pontos sobre fundação elástica e, em seguida, submetidas ao aquecimento sob a máquina de aquecimento por indução com bobina, até atingirem diversas temperaturas. Em sequência, as amostras foram submetidas novamente ao ensaio de ruptura. O nível de *healing* foi calculado por meio da razão entre a resistência à flexão inicial e após o ensaio. O resultado apresentado na Figura 20 demonstra que a resistência à flexão recuperada aumentou de 14,9% para 78,8% com o aumento da temperatura de aquecimento de 30°C para 85 °C. Porém, o aumento da temperatura para 100°C fez com que o *healing* reduzisse.

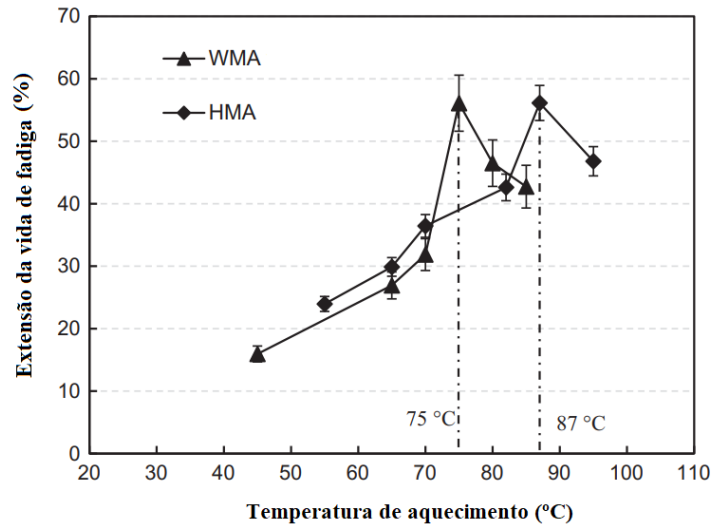
Figura 20 – Recuperação de resistência a diferentes temperaturas de aquecimento



Fonte: Adaptado de Liu *et al.* (2013)

- Liu *et al.* (2017) adicionaram 6% de fibras a uma mistura à quente densa (HMA) e a uma mistura morna (WMA). O ensaio de flexão em quatro pontos foi conduzido até que o módulo complexo das amostras reduzisse à metade do seu valor inicial. As amostras foram então submetidas ao sistema de aquecimento com potência de 7,9 kW e frequência de 123 kHz, até atingir temperaturas distintas. Por fim as amostras foram ensaiadas novamente até que o módulo complexo caísse ao mesmo valor do primeiro ensaio de fadiga. Os resultados (Figura 21) mostraram que ambas misturas apresentaram aumentos na vida de fadiga após o aquecimento, crescendo com o aumento da temperatura até atingir um pico de 56,17% e 56,09% à 75°C a 87°C para a WMA e a HMA, respectivamente.

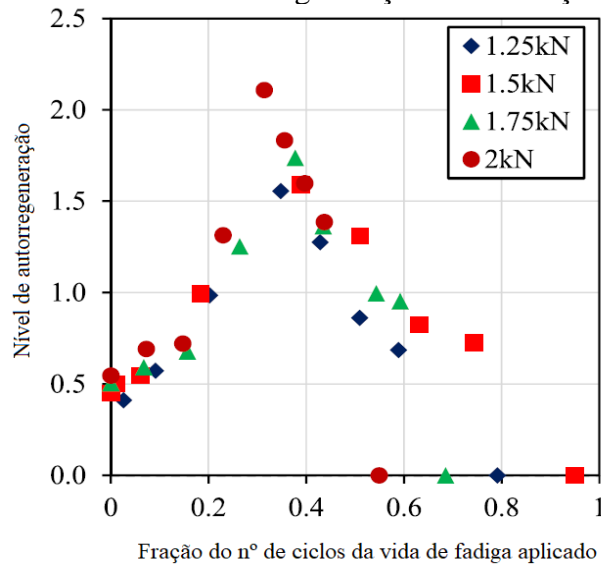
Figura 21 – Extensão da vida de fadiga em diferentes temperaturas



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

- *García et al.* (2020) adicionaram 1,1% (em peso total) de fibras a um concreto asfáltico de graduação aberta. O aquecimento foi gerado por uma bobina à potência de 2,8 kW e frequência de 348 kHz. A autorregeneração foi medida a partir do ensaio de fadiga na configuração da flexão de três pontos sobre fundação elástica. O objetivo do estudo foi, principalmente, determinar o nível de dano que o aquecimento seria capaz de recuperar com mais eficiência, mediante à aplicação de várias porcentagens da vida de fadiga total da mistura. Os autores verificaram que quando aplicaram o aquecimento por indução nas amostras que haviam sido submetidas a de 30% a 40% do nº de ciclos que geravam a fadiga da mistura, o nível de autorregeneração era máximo (Figura 22).

Figura 22 – Índice de autorregeneração *versus* fração do dano



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

Apesar do aquecimento por indução apresentar resultados positivos para a intensificação do *self-healing* de materiais asfálticos, Xu *et al.* (2018) e Al-Mansoori (2018) citam algumas desvantagens desse método. A adição das fibras condutoras aumenta, consideravelmente, o custo com materiais para produzir a mistura asfáltica; além disso, os dispositivos para indução de calor em campo são onerosos; outro ponto levantado é que o efeito de redução de viscosidade, momentânea, do ligante asfáltico durante o tratamento pode fazer com que seja necessário interromper o tráfego na via, eliminando uma das principais vantagens da produção de um sistema autorregenerativo intensificado para revestimentos asfálticos.

### 2.8.2 Agentes rejuvenescedores encapsulados

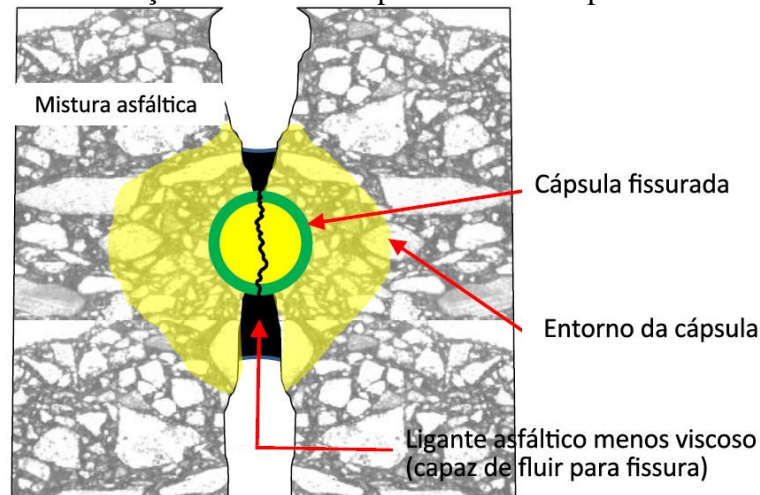
Os rejuvenescedores, quando aplicados na mistura asfáltica, têm a capacidade de repor as frações leves perdidas durante o envelhecimento do ligante asfáltico. Dessa forma, a capacidade autorregenerativa da mistura asfáltica é favorecida. No entanto, o método de aplicação por espalhamento do rejuvenescedor na superfície do pavimento apresenta limitações, conforme descrito no tópico 2.4.2. Um método de intensificação do *self-healing*, criado para superar as desvantagens supracitadas, é a adição de agentes rejuvenescedores encapsulados dentro da mistura asfáltica.

O conceito dos agentes rejuvenescedores encapsulados consiste em “aprisionar” o rejuvenescedor de forma que ele possa ser misturado à mistura asfáltica durante a usinagem.

Dessa forma, as cápsulas ficam distribuídas ao longo de toda profundidade da camada de revestimento asfáltico quando aplicada em campo (MICAELO *et al.*, 2016).

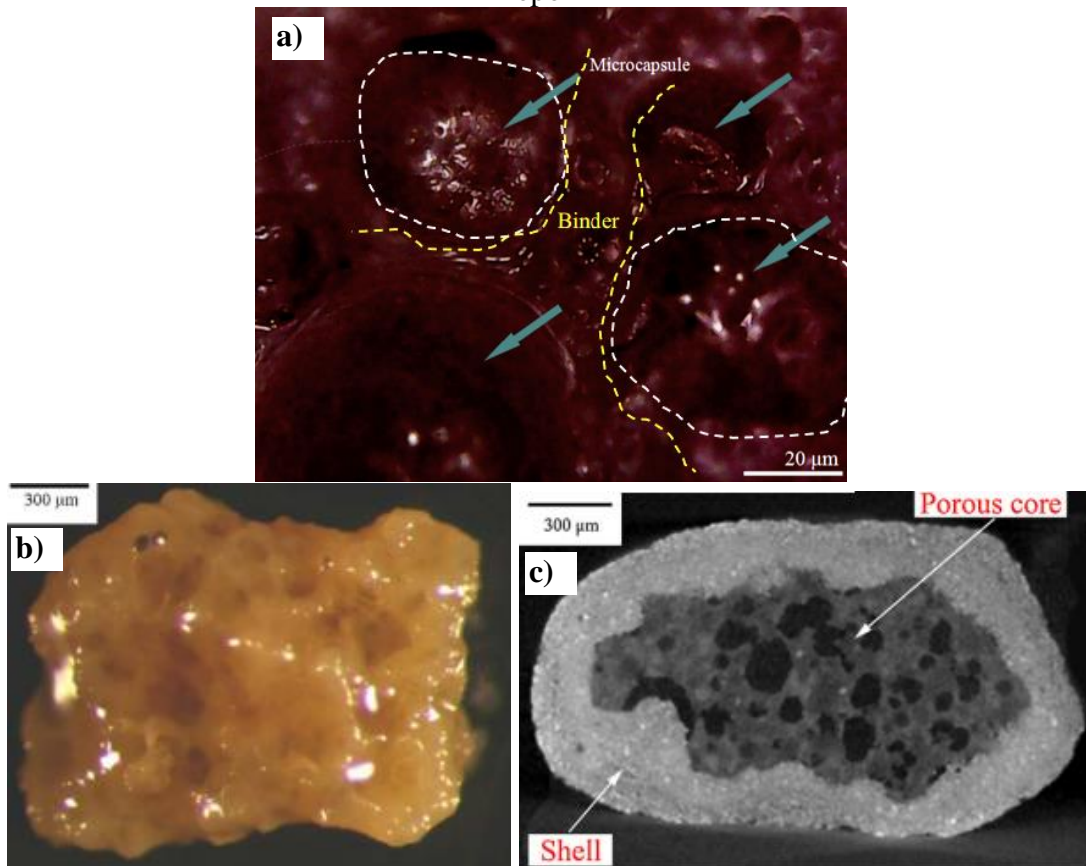
À medida que o pavimento recebe carregamentos e as microtrincas começam a surgir, as cápsulas rompem gradualmente e liberam o rejuvenescedor. As cápsulas tendem a romper nas proximidades das trincas como consequência da concentração de tensões. A liberação e difusão do rejuvenescedor pode restaurar as propriedades originais do ligante asfáltico, fazendo com que ele possa fluir com mais facilidade para as trincas e acelere o processo natural de *self-healing* (Figura 23) (AL-MANSOORI *et al.*, 2018a). Esse processo é completamente autônomo, uma vez que o gatilho para romper as cápsulas são as próprias passagens dos eixos dos veículos.

Figura 23 – Ilustração conceitual do processo de rompimento das cápsulas



Na literatura, até o momento, três principais tipos de cápsulas contendo agentes rejuvenescedores foram estudadas: 1) microcápsulas com tamanho menor que 0,1mm produzidas por polimerização *in-situ* com melamina-formaldeído modificada por metanol (MMF) (SU e SCHLANGEN, 2012) (Figura 24a); 2) cápsulas com tamanho em torno de 2mm constituídas por núcleo poroso de areia saturado com rejuvenescedor e posteriormente seladas com resina époxy (GARCÍA *et al.*, 2010) (Figura 24b e Figura 24c); 3) Microesferas produzidas por gelificação ionotrópica de alginato da presença de íons  $\text{Ca}^{2+}$  (MICAELO *et al.*, 2016).

Figura 24 – Cápsulas contendo agentes rejuvenescedores: a) cápsulas de MMF no ligante asfáltico, imagem obtida por microscopia de fluorescência; b) núcleo de areia poroso saturado com rejuvenescedor; c) Seção transversal da cápsula de núcleo poroso revestido com resina époxi



Fonte: Su *et al.* (2017) e Garcia *et al.* (2010)

Algumas das desvantagens das microcápsulas de MMF são que os componentes usados na produção dessas, em grandes quantidades, podem representar uma ameaça ambiental por meio da lixiviação (TABAKOVIĆ *et al.*, 2017). Além disso, essas cápsulas apresentam altas deformações plásticas quando recebem carregamento, o que dificulta o processo de liberação do rejuvenescedor (SU *et al.*, 2013a). Ademais, Al-Mansoori (2018) destaca que o processo de produção das microcápsulas de MMF é complexo.

As cápsulas compostas por um núcleo poroso de areia embebida com agente rejuvenescedor e revestido por resina epóxi foram desenvolvidas com a ideia de substituir parte da areia na mistura asfáltica. XU *et al.* (2018) ressaltam essas cápsulas têm conteúdo de rejuvenescedor limitado, o que requer grandes quantidades de cápsulas para atingir um nível de *healing* eficaz na mistura asfáltica. No entanto, a adição de grandes quantidades de cápsulas à



mistura asfáltica leva ao aumento da deformação permanente e consequente falha prematura do pavimento.

Os estudos de investigação mais avançados em misturas asfálticas foram realizados com as cápsulas poliméricas obtidas pela gelificação ionotrópica, contendo óleo de girassol como agente rejuvenescedor. Segundo Xu *et al.* (2019) algumas das razões para tal são que as cápsulas de cálcio-alginato possuem as vantagens de poder encapsular uma grande quantidade de rejuvenescedor, serem confeccionadas por um procedimento simples e o mecanismo de ruptura ser gradual. Tabaković *et al.* (2016) desenvolveram fibras ocas de alginato contendo agentes rejuvenescedores que possuem capacidade promissora de incrementar o *self-healing*. No entanto, essas fibras ainda estão em fase prematura de desenvolvimento (NORAMBUENA-CONTRERAS *et al.*, 2019b).

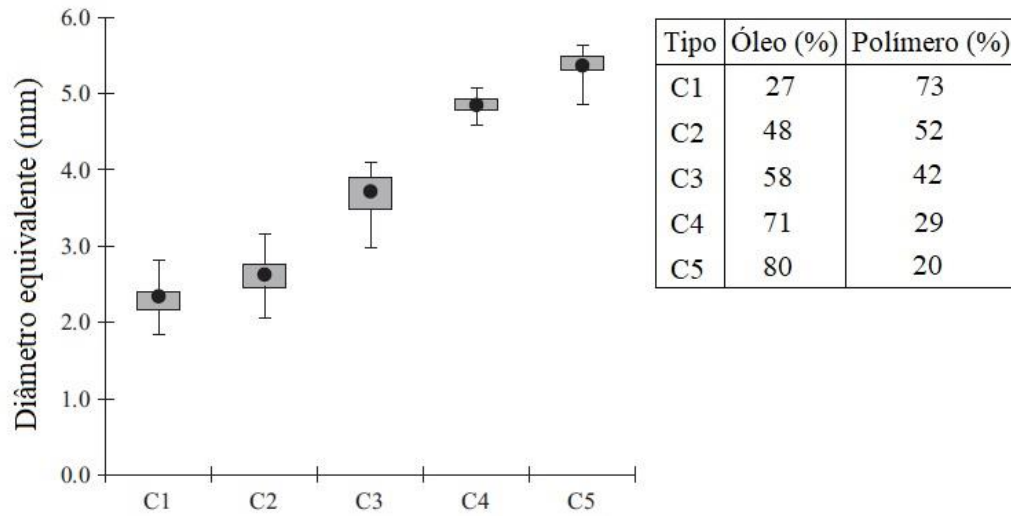
Com isso em vista, esta revisão aborda em maiores detalhes a literatura disponível sobre as cápsulas de alginato-cálcio contendo óleo de girassol.

#### 2.8.2.1 Propriedades das cápsulas de alginato de cálcio

Su *et al.* (2013b) afirmam que o tamanho, a estabilidade térmica e as propriedades mecânicas são os três principais parâmetros para determinar a adequabilidade das cápsulas para aplicação no pavimento asfáltico. Essas propriedades garantem que as cápsulas resistirão às temperaturas e pressões que ocorrem durante a usinagem e compactação da mistura asfáltica, mas também são capazes de romper devido aos carregamentos do tráfego que geram trincas.

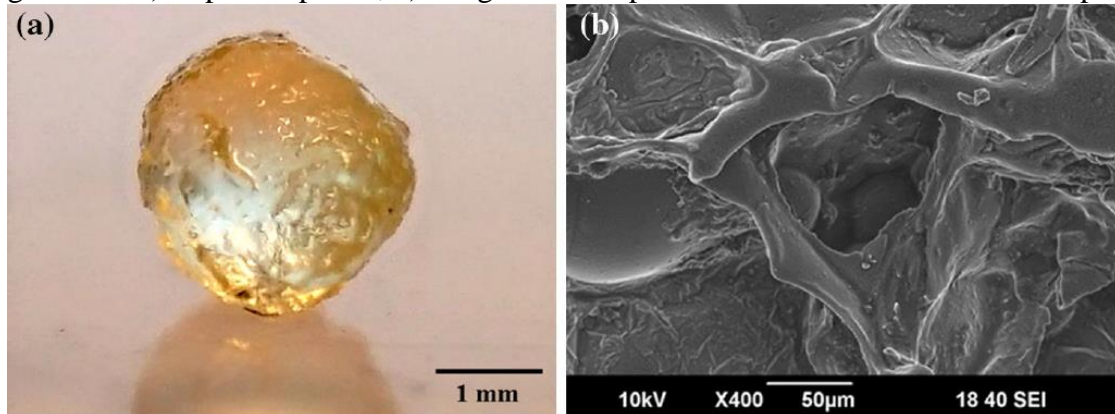
As cápsulas de alginato-cálcio contendo óleo de girassol foram relatadas pela primeira vez na literatura por Micaelo, Al-Mansoori e García (2016). A estrutura porosa dessas cápsulas seguiu o modelo de *egg-box*, descrito no tópico 2.6.1. Os autores calcularam que as cápsulas consistiam em 71% de óleo e 29% de estrutura polimérica e observaram que tinha formato aproximadamente esférico, com 4,6mm de diâmetro equivalente. Em estudo posterior, Al-Mansoori *et al.* (2018a) produziram cápsulas pelo mesmo procedimento que Micaelo *et al.* (2016), com diferentes proporções de óleo e polímero. Os autores verificaram que o tamanho de cápsulas é diretamente proporcional ao conteúdo de óleo. A Figura 25 mostra uma tabela com as proporções dos cinco tipos de cápsulas estudadas por esses autores e o gráfico mostra os diâmetros equivalentes das mesmas. A Figura 26 apresenta uma imagem de uma cápsula C2 e sua estrutura porosa interna.

Figura 25 – Diâmetro equivalente das cápsulas com diferentes conteúdos de óleo



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

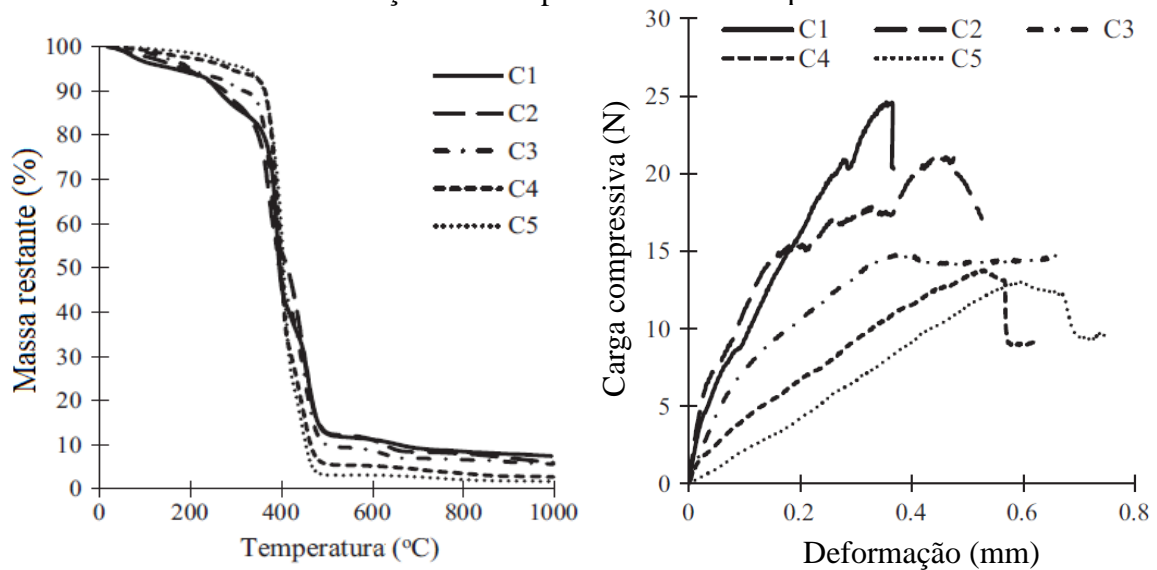
Figura 26 – a) Cápsula tipo C2; b) Imagem obtida por MEV da estrutura interna da cápsula



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

A partir da análise termogravimétrica das cápsulas, Al-Mansoori *et al.* (2018a) constataram que essas sofrem pequenas perdas de massa (<5%) na faixa de temperatura da produção usual de produção de misturas asfálticas (<200°C) (Figura 27a). Os autores também mediram a resistência à compressão das cápsulas individualmente por ensaios de compressão uniaxial e verificaram que essas são capazes de resistir às tensões impostas durante a usinagem em compactação, com exceção talvez das cápsulas com maior conteúdo de óleo (C4 e C5) (Figura 27b), tendo em vista que quanto maior for o teor de óleo das cápsulas e, conseqüentemente, seu tamanho, menor será a resistência à compressão destas.

Figura 27 – a) Resultados da análise térmica das cápsulas; b) Gráficos tensão *versus* deformação obtidos pelo ensaio de compressão



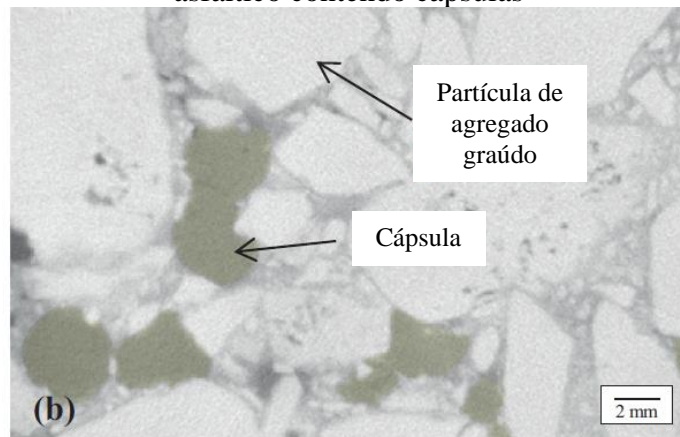
Fonte: Adaptado de Al-Mansoori *et al.* (2018a)

#### 2.8.2.2 Efeitos da adição das cápsulas de alginato-cálcio em misturas asfálticas

Gilibert *et al.* (2015) apontam que as cápsulas podem originar concentrações de tensões, resultando no surgimento e propagação de trincas no revestimento asfáltico. Al-Mansoori *et al.* (2017) afirmam que há um risco de que as cápsulas, por conterem óleos de baixa viscosidade, possam comprometer a adesão, a resistência à deformação permanente e causar desagregação e exsudação no revestimento asfáltico. Portanto, apesar de que a adição de cápsulas às misturas asfálticas possa promover incrementos à autorregeneração, é necessário investigar possíveis efeitos negativos dessa adição na durabilidade e no desempenho das misturas.

Micaelo *et al.* (2016) observaram, por tomografia computadorizada, que as cápsulas adaptaram seu formato à dos agregados ao redor, o que evita que sejam gerados vazios adicionais na mistura pela presença delas (Figura 28).

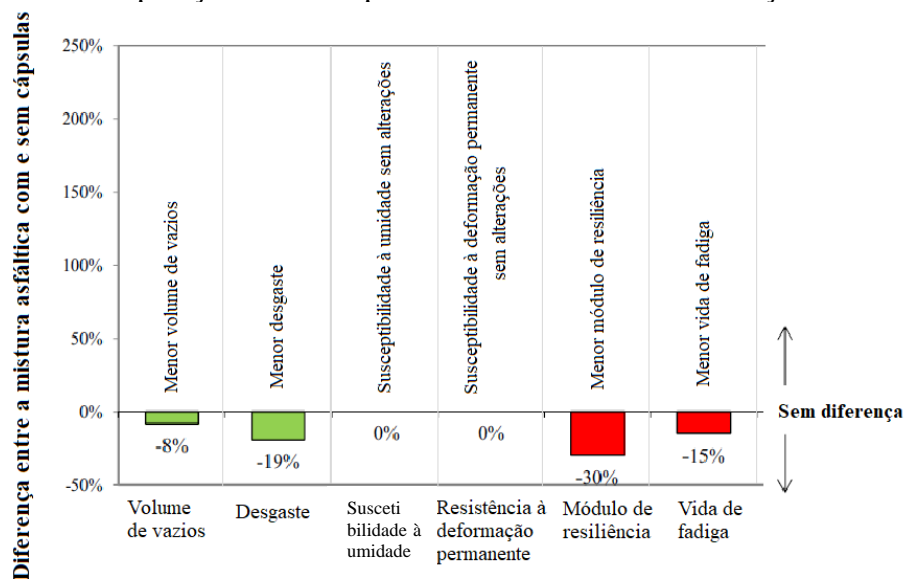
Figura 28 – Imagem por tomografia computadorizada de seção de amostra de mistura asfáltica contendo cápsulas



Fonte: Micaelo *et al.* (2016)

Al-Mansoori *et al.* (2017) produziram misturas asfálticas densas com 0,10%; 0,25% e 0,5% de cápsulas de óleo de girassol para avaliar o efeito da porcentagem de adição das cápsulas em algumas propriedades da mistura asfáltica, sendo estas o volume de vazios, a desagregação de partículas (desgaste), susceptibilidade à umidade, resistência a deformação permanente, rigidez e vida de fadiga. A Figura 29 apresenta uma visão global da diferença dos resultados das misturas com cápsulas em relação à mistura equivalente sem cápsulas. Os autores não identificaram diferenças substanciais entre os resultados das misturas com os diferentes teores de adição de cápsulas.

Figura 29 – Comparação de desempenho da misturas com em relação à sem cápsulas



Fonte: Adaptado de Al-Mansoori *et al.* (2017)

Norambuena-Contreras *et al.* (2019a) adicionaram 0,5% das cápsulas em relação à massa total de uma mistura SMA. A escolha desse teor teve por objetivo alcançar porcentagens de óleo de 6% a 8% em relação à massa do ligante asfáltico, tendo em vista que Ji *et al.* (2016) observaram que essas porcentagens promovem reduções na rigidez do ligante e melhorias na sua plasticidade, sem alterações negativas em suas propriedades físicas e mecânicas. O estudo de Norambuena-Contreras *et al.* (2019a) apontou que o módulo de resiliência, a resistência à tração, a vida de fadiga e a suscetibilidade à umidade das misturas SMA contendo as cápsulas apresentaram valores similares aos da mistura sem cápsulas. Ademais, por tomografia computadorizada, os autores observam uma distribuição espacial uniforme das cápsulas nas amostras de mistura asfáltica.

Norambuena-Contreras *et al.* (2019b) utilizaram os teores de adição de 0,5%; 0,75% e 1,0% das cápsulas em uma mistura asfáltica quente densa. A Tabela 1 apresenta uma visão geral das propriedades das misturas avaliadas por esses autores, em relação aos resultados de uma mistura sem cápsulas. Os autores concluíram que a adição de 0,5% foi o teor ideal de adição, pois teores superiores a esse afetam negativamente o desempenho da mistura asfáltica.

Tabela 1 – Comparação do desempenho das misturas com e sem cápsulas

Propriedade avaliada	Teor de adição de cápsulas em relação à massa total da mistura asfáltica (notação: ↓redução ou ↑aumento percentual em relação à mistura sem cápsulas)		
	0,50%	0,75%	1,00%
Volume de vazios	↓ -6,7%	↑ 15,6%	↑ 37,8%
Resistência à tração indireta	↑ 11,0%	↓ -7,3%	↓ -25,4%
Resistência ao desgaste	↓ -2,5%	↓ -16,5%	↓ -22,7%
Vida de fadiga	↑ 29,3%	↓ -23,0%	↓ -51,3%

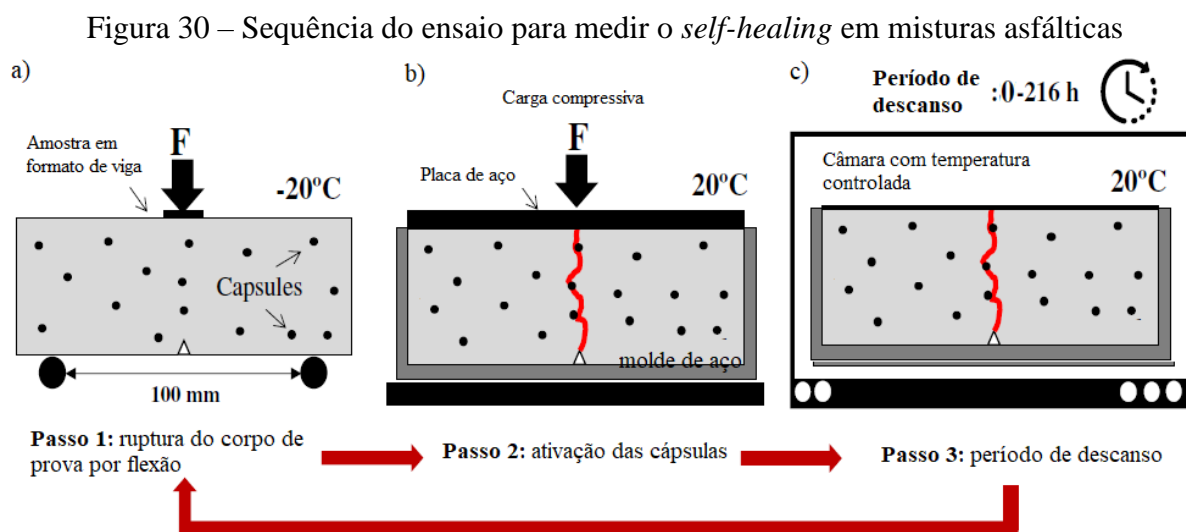
Fonte: Adaptado de Norambuena-Contreras *et al.* (2019b)

### 2.8.2.3 O *self-healing* em misturas asfálticas com adição de cápsulas de alginato-cálcio

Como apresentado no tópico 2.7.1, os métodos macro-mecânicos são os mais utilizados para medição do *self-healing* em misturas asfálticas.

Al-Mansoori *et al.* (2017) desenvolveram um método de teste para avaliar o *self-healing* das misturas asfálticas contendo agentes rejuvenescedores encapsulados, de forma a simular o efeito do dano causado pelo carregamento do tráfego. Amostras prismáticas de misturas asfálticas foram rompidas no ensaio de flexão em três pontos, onde mediu-se a resistência à flexão inicial destas (Figura 30a). Em seguida, as partes rompidas foram unidas em um molde

de aço e aplicou-se um carregamento compressivo em sua face superior, com o objetivo de simular o efeito do tráfego sobre o pavimento fissurado (Figura 30b). As amostras foram levadas a períodos de descanso que variaram de 0 a 216 horas à 20°C (Figura 30c). Ao fim do período de descanso, os corpos de prova foram novamente submetidos ao ensaio de flexão. O *self-healing* foi quantificado a partir razão entre a resistência à flexão antes e depois do período de descanso.



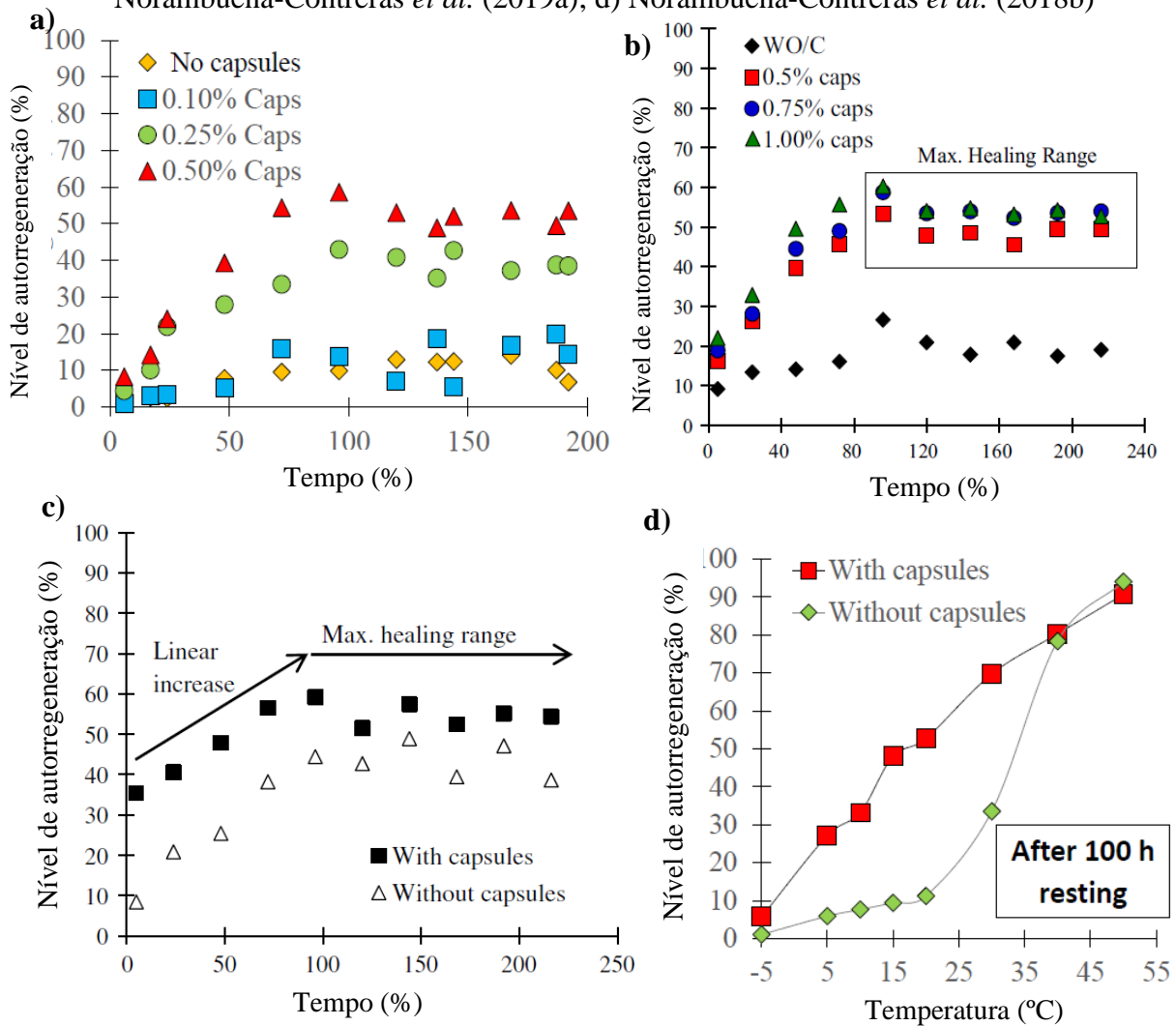
Fonte: Adaptado de Norambuena-Contreras *et al.* (2019)

Os resultados do estudo de Al-Mansoori *et al.* (2017) são mostrados na Figura 31a. Norambuena-Contreras *et al.* (2019b) e Norambuena-Contreras *et al.* (2019a) também utilizaram o mesmo procedimento para medir o *self-healing* em seus estudos. Os resultados desses autores são apresentados na Figura 31b e Figura 31c, respectivamente. De forma geral, essas pesquisas demonstraram que o nível de autorregeneração alcançado pelas misturas com cápsulas é maior do que o das misturas equivalentes sem cápsulas; o *self-healing* aumenta com o período de descanso até alcançar um valor máximo, a partir do qual se mantém constante; e uma maior quantidade de cápsulas na mistura incrementa o *self-healing*.

Norambuena-Contreras *et al.* (2018b) também realizaram o procedimento apresentado na Figura 30, porém condicionaram a amostras a oito temperaturas diferentes durante o período de descanso (- 5, 5, 10, 15, 20, 30, 40 e 50 °C). A Figura 31d apresentam o resultado do nível de autorregeneração nas várias temperaturas, ao período fixo de 100 horas de descanso. Esses resultados indicaram que o efeito positivo do uso das cápsulas no nível de autorregeneração é

mais acentuado a temperaturas abaixo de 40°C. A temperaturas acima dessa, o *self-healing* da mistura asfáltica, devido ao aumento da temperatura, sobrepõe ao efeito promovido pelas cápsulas.

Figura 31 – Valores de autorregeneração obtido pela método de ensaio por flexão de três pontos: a) Al-Mansoori *et al.* (2017); b) Norambuena-Contreras *et al.* (2019b); c) Norambuena-Contreras *et al.* (2019a); d) Norambuena-Contreras *et al.* (2018b)



Apesar de que o ensaio supracitado é o mais recorrente na literatura para medição do *self-healing* em misturas asfálticas contendo rejuvenescedores, Paciência *et al.* (2019) ressaltam que devido ao desenvolvimento recente desta tecnologia, pouco se conhece sobre a aplicabilidade de outros métodos de ensaio para avaliar o desempenho destas novas misturas asfálticas.

## 2.9 Considerações finais

Ao longo deste capítulo, mostrou-se que o *self-healing* é um fenômeno intrínseco nos materiais asfálticos e conhecido há muitos anos pelos pesquisadores da área. Essa propriedade tem o potencial de prolongar a vida de serviço do pavimento; no entanto, é limitada pelas condições em campo. Portanto, a ideia de desenvolver um sistema para intensificar esse processo é promissora para gerar ganhos socioambientais e reduções nos custos com manutenção e reabilitação de pavimentos.

Nos últimos 10 anos, métodos inovadores foram desenvolvidos para incrementar os *self-healing* natural de materiais asfálticos. O aquecimento por indução e a adição de agentes rejuvenescedores encapsulados mostraram, por testes em laboratório, um efeito positivo significativo nesse sentido. No entanto, o segundo método apresenta a vantagem de ser um sistema autônomo.

Até o momento, os métodos de quantificação da autorregeneração em misturas asfálticas com agentes rejuvenescedores ainda são limitados. O desenvolvimento de novos testes para mensuração do *self-healing*, alinhados com o tipo do sistema de autorregeneração utilizado, pode ser uma maneira de aprimorar o conhecimento sobre esse mecanismo. Além disso, o uso de outros materiais para compor as cápsulas também podem ser explorados, especialmente materiais de origem sustentável e de baixo custo.

A partir do que foi apresentado, este estudo tem o intuito de contribuir com a literatura sobre a produção de agentes rejuvenescedores encapsulados para uso em misturas asfálticas, com foco no uso de um material residual. Além disso, serão abordados métodos ainda pouco estudados para medir o *self-healing* em misturas asfálticas contendo agentes rejuvenescedores encapsulados.

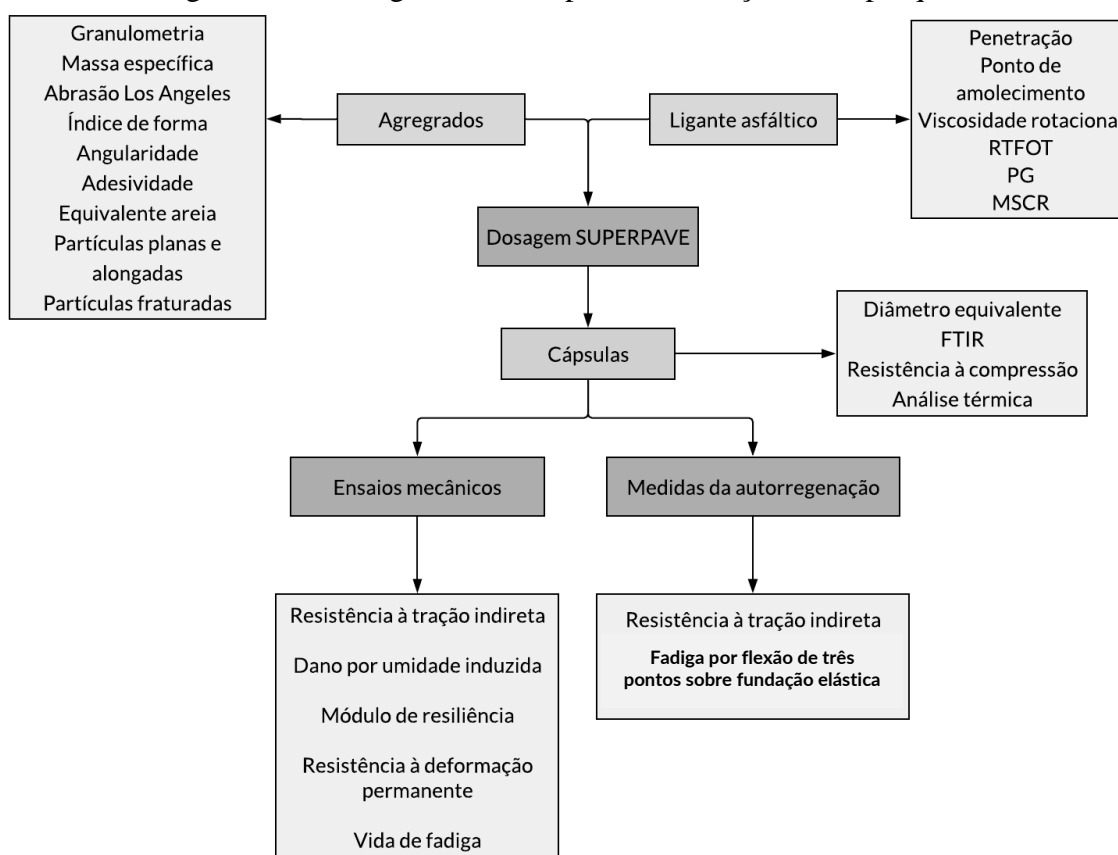


### 3. MATERIAIS E MÉTODOS

Este capítulo descreve os materiais utilizados nesta pesquisa para compor as misturas asfálticas e os agentes rejuvenescedores encapsulados, bem como o processo de produção de ambos. São apresentados também os procedimentos realizados para avaliar o desempenho das misturas asfálticas e medir a sua autorregeneração.

A maior parte dos procedimentos descritos neste do trabalho foi realizada no Laboratório de Engenharia de Pavimentos – LEP, localizado na Universidade Federal de Campina Grande – UFCG. O fluxograma da Figura 32 apresenta as etapas de realização desta pesquisa.

Figura 32 – Fluxograma das etapas de realização desta pesquisa



### 3.1 Materiais

#### 3.1.1 Agregados

Os agregados graúdos utilizados para compor as misturas asfálticas foram as britas graníticas de diâmetros nominais máximos 19mm e 12,5mm. Os agregados miúdos utilizados foram o pó de pedra, também de natureza granítica, e a areia de leito de rio. A cal hidratada dolomítica foi usada como fíler. Os agregados graúdos e o pó de pedra foram cedidos pela empresa Rocha Cavalcante, enquanto a areia o fíler foram adquiridos no comércio local.

A Figura 33 mostra os agregados e fíler utilizados nesta pesquisa.

Figura 33 – Agregados e fíler usados nesta pesquisa: a) Brita 19mm; b) Brita 12,5mm; c) Pó de pedra; d) Areia; e) Cal



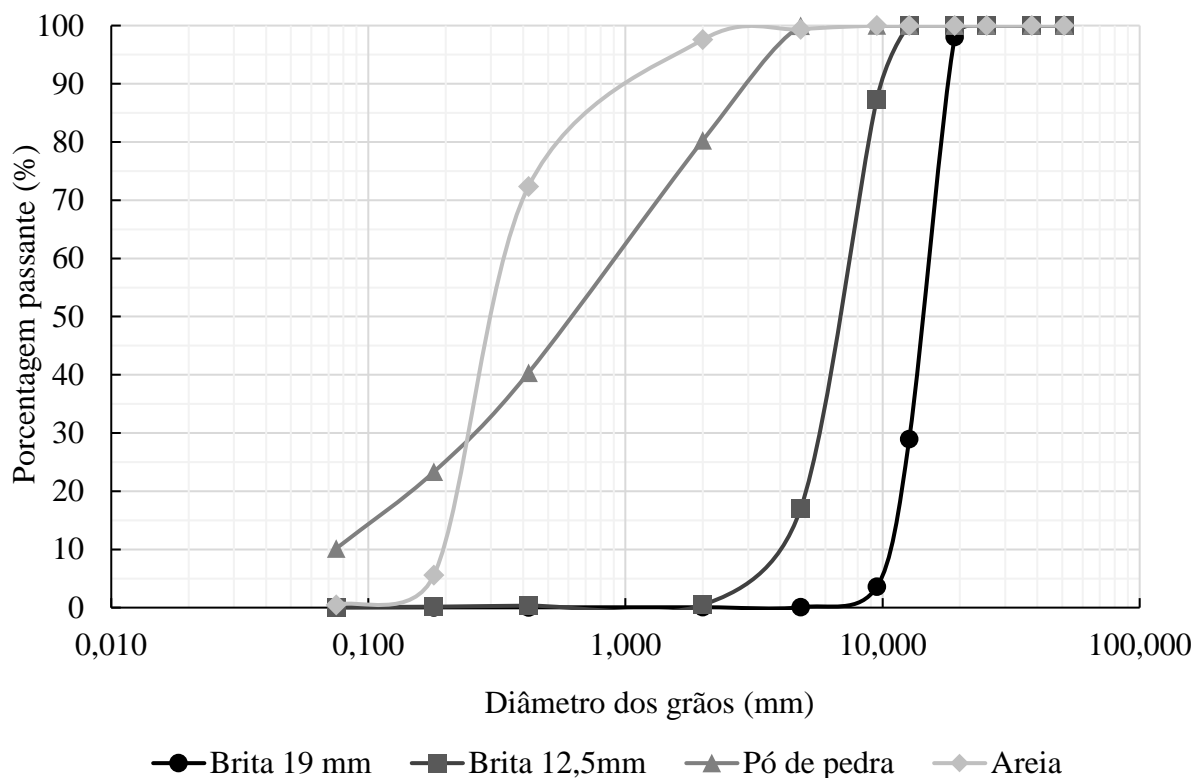
A caracterização dos agregados foi realizada por meio dos procedimentos de análise granulométrica (DNIT 411/2019-ME); massa específica e absorção do agregado graúdo e miúdo (DNIT 412/2019-ME e DNIT 413/2019-ME, respectivamente); abrasão *Los Angeles* (DNIT 035/98 - ME); índice de forma (DNIT 086/94 - ME); equivalente areia (DNIT 054/97 - ME); angularidade (ASTM C 1252/17); adesividade (DNIT 078/94 - ME); partículas fraturadas (ASTM D 5821/13) e partículas planas e alongadas (ASTM D 4791/10). Na Tabela 2 e Figura 34 são apresentados os resultados desses procedimentos. Na Tabela 2 são também expostas as especificações para alguns resultados, baseadas nos requisitos da metodologia SUPERPAVE

(ASPHALT INSTITUTE, 2001) e na especificação de serviço para concretos asfálticos DNIT 031/2006 – ES.

Tabela 2 – Resultados dos ensaios de caracterização dos agregados

Teste	Especificação	Resultados			
		Brita 19,0mm	Brita 12,5mm	Pó de pedra	Areia
Massa específica real, g/cm <sup>3</sup>	-	2,752	2,748	2,698	2,503
Massa específica aparente, g/cm <sup>3</sup>	-	2,741	2,731	2,580	2,419
Absorção, %	≤2	0,39	0,60	0,36	0,26
Abrasão Los Angeles, %	≤55	21,0	-	-	-
Índice de forma	≥0,5	0,880	0,743	-	-
Partículas planas alongadas (critério 5:1), %	≤10	1,00	1,07	-	-
Partículas fraturadas (duas faces), %	≥90	99,88	99,89	-	-
Adesividade ao ligante asfáltico		Satisfatório	-	-	-
Equivalente areia, %	≥55	-	-	47,20	86,39
Angularidade, %	≥45	-	-	46,58	45,76

Figura 34 – Curvas granulométricas dos agregados



Todos os parâmetros analisados se encontraram dentro dos limites recomendados, com exceção do equivalente de areia do pó de pedra. Isto pode dever-se ao fato de que a presença de partículas muito finas influencia diretamente o valor desse parâmetro para as amostras de pó de pedra, visto que estas não apresentam material argiloso em sua constituição.

Quanto à distribuição granulométrica dos grãos, os agregados graúdos e a areia apresentam graduação uniforme, enquanto o pó de pedra possui graduação densa.

### 3.1.2 Ligante asfáltico

O cimento asfáltico de petróleo (CAP) de classificação 50/70 foi utilizado para compor as misturas asfálticas, tendo sido cedido pela empresa Rocha Cavalcante. A Tabela 3 apresenta os procedimentos e respectivas normas usadas para avaliar as características físicas e reológicas do ligante asfáltico utilizado nesta pesquisa. Os ensaios de penetração, ponto de amolecimento, viscosidade rotacional e PG foram realizados com amostras de ligante asfáltico virgem e envelhecidas pelo procedimento de envelhecimento à curto prazo com a estufa de filme fino rotativa (*Rolling Thin Oven Test*). Os ensaios de viscosidade rotacional foram realizados usando um viscosímetro rotacional da marca *Brookfield* e o ensaios de reologia, em um reômetro de cisalhamento dinâmico (DSR) da série *Discovery Hybrid Rheometer* (DHR-1).

Tabela 3 – Procedimentos realizados para caracterizar o ligante asfáltico

<b>Procedimento</b>	<b>Método de ensaio</b>
Penetração	DNIT 155/10 – ME
Ponto de amolecimento	DNIT 131/10 – ME
Viscosidade rotacional	NBR 15184/05
<i>Rolling Thin Oven Test</i> (RTFOT)	ASTM D 2872/12
<i>Performance Grade</i> (PG)	ASTM D6816/11
<i>Multiple Stress Creep Recovery</i> (MSCR)	ASTM D7405/15

A partir dos resultados de penetração e de ponto de amolecimento, foi possível calcular o índice de suscetibilidade térmica (ISC) ( Equação 2). Esse parâmetro indica a sensibilidade da consistência dos ligantes asfálticos à variação de temperatura.

$$ISC = \frac{(500)(\log PEN) + (20)(T^{\circ}C) - 1951}{120 - (50)(\log PEN) + (T^{\circ}C)} \quad \text{Equação 2}$$

Onde: T°C = Ponto de amolecimento; PEN = Penetração a 25°C, 100 g, 5 seg

Por meio da relação percentual entre os resultados de penetração das amostras envelhecidas e virgens, foi possível calcular a penetração retida ( $PEN_{retida}$ ), de acordo com a Equação 3. Esse parâmetro reflete a sensibilidade do material ao envelhecimento.

$$PEN_{retida}(\%) = \frac{PEN_{pósRTFOT}}{PEN_{antesRTFOT}} \times 100 \quad \text{Equação 3}$$

Um outro parâmetro que indica a susceptibilidade do ligante asfáltico ao envelhecimento é a variação no ponto de amolecimento, que consiste na subtração entre o ponto de amolecimento da amostra envelhecida e o ponto de amolecimento da amostra virgem.

O ensaio de *Performance Grade* foi realizado verificando-se o parâmetro  $G^*/\text{sen}\delta$  conforme a variação de temperatura, partindo de 46°C, com incrementos de 6°C. O valor do o PG é dado pela temperatura anterior à da falha verificada no ensaio.

A partir do resultado desse ensaio com amostras do ligante asfáltico virgem e envelhecidas à curto prazo, pôde-se calcular o índice de envelhecimento (AI), o qual relaciona o parâmetro  $G^*/\text{sen}\delta$  do ligante asfáltico antes e após o envelhecimento à um temperatura, conforme a Equação 4.

$$AI = \frac{G^*/\text{sen}\delta \text{ pósRTFOT}}{G^*/\text{sen}\delta \text{ antesRTFOT}} \quad \text{Equação 4}$$

O ensaio de MSCR foi realizado na menor temperatura de PG verificada entre a amostra de ligante virgem e após RTFOT. As amostras usadas são de ligante asfáltico envelhecidas pelo RTFOT. Durante o ensaio são aplicados 20 ciclos de tensão ao ligante asfáltico, sendo os 10 primeiros ciclos sob a tensão de 0,1 kPa e os demais sob a tensão de 3,2 kPa. A partir dos resultados da deformação das amostras devido às tensões, são calculados as compliâncias não-recuperáveis ( $J_{nr}$ ), a diferença percentual entre as compliâncias não-recuperáveis de 0,1 kPa e 3,2 kPa ( $J_{nr \text{ diff}}$ ) e porcentagem de recuperação elástica (%R).

A Tabela 4 apresenta os resultados dos procedimentos descritos na Tabela 3 e dos parâmetros descritos ao longo deste tópico. Nesta são também apresentadas as especificações recomendadas pela especificação de serviço DNIT 095/2006 para cimentos asfálticos de petróleo do tipo 50/70 e as recomendações da AASHTO M320 (2016) para os resultados de MSCR.

Tabela 4 – Resultados dos ensaios de caracterização do ligante asfáltico

Característica	Resultado	Especificação
Penetração (100g, 5s, 25°C), dmm	60,3	50 a 70
Ponto de amolecimento, °C	51,0	≥ 46
Variação de massa, %	0,027	≤0,5
Temperatura mais alta do PG, °C	64	-
Temperatura mais alta do PG pós RTFOT, °C	64	-
Jnr 0,1 kPa, kPa <sup>-1</sup>	3,60	-
Jnr 3,2 kPa, kPa <sup>-1</sup>	3,98	Tráfego padrão: ≤4.0
Jnr <sub>diff</sub> , %	8,09	≤75
R <sub>0,1</sub> , %	2,20	-
R <sub>3,2</sub> , %	0,31	-
Viscosidade Rotacional a 135°C SP 21 20 rpm, cP	418,8	≥274
Viscosidade Rotacional a 150°C SP 21 50 rpm, cP	207,8	≥112
Viscosidade Rotacional a 177°C SP 21 100 rpm, cP	75,3	57 a 285
Viscosidade Rotacional a 135°C (pós RTFOT) SP 21 20 rpm, cP	593,8	-
Viscosidade Rotacional a 150°C (pós RTFOT) SP 21 50 rpm, cP	284,5	-
Viscosidade Rotacional a 177°C (pós RTFOT) SP 21 100 rpm, cP	97,3	-
Índice de suscetibilidade térmica, °C	-0,50	-1,5 a +0,7
Penetração retida, %	79,0	≥55
Variação do ponto de amolecimento, °C	2,0	≤8
Índice de envelhecimento a 60°C	1,83	-

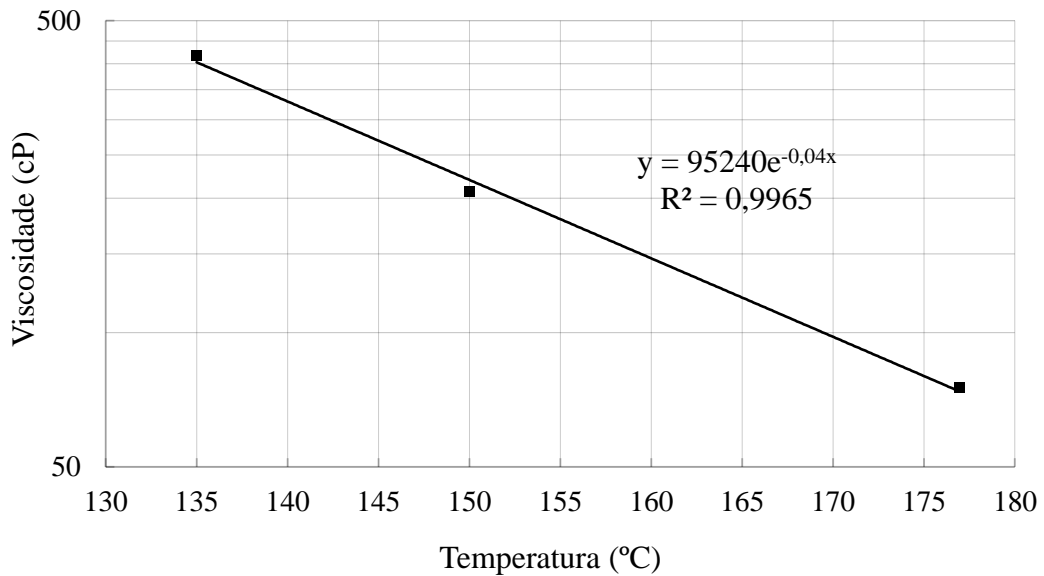
Os resultados da Tabela 4 demonstram que o ligante asfáltico estudado é adequado para serviços de pavimentação, tendo em vista que todas as características analisadas se encontram dentro critérios estabelecidos para o CAP 50/70 pelo DNIT 095/2006. Pode-se afirmar também que o ligante asfáltico estudado é classificado como PG 64-XX.

O ligante utilizado nesta pesquisa é indicado para rodovias de volume padrão (S) de tráfego de acordo com a AASHTO M320 (2016), a qual aponta o Jnr 3,2 kPa como um medidor da susceptibilidade à deformação permanente do ligante asfáltico, relacionando-o ao volume de tráfego suportado.

De acordo com o REPORT 648 (NCHRP, 2010), as temperaturas apropriadas para usinagem e compactação da mistura asfáltica são aquelas nas quais o ligante asfáltico apresenta viscosidades de  $170 \pm 20$  cP e  $280 \pm 30$  cP, respectivamente. A partir das viscosidades obtidas pelo ensaio de viscosidade rotacional à 135 °C, 150°C e 177°C plotadas em um diagrama com o eixo y em escala logarítmica, traçou-se a linha de tendência exponencial do comportamento viscosidade *versus* temperatura do ligante asfáltico estudado (Figura 35). Por meio da equação

da linha de tendência foi possível obter as temperaturas médias de usinagem e compactação, sendo estas 156 °C e 144 °C, respectivamente.

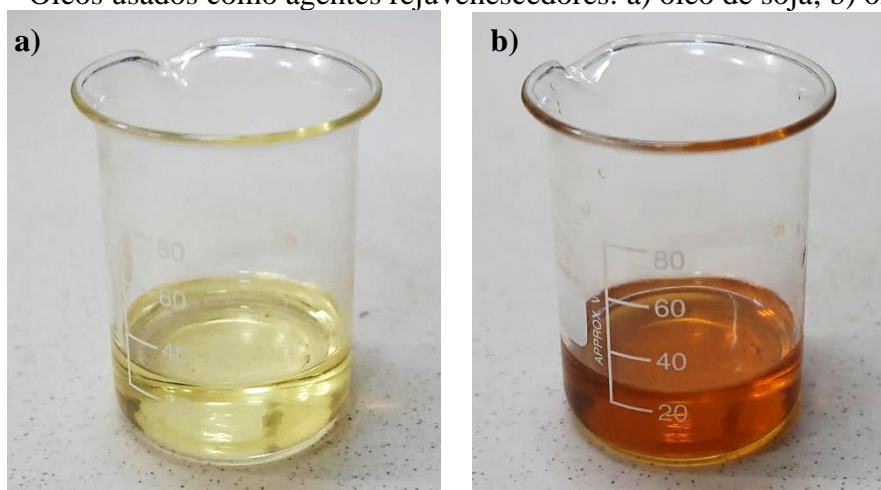
Figura 35 – Curva viscosidade *versus* temperatura do ligante asfáltico



### 3.1.3 Cápsulas

As cápsulas foram confeccionados com a adição de dois tipos de óleo vegetal: óleo de soja, obtido do comércio local (Figura 36a), e uma mistura de óleos vegetais saturados de frituras (Figura 36b), doados pela empresa INDAMA, que coleta esses resíduos em estabelecimentos comerciais e residenciais. A escolha dessas substâncias como agentes rejuvenescedores deveu-se ao fato de que óleos vegetais, novos e residuais, são capazes de rejuvenescer ligantes asfálticos (ZARGAR *et al.*, 2012; JI *et al.*, 2016; PORTUGAL *et al.*, 2017). Além disso, não apresentam risco à saúde nem requerem nenhuma medida especial de segurança para o seu manuseio, pois são termicamente estáveis (MICAELO *et al.*, 2016).

Figura 36 – Óleos usados como agentes rejuvenescedores: a) óleo de soja; b) óleo residual



Para formar a estrutura que encapsula o óleo, foram utilizados o sal aniônico alginato de sódio ( $C_6H_7O_6Na$ ) e uma fonte de cálcio, sendo essa o cloreto de cálcio dihidratado ( $CaCl_2 \cdot 2H_2O$ ). Ambos reagentes foram adquiridos da Dinâmica Química Contemporânea LTDA (Figura 37).

Figura 37 – Reagentes alginato de sódio e cloreto de cálcio dihidratado, usados no processo de encapsulação

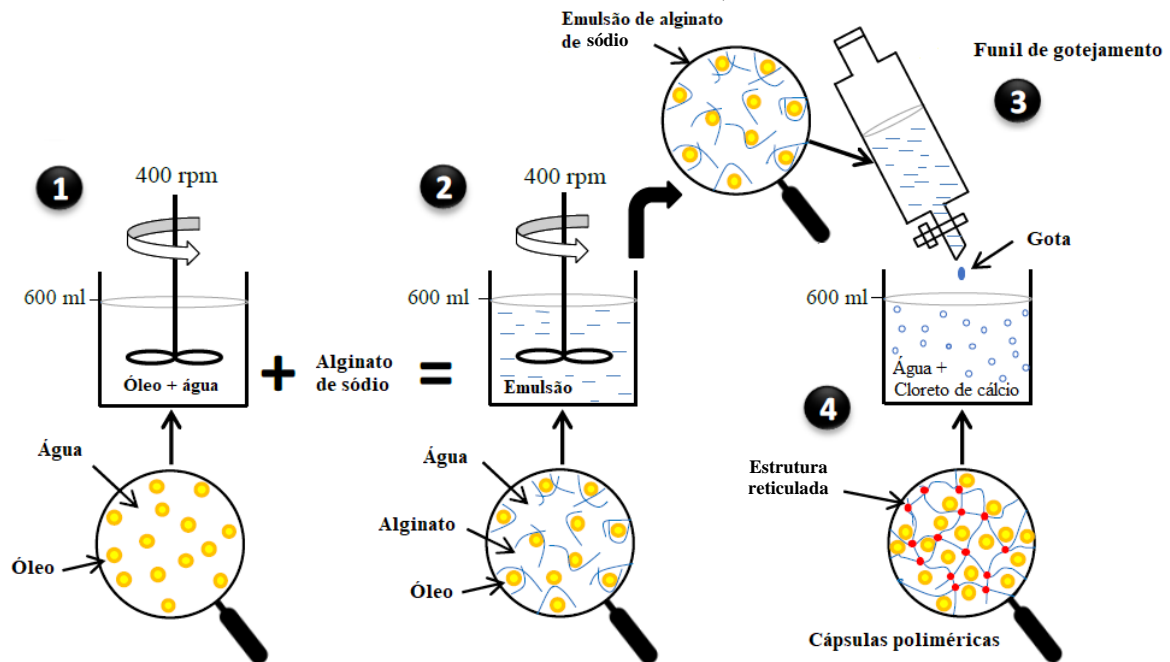


O encapsulamento do óleo realizado nesta pesquisa seguiu o procedimento de gelificação ionotrópica de alginato na presença de íons de cálcio, usada por Micaelo *et al.* (2016), ilustrado na Figura 38. As cápsulas produzidas neste trabalho diferem das



confeccionadas por esses autores pelo rejuvenescedor utilizado, visto que os autores utilizaram óleo de girassol.

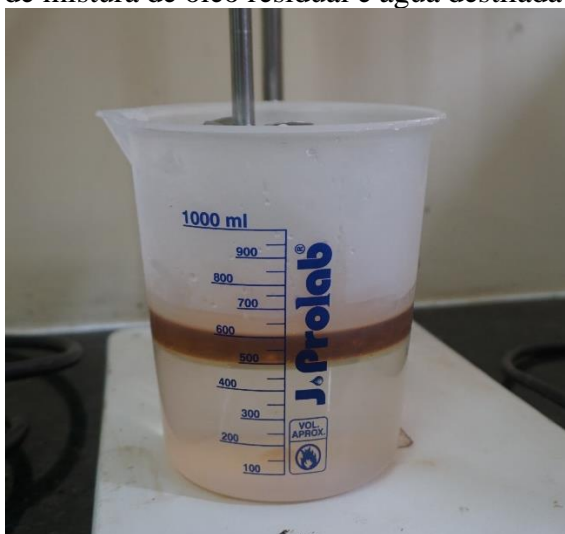
Figura 38 – Esquema do processo de gelificação ionotrópica de alginato em cálcio (Adaptado de Al-Mansoori, 2018)



Os procedimentos ilustrados na Figura 38 seguiram as etapas descritas abaixo.

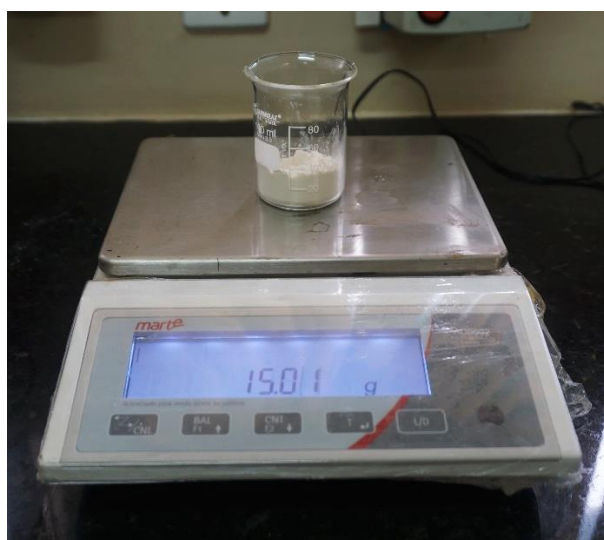
- 1) utilizando um béquer com capacidade de 1000 ml, colocou-se água destilada, à 20°C, e o óleo, em uma certa proporção estabelecida. Escolheu-se trabalhar com duas proporções óleo/água (o/a) distintas: 0,2 e 0,5, tanto para o óleo de soja quanto para o óleo residual. As misturas foram feitas para atingir um volume final de 600 ml. Portanto, para a proporção o/a de 0,2 foi usado 100 ml de óleo e 500ml de água (Figura 39) e para a proporção o/a de 0,5, 200 ml de óleo e 400ml de água.

Figura 39 – Exemplo de mistura de óleo residual e água destilada (proporção o/a de 0,2)



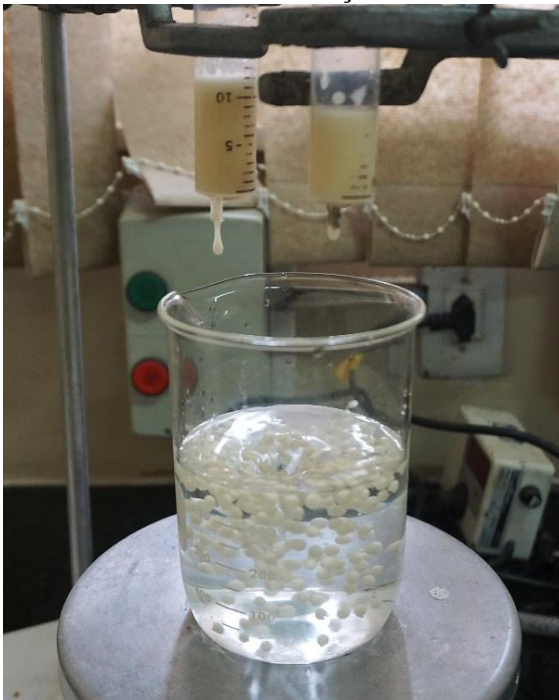
- 2) em seguida, a mistura óleo-água foi agitada por um agitador mecânico de baixo cisalhamento durante 1 minuto, à rotação de aproximadamente 500 rpm. Enquanto isso, 15g do alginato de sódio foi pesado em uma balança (Figura 40a) e adicionado à mistura óleo-água em agitação (Figura 40b). O alginato de sódio funciona como emulsificante, formando uma emulsão entre a água e o óleo. A mistura dos três componentes foi agitada à 500 rpm por aproximadamente 15 minutos, até que a emulsão se tornasse homogênea.

Figura 40 – Produção da emulsão: a) alginato de cálcio pesado em balança; b) alginato de cálcio sendo adicionado à mistura óleo + água



- 3) em paralelo a esse processo, uma solução de cloreto de cálcio foi preparada à concentração de 2%. Neste procedimento, dissolveu-se 15,9g do  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  em 600mL de água destilada à 20°C para obter essa concentração.
- 4) por fim, para formar as cápsulas, gotejou-se a emulsão por meio de seringas na solução de cloreto de cálcio. Durante o gotejamento, a solução foi agitada suavemente em um agitador magnético, de forma a mantê-la em rotação constante para evitar que as gotas de emulsão se acumulassem (Figura 41). Como descrito no Tópico 2.6.1, uma vez em contato com os íons metálicos bivalentes ( $\text{Ca}^{2+}$ ) do cloreto de cálcio dissolvido, a estrutura linear da emulsão é modificada por meio de ligações entre o íon e a unidade gulurônica do alginato de sódio, formando, assim, uma estrutura tridimensional gelatinosa insolúvel conhecida como “*egg-box*”, a qual é responsável pela estrutura das cápsulas e encapsulamento do agente rejuvenescedor.

Figura 41 – Gotejamento da emulsão na solução de cloreto de cálcio em agitação



Ao fim do gotejamento de toda a emulsão, as cápsulas foram lavadas em água destilada. A Figura 42 mostra cápsulas contendo óleo de soja à proporção o/a de 0,2 no estado úmido. Em seguida, as cápsulas foram deixadas secar sob o movimento de ar produzido por um ventilador, durante aproximadamente 3 horas. Após secas, as cápsulas apresentaram menor volume e aspecto mais translúcido do que quando úmidas, devido à evaporação da água. As cápsulas

secas foram armazenadas em recipientes fechados, mantidas resfriadas a temperaturas em torno de 8°C.

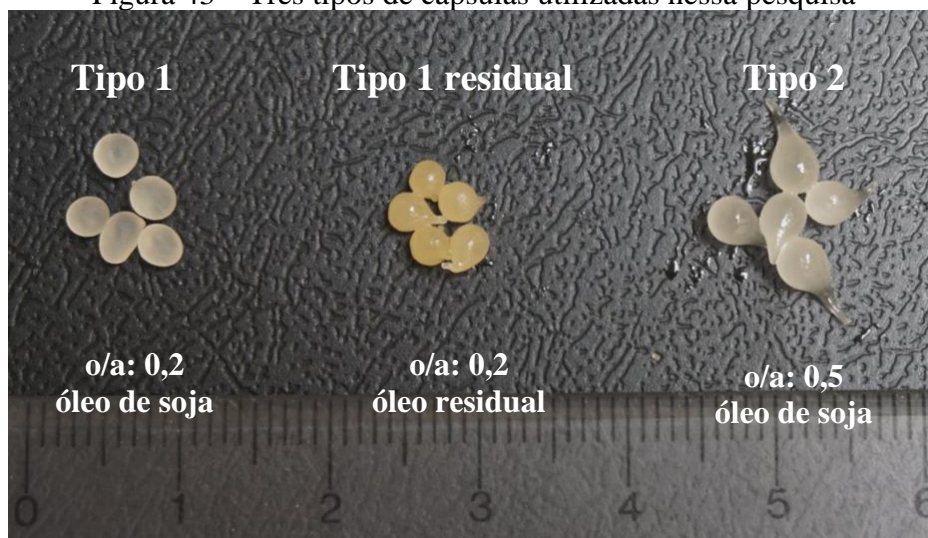
Figura 42 – Cápsulas Tipo 1 úmidas



As cápsulas compostas por óleo residual com proporção o/a de 0,5 apresentaram dificuldade de reter o óleo no seu interior, tendo em vista grandes vazamentos desse da estrutura polimérica durante o armazenamento das cápsulas. Dessa forma, optou-se por não utilizar essas cápsulas ao longo das demais etapas desta pesquisa.

A Figura 43 mostra os três tipos de cápsulas usadas nesta pesquisa, secas, no estado tal qual foram adicionadas nas misturas asfálticas. Ao longo das próximas etapas deste trabalho, usou-se a terminologia cápsulas “Tipo 1”, “Tipo 1 residual” e “Tipo 2” para se referir às cápsulas compostas pela proporção de 0,2 de óleo de soja e óleo residual e pela proporção de 0,5 de óleo de soja, respectivamente.

Figura 43 – Três tipos de cápsulas utilizadas nessa pesquisa



As cápsulas foram produzidas ao longo da realização desta pesquisa, conforme a necessidade para os testes de caracterização e para adição nas misturas asfálticas. No total, foram produzidas aproximadamente 750g das cápsulas Tipo 1, 750g das Tipo 1 residual e 550g das cápsulas Tipo 2.

## 3.2 Métodos

### 3.2.1 Cápsulas

#### 3.2.1.1 Diâmetro das cápsulas

O tamanho das cápsulas foi determinado a partir de imagens obtidas por uma câmera digital de 24MP de resolução e processadas no software de código aberto *ImageJ*<sup>®</sup>. Em média 30 cápsulas de cada tipo foram avaliadas. O software calcula a área de cada uma delas registrada na imagem. Considerando que nas imagens as cápsulas têm, aproximadamente, formato circular, utilizou-se a fórmula da área do círculo ( $\pi D^2/4$ ) para obter o diâmetro equivalente delas.

#### 3.2.1.2 Espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)

A espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier é uma técnica analítica que se baseia na absorção de radiação eletromagnética na região do infravermelho médio (número de onda entre 4000 e 400  $\text{cm}^{-1}$ ). A representação dessa análise é dada por um gráfico de intensidade de absorção *versus* número de onda, chamado “espectro infravermelho” do composto.

Os ensaios de FTIR desta pesquisa foram realizados no Laboratório de Materiais Multifuncionais e Experimentação Numérica da Universidade Federal do Rio Grande do Norte (UFRN). Essas análises foram realizadas no modo de transmissão, em 16 varreduras de espectro com resolução de 4 $\text{cm}^{-1}$ . O equipamento utilizado foi um espectrômetro BRUKER, modelo FT-IR VERTEX 70.

Analisaram-se, de forma comparativa, os espectros do óleo e soja e do óleo residual; do reagente alginato de sódio e do polímero cálcio-alginato; e os espectros das cápsulas Tipo 1, Tipo 1 residual e Tipo 2.

### 3.2.1.3 Propriedades térmicas das cápsulas

O comportamento térmico das cápsulas e do óleo foi investigado por meio das técnicas termoanalíticas de análise termogravimétrica (TGA) e análise térmica diferencial (DTA). Os ensaios foram realizados no Laboratório de Análise Térmica do Departamento de Engenharia de Materiais da UFCG, utilizando um analisador térmico modelo DTG-60H da marca SHIMADZU® com módulo simultâneo TGA/DTA. As amostras foram alocadas em cadinhos de alumina e o ensaio foi conduzido sob atmosfera de nitrogênio com vazão de 100 ml/min, na faixa de temperatura de 25-800 °C, à taxa de aquecimento de 10 °C/min.

A TGA acompanha a variação de massa da amostra em função da temperatura ou do tempo. Os termogramas foram construídos em um diagrama cujos eixos x e y correspondem à temperatura e ao percentual da massa inicial da amostra, respectivamente.

A DTA, por sua vez, determina continuamente a diferença entre as temperaturas da amostra e de um material de referência termicamente inerte, à medida que ambos vão sendo aquecidos à temperatura controlada. Ao longo do ensaio, as temperaturas da amostra e do material de referência se mantêm iguais até que ocorra alguma alteração física ou química na amostra: o aumento da temperatura da amostra em relação à da referência caracteriza uma reação exotérmica e o inverso reflete reações endotérmicas (MOTHÉ e AZEVEDO, 2009).

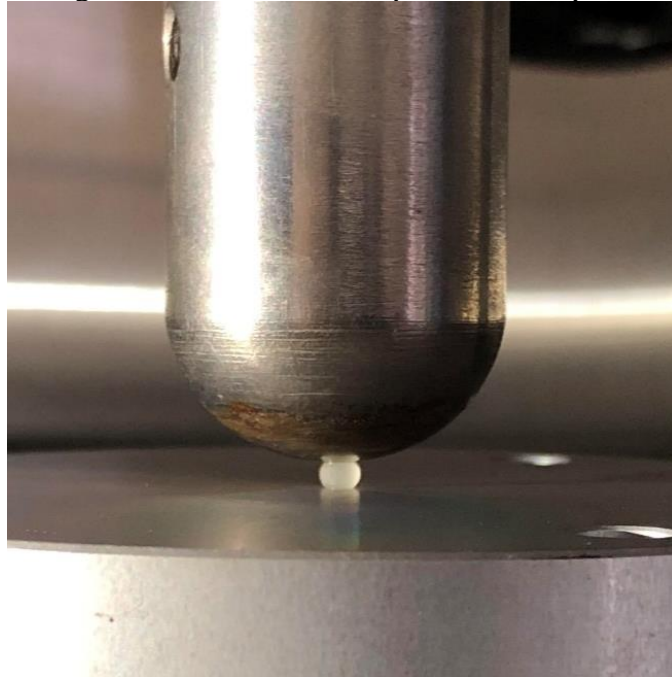
A partir dessas técnicas termoanalíticas foi possível avaliar se as cápsulas podem ser submetidas às temperaturas usadas na produção da mistura asfáltica, sem que haja degradações térmicas capazes de comprometer sua funcionalidade.

### 3.2.1.4 Resistência à compressão das cápsulas

A resistência à compressão das cápsulas foi medida por meio do ensaio de compressão uniaxial. Aproximadamente 15 cápsulas de cada tipo foram testadas à temperatura ambiente de 25°C.

Um sistema servo-hidráulico de carregamento, a *Universal Testing Machine-25* (UTM-25) da marca IPC Global®, foi utilizado para comprimir as cápsulas até a falha, à velocidade de 0,2mm/min de deslocamento do atuador (Figura 44). O desenvolvimento da força de compressão foi registrado durante o ensaio e as respectivas deformações.

Figura 44 – Ensaio de compressão em cápsula



### 3.2.2 *Dosagem da mistura asfáltica pela metodologia SUPERPAVE*

Para estudar o comportamento das misturas asfálticas, escolheu-se trabalhar com um concreto asfáltico à quente. A dosagem foi realizada seguindo a metodologia SUPERPAVE. O nível de tráfego utilizado foi o médio a alto e o tamanho máximo nominal (TMN) foi 19,0mm, tendo em vista os materiais descritos no Tópico 3.1.1.

A primeira etapa da dosagem consistiu na escolha de três composições granulométricas distintas, que são estabelecidas pela ponderação da granulometria dos agregados em uma granulometria única. A escolha das proporções dos agregados foi feita de forma a adequar a granulometria das misturas aos requisitos da metodologia SUPERPAVE e enquadrá-las aos limites estabelecidos para faixa C do DNIT 031/2006 – ES.

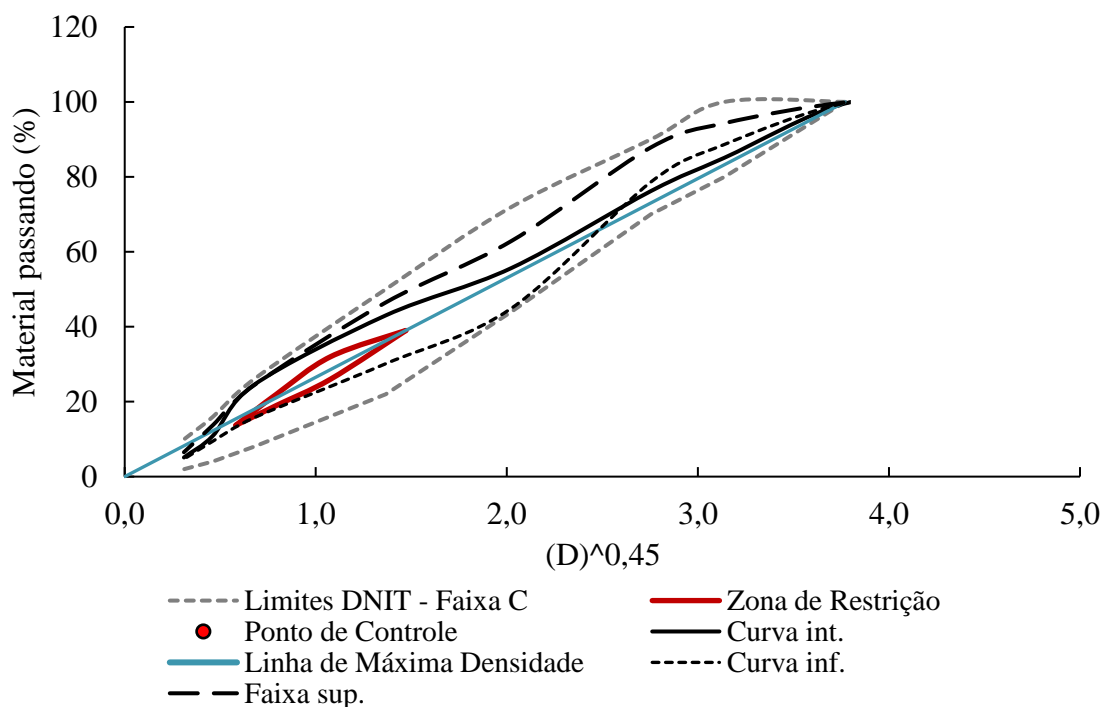
As proporções finais dos agregados escolhidos para cada uma das três composições estudadas são apresentadas na Tabela 5. As três granulometrias da mistura dos agregados foram referidas como “curva superior”, “curva intermediária” e “curva superior”. Elas estão apresentadas graficamente na Figura 45, junto com a Faixa C do DNIT para concretos asfálticos.



Tabela 5 – Proporções de agregados

	Brita 19,0mm	Brita 12,5mm	Pó de pedra	Areia	Cal
Inferior	16%	47%	36%	0%	1%
Intermediária	21%	28%	40%	10%	1%
Superior	8%	35%	54%	2%	1%

Figura 45 – Curvas inferior, intermediária e superior, TMN = 19,0mm



Após obter-se as três composições granulométricas adequadas aos requisitos da metodologia, prosseguiu-se para compactação de corpos de prova (CPs) com teor de ligante de inicial estipulado em 5% em peso total da mistura asfáltica, para as três composições estudadas. Os CPs foram compactados no Compactador Giratório SUPERPAVE (CGS) seguindo a norma ASTM D 6925-09.

Nessa etapa, foram moldados dois CPs para cada curva e para cada um dos três esforços de compactação (número de giros) diferentes:  $N_{inicial}$ ,  $N_{projeto}$  e  $N_{máximo}$ . Para o nível de tráfego médio a alto, esses esforços são respectivamente 8 giros, 100 giros e 160 giros. O  $N_{projeto}$  foi usado para selecionar o teor de ligante de projeto, enquanto o  $N_{inicial}$  e  $N_{máximo}$  foram usados para avaliar a compactabilidade da mistura.

A Tabela 6 resume os parâmetros calculados para as três composições granulométricas estudadas e apresenta os critérios a serem atendidos de acordo com o critério SUPERPAVE. A partir desses resultados é possível concluir que a composição intermediária atendeu às



exigências da dosagem e apresentou o Vv mais próximo de 4%. Dessa forma, escolheu-se trabalhar com essa composição para escolher o teor de ligante asfáltico de projeto.

Tabela 6 – Parâmetros volumétricos das misturas com teor de ligante inicial

Composição granulométrica	Teor de ligante	%Gmm @Ninicial	%Gmm @Nprojeto	%Gmm @Nmáximo	VAM (%)	Vv (%)
Inferior	5,0	91,0	97,3	98,3	14,9	2,7
Intermediária	5,0	88,8	96,1	97,1	15,3	3,9
Superior	5,0	88,9	95,4	95,8	15,5	4,6
Critérios SUPERPAVE		<89%	96%	<98%	≥13	4

Tendo em vista que o teor de ligante inicial da curva intermediária, além de atender aos requisitos, gerou um volume de vazios muito próximo do 4%, adotou-se esse teor como teor de ligante de projeto. Realizou-se a compactação de mais 2 CPs dessa mistura para confirmar os parâmetros calculados na Tabela 6, além do cálculo da relação betume-vazios (RBV) e a relação pó/asfalto (P/A) da mistura. A Tabela 7 resume os parâmetros volumétricos da mistura de projeto.

Tabela 7 – Resumo dos parâmetros volumétricos da mistura de projeto

	Teor de ligante	%Gmm @Ninicial	%Gmm @Nprojeto	%Gmm @Nmáximo	VAM (%)	Vv (%)	RBV (%)	P/A (%)
Resultado	5,0	88,8	96,1	97,1	15,3	3,9	74,93	0,71
Critérios SUPERPAVE		<89%	96%	<98%	≥13	4	65-75	0,6-1,2

### 3.2.3 Incorporação das cápsulas na mistura asfáltica

O teor de adição das cápsulas foi escolhido de forma a alcançar um conteúdo de óleo entre 6% a 8% em relação à massa do ligante asfáltico conforme descrito no Tópico 2.8.2.2. Al-Mansoori *et al.* (2018a) relacionaram o volume, a densidade e os resultados da TGA das cápsulas e de seus componentes para estimar a proporção de polímero alginato-cálcio e de óleo que as compõem. Uma vez que as cápsulas utilizadas nesta pesquisa foram confeccionadas com materiais e procedimentos similares aos usados por Al-Mansoori *et al.* (2018a), e devido à impossibilidade de medir a densidade dos materiais tal como os autores fizeram, assumiu-se os resultados por ele encontrados (Figura 25). As cápsulas Tipo 1 e Tipo 2 desta pesquisa correspondem, respectivamente, às cápsulas C3 e C4 estudadas pelos autores.

Portanto, escolheu-se os teores de adição de 0,6% das cápsulas Tipo 1 e Tipo 1 residual e 0,5% das cápsulas Tipo 2 em relação à massa total da mistura asfáltica.

A adição das cápsulas à mistura asfáltica ocorreu durante a usinagem, após a mistura dos agregados e do ligante asfáltico: uma vez que a mistura desses materiais se encontrava homogênea, as cápsulas foram adicionadas (Figura 46) e misturadas manualmente até que se encontrassem bem distribuídas por toda a mistura asfáltica (Figura 47).

Figura 46 – Cápsulas Tipo 1 residual adicionadas na mistura asfáltica durante a usinagem



Figura 47 – Mistura asfáltica após homogeneização das cápsulas Tipo 1 residual durante a usinagem



Por fim, as misturas foram compactadas no CGS sem nenhuma distinção do processo utilizado para compactar as misturas asfálticas sem cápsulas. O aspecto de um corpo de prova contendo cápsulas é apresentado na Figura 48.

Figura 48 – Corpo de prova com 150mm de altura contendo cápsulas Tipo 1 residual

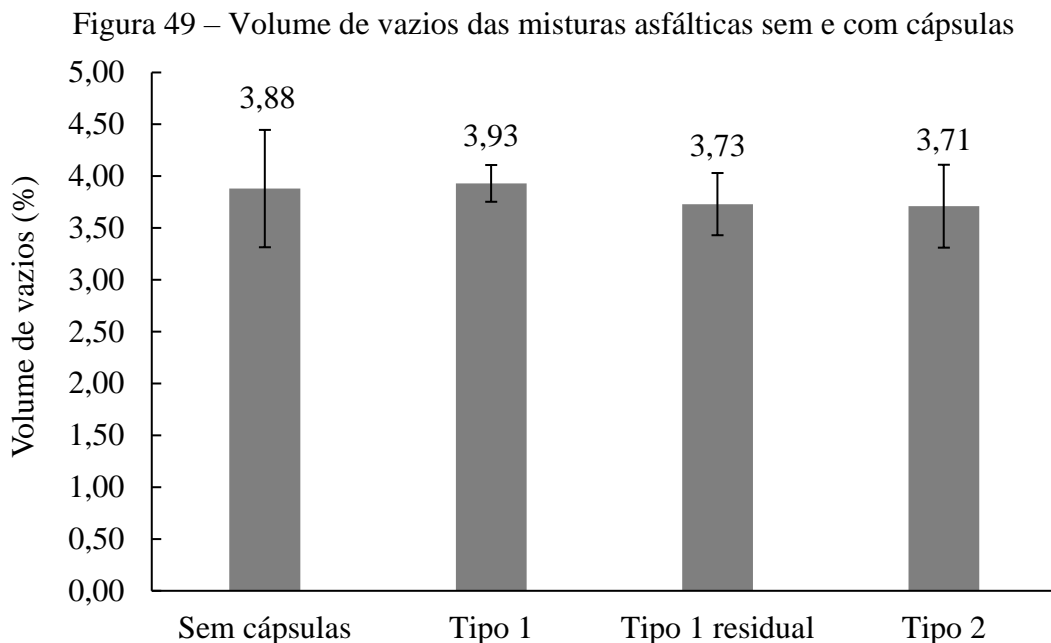


Devido ao fato de que a porcentagem de adição das cápsulas foi muito pequena, a proporção dos agregados e do ligante não foi reduzida para compensar a porcentagem de adição delas.

A fim de verificar eventuais alterações nas propriedades volumétricas causadas pela adição das cápsulas, dado que elas não foram consideradas durante a dosagem do concreto asfáltico, avaliou-se o volume de vazios das misturas com cápsulas. A Figura 49 apresenta os valores dos volumes de vazios obtidos da mistura asfáltica sem cápsulas e o medido para as misturas com adição dos três tipos de cápsulas estudadas. Esses resultados permitem concluir que a adição das cápsulas não resultou em alterações no volume de vazios, tendo em vista a pequena diferença entre os valores médios e os desvios-padrão consideráveis.

As cápsulas são capazes de adaptar seu formato ao dos materiais da mistura asfáltica ao seu redor, o que explica o fato de que não são criados vazios adicionais devido à presença das cápsulas como apresentado no tópico 2.8.2.2. Al-Mansoori (2018) também verificou que a

adição de cápsulas, com teor de óleo igual ao da cápsula Tipo 2 desta pesquisa, não altera o volume de vazios do concreto asfáltico.



#### 3.2.4 Efeito da adição das cápsulas nas propriedades mecânicas das misturas asfálticas

Apesar de que a adição de cápsulas às misturas asfálticas possa promover incrementos à autorregeneração, é necessário investigar possíveis efeitos negativos dessa adição na durabilidade e no desempenho das misturas. Para tanto, nesta pesquisa avaliou-se algumas das principais propriedades mecânicas das misturas asfálticas, sendo essas a resistência à tração, dano por umidade induzida, rigidez, resistência à deformação permanente e vida de fadiga. Todos os testes foram realizados com as amostras com e sem cápsulas, para fins de comparação.

##### 3.2.4.1 Resistência à tração por compressão diametral

A resistência a tração por compressão diametral (RT) das misturas asfálticas foi determinada seguindo o método de ensaio DNIT 136/2018. Nele, duas forças diametralmente opostas são aplicadas a um corpo de prova cilíndrico, por meio de frisos metálicos que geram tensões de tração uniformes perpendicularmente ao seu diâmetro.

O carregamento estático crescente foi aplicado por meio de uma prensa mecânica, à velocidade de deformação 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. Em média 15 corpos de prova de cada tipo de mistura asfáltica foram ensaiados para determinação da média dos resultados.

#### 3.2.4.2 Dano por umidade induzida

O método de ensaio DNIT 180/2018 é usado para avaliar o potencial de deslocamento da película de asfalto em misturas asfálticas sob a ação da água em ciclos de gelo e degelo. Este é, portanto, um medidor de adesividade que considera o efeito deletério da água sobre propriedades de resistência mecânica da mistura asfáltica.

Seis corpos de prova de cada grupo de mistura asfáltica foram moldados no CGS, medindo 100mm de diâmetro e aproximadamente 68mm de altura. A norma DNIT 180/2018 preconiza que os corpos de prova apresentem volume de vazios de  $7 \pm 0,5\%$  para esse ensaio. Para alcançar esse volume de vazios, os CPs foram compactados aplicando-se apenas 30 giros, ao invés dos 100 giros de projeto.

Os CPs foram divididos em dois grupos de três CPs cada. O primeiro grupo passou por um processo de condicionamento por ciclos gelo-degelo e um segundo grupo que não foi condicionado. Ambos foram submetidos ao ensaio de resistência à tração por compressão diametral. A resistência à tração indireta do grupo condicionado foi referida como “RTc” enquanto a do grupo não-condicionado foi referida como “RTnc”.

O resultado deste ensaio é dado pela Resistência Retida à Tração (RRT), calculada conforme a Equação 5.

$$RRT (\%) = \frac{RTc}{RTnc} \times 100 \quad \text{Equação 5}$$

Onde:

RTc = Resistência à tração indireta das amostras condicionadas (MPa); RTnc = Resistência à tração indireta das amostras não-condicionadas (MPa).

#### 3.2.4.3 Módulo de resiliência

Nesta pesquisa, a rigidez das misturas asfálticas foi medida a partir do módulo de resiliência, na configuração do ensaio de compressão diametral sob carga repetida, segundo a norma NBR 16018/2011.

Corpos de prova cilíndricos foram moldados no CGS, com medidas de 100mm de diâmetro e aproximadamente 64mm de altura. Uma carga no formato de onda *haversine* foi

aplicada no plano diametral vertical do corpo de prova, utilizando a UTM-25. A força máxima aplicada corresponde a 10% da força observada na ruptura pelo ensaio de tração por compressão diametral. A frequência de carregamento utilizada é 1Hz, onde um ciclo corresponde a 0,10s de aplicação da carga seguido de 0,9s de repouso.

A carga aplicada gera uma tensão de tração transversal ao plano de aplicação, resultando em um deslocamento diametral recuperável na direção horizontal correspondente à tensão gerada. Para medição do deslocamento horizontal dos corpos de prova foram utilizados dois transdutores mecânicos-eletromagnéticos tipo LVDT (*Linear Variable Differential Transducer*) presos ao corpo de prova por alças de referência.

Todos os ensaios foram realizados à temperatura ambiente de 25°C e utilizou-se no mínimo cinco amostras de cada um dos quatro grupos de mistura asfáltica estudados.

#### 3.2.4.4 Resistência à deformação permanente

O ensaio uniaxial de carga repetida foi realizado para medir a resistência à deformação permanente das misturas asfálticas seguindo o método de ensaio DNIT 184/2018. Neste ensaio utilizou-se corpos de prova cilíndricos, três amostras de cada grupo, com altura de aproximadamente 150mm e 100mm de diâmetro moldados no CGS, com 7% de volume de vazios.

Antes do ensaio, os CPs foram aquecidos em estufa à 60°C durante três horas. O procedimento foi realizado usando a *Asphalt Mixture Performance Tester* (AMPT) da marca IPC Global®. Aplicou-se um carregamento uniaxial cíclico compressivo de 204kPa no formato *haversine*, com 0,1s de aplicação e 0,9s de repouso. O critério de parada do ensaio foi o alcance de 7.200 ciclos de carregamento (2 horas de ensaio) ou uma deformação de 50.000 *microstrains*, na qual as amostras invariavelmente já atingiram a ruptura.

#### 3.2.4.5 Vida de fadiga

Nesta pesquisa, a vida de fadiga das misturas asfálticas foi medida pelo ensaio de fadiga por compressão diametral à tensão controlada, segundo o método de ensaio DNIT 183/2018.

Igualmente ao ensaio de módulo de resiliência, corpos de prova cilíndricos compactados no CGS (100mm de diâmetro e aproximadamente 64mm de altura) são submetidos à compressão diametral, que gera um estado biaxial de tensão de tração perpendicular à direção da carga aplicada. A aplicação da carga foi feita usando a UTM-25, na forma pulsos de

carregamento *haversine* à frequência de 1 Hz, que compreende 0,1s de aplicação seguido de 0,9s de descanso.

No decorrer do ensaio, a deformação devido à tração aumenta até provocar a ruptura do CP ao longo da parte central do plano diametral vertical. A deformação dos CPs foi medida por meio do sensor de descolamento do atuador da UTM. Definiu-se como critério de parada do ensaio o descolamento final do atuador de 8mm, o qual garante a ruptura completa dos CPs. Para avaliar a vida de fadiga da mistura, registra-se o número ciclos de carregamento (N) que provoca a ruptura do CP, a cada nível de tensão.

De acordo com a norma DNIT 183/2018, deve-se realizar o ensaio com quatro cargas diferentes, de forma a gerar quatro níveis de tensão cujos valores estejam entre 5% e 40% da resistência à tração indireta da mistura asfáltica. Nesta pesquisa, escolheu-se utilizar 32,5%; 35%; 37,5% e 40% da RT de cada uma das misturas estudadas. Para cada nível de tensão, foram ensaiados três CPs.

Os ensaios de fadiga são tipicamente interpretados por meio de curvas que relacionam os níveis de tensão aplicados com o N das amostras, ajustadas por uma função exponencial, chamada de lei ou modelo de fadiga, também conhecidas como curvas de *Wöhler* (MOCELIN, 2018).

Uma vez determinados os N das amostras, plotou-se curvas desses valores *versus* a deformação de tração inicial ( $\epsilon_i$ ) e *versus* a diferença de tensões no centro da amostra ( $\Delta\sigma$ ), em um gráfico log-log, para todos os níveis de tensão avaliados. Por meio de regressão linear, ajustou-se uma linha de tendência aos dados de cada mistura, a qual segue o modelo de previsão de fadiga de *Wöhler* (Equação 6 e Equação 7). De acordo com a norma do DNIT, essas regressões lineares devem apresentar R<sup>2</sup> mínimo de 0,8.

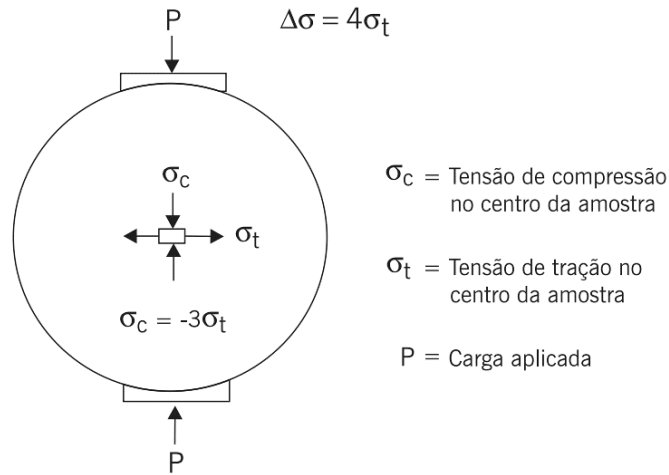
$$N = k_2 \left( \frac{1}{\epsilon_i} \right)^{n_2} \quad \text{Equação 6}$$

$$N = k_3 \left( \frac{1}{\Delta\sigma} \right)^{n_3} \quad \text{Equação 7}$$

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

A diferença de tensão no centro do CP ( $\Delta\sigma$ ) refere-se à subtração entre a tensão de compressão gerada pelo carregamento e a respectiva tensão de tração horizontal, como mostra a Figura 50. Estas são calculadas por meio da Equação 8 e da Equação 9.

Figura 50 – Representação das tensões no centro de um CP no ensaio de fadiga por compressão diametral (BERNUCCI *et al.*, 2008)



$$\Delta\sigma = 4\sigma_t \quad \text{Equação 8}$$

sendo,

$$\sigma_t = \frac{2F}{\pi t d} \quad \text{Equação 9}$$

Onde:

$\Delta\sigma$  = diferença das tensões (MPa);  $\sigma_t$  = tensão de tração no centro do corpo de prova (MPa); F = carga aplicada (N); t = espessura do corpo de prova (mm); d = diâmetro do corpo de prova (mm).

A deformação resiliente inicial no centro do corpo de prova ( $\epsilon_i$ ) é calculada de acordo com a Equação 10.

$$\epsilon_i = \frac{\sigma_t}{MR} \quad \text{Equação 10}$$

Onde:

$\sigma_t$  = tensão de tração no centro do corpo de prova; MR = módulo de resiliência (MPa)



### 3.2.5 Medição da autorregeneração

A avaliação da autorregeneração das misturas asfálticas consistiu em verificar a recuperação mecânica após submeter um mesmo corpo de prova a duas repetições de um ensaio que leva à formação de trincas. As duas repetições do ensaio foram intercaladas por um período de descanso, como será descrito adiante.

Dois metodologias foram utilizadas: uma baseada no ensaio de tração por compressão diametral e a segunda, na fadiga por flexão de três pontos sobre fundação elástica. Essas metodologias diferem entre si não apenas no modo de carregamento, como também nos tempos de descanso e nível de dano causado nas amostras.

#### 3.2.5.1 Tração por compressão diametral

Esta metodologia de medição da autorregeneração baseou-se nos procedimentos estabelecidos por Paciência *et al.* (2019). Corpos de prova cilíndricos moldados no CGS, medindo 100mm de diâmetro e aproximadamente 64mm de altura, foram inicialmente submetidos ao ensaio de tração por compressão diametral, segundo o método de ensaio DNIT 136/2018 (Figura 51a). Dessa forma, obteve-se a resistência à tração máxima calculada a partir da ruptura do corpo de prova ( $R_1$ ).

Com o objetivo de simular o efeito do carregamento do tráfego sobre pavimentos trincados e a sua contribuição para a romper as cápsulas, buscou-se aplicar um carregamento estático axial nos corpos de prova, perpendicularmente à superfície de ruptura do corpo de prova.

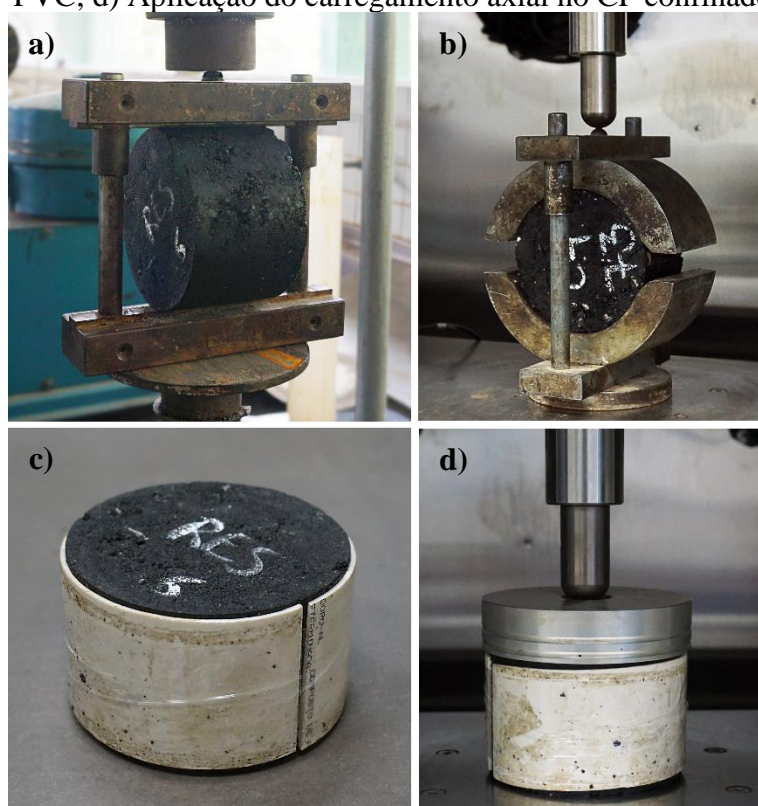
No entanto, devido ao dano elevado causado pela ruptura, foi necessário reunir as partes rompidas dos corpos de prova para, assim, viabilizar a aplicação da carga axial. Para isso, colocou-se o corpo de prova rompido no molde de compressão usado no ensaio de estabilidade Marshall e, utilizando a UTM, aplicou-se um carregamento estático de aproximadamente 5 kN por 5 min (Figura 51b).

Após a aplicação do carregamento usando o molde do ensaio de estabilidade Marshall, os corpos de prova foram envolvidos em molde um de PVC e fita adesiva, garantindo seu confinamento (Figura 51c).

A aplicação do carregamento axial foi então realizada por meio da UTM, à força de 5kN durante 5 min (Figura 51d).

Em seguida, as amostras foram deixadas descansar por quatro períodos de tempo distintos: 1 dia, 3 dias, 5 dias e 7 dias. Os corpos de prova são deixados em repouso para que o óleo contido nas cápsulas pudesse se difundir na mistura asfáltica. O mesmo procedimento foi realizado na mistura sem cápsulas para efeito de comparação, pois, desta forma, é possível distinguir a autorregeneração natural da mistura daquela promovida pela presença das cápsulas.

Figura 51 – Etapas da medição da autorregeneração por meio do ensaio de tração por compressão diametral: a) ensaio de tração por compressão diametral; b) aplicação do carregamento estático usando o molde de Estabilidade Marshall; c) confinamento no molde de PVC; d) Aplicação do carregamento axial no CP confinado



Concluído o período de descanso, os corpos de prova foram submetidos a um segundo ensaio de tração por compressão diametral, aferindo-se, assim, a resistência à tração indireta após o período de descanso ( $R_2$ ).

Todos os procedimentos foram realizados à temperatura ambiente de aproximadamente 25 °C e foram utilizados no mínimo quatros corpos de prova para cada grupo de mistura asfáltica, em cada período de descanso.

A autorregeneração foi calculada pela Equação 11.

$$\text{Nível de autorregeneração (\%)} = \frac{R_2}{R_1} \times 100$$

Equação 11

Onde:

$R_1$  = resistência à tração por compressão diametral na primeira ruptura (MPa);  $R_2$  = resistência à tração por compressão diametral na segunda ruptura (MPa).

### 3.2.5.2 Fadiga por flexão de três pontos sobre fundação elástica

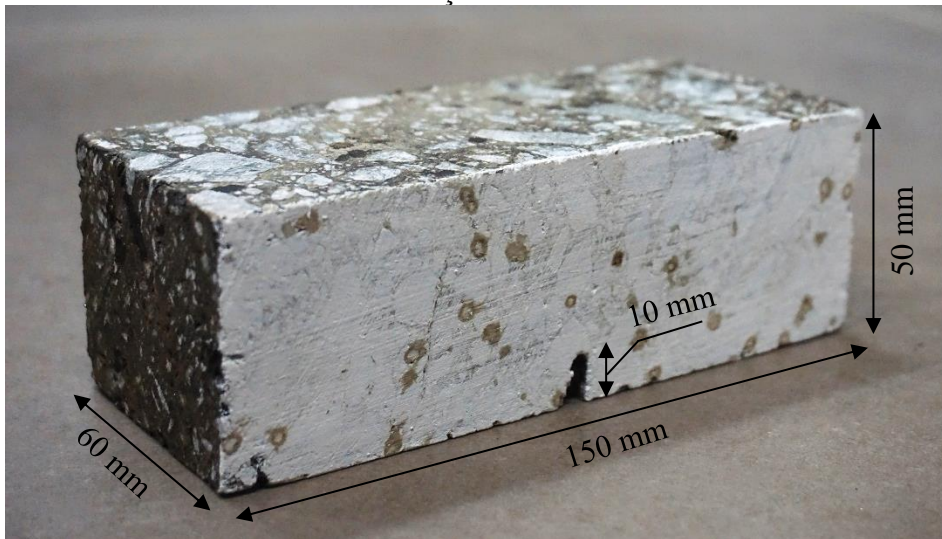
Esta metodologia de medição da autorregeneração baseou-se nos procedimentos apresentados por García *et al.* (2020). Os corpos de prova a serem utilizados nesse procedimento foram inicialmente compactados no CGS, com geometria cilíndrica de 100mm de diâmetro e, aproximadamente, 150mm de altura. Para produzir corpos de prova prismáticos a partir das amostras cilíndricas, essas foram serradas utilizando um disco de corte diamantado em uma serra de bancada (Figura 52).

Figura 52 – Serragem dos corpos de prova cilíndricos



As amostras foram serradas face a face, de forma a resultar em paralelepípedos com aproximadamente 150mm de comprimento, 50mm de altura e 60mm de espessura. Além disso, foi feito um entalhe no meio do comprimento das amostras, com 10mm de altura e a largura do corte do disco (~4mm), como apresentado na Figura 53. A finalidade do entalhe é concentrar as tensões durante o ensaio de flexão, conduzindo a formação das trincas para este ponto.

Figura 53 – Corpo de prova prismático usado no ensaio de flexão de três pontos sobre fundação elástica



Uma das faces laterais de  $150 \times 50$  mm foi pintada de branco, com tinta PVA, para facilitar a visualização da formação das trincas durante o ensaio.

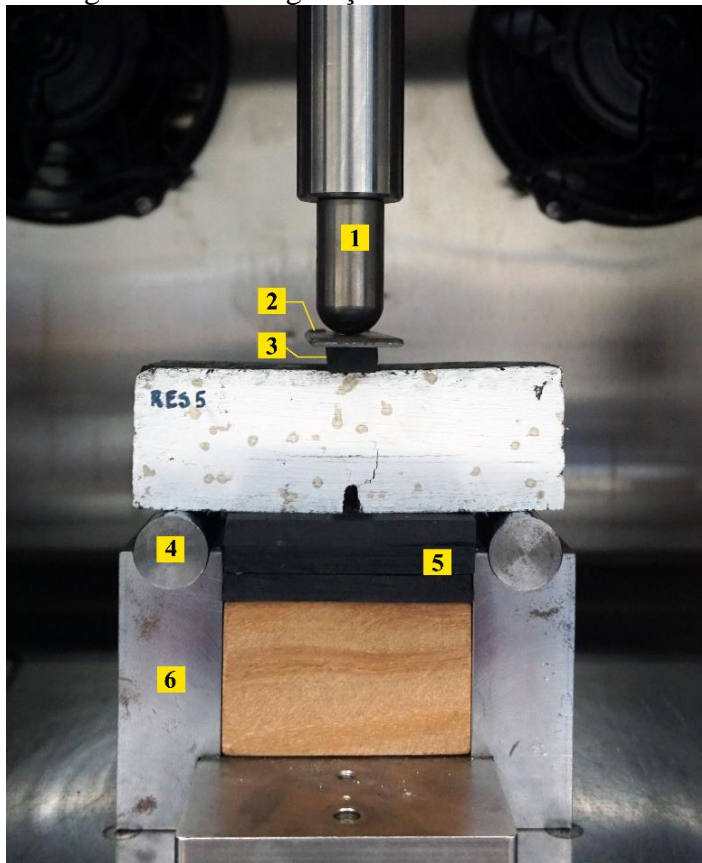
O procedimento desta metodologia é dividido em duas etapas: a primeira consistiu em realizar o ensaio de fadiga na configuração da flexão de três pontos de forma a determinar a vida de fadiga das misturas ( $N_{0,5}$ ). A segunda etapa consistiu em aplicar, em novos CPs, apenas uma parcela dos ciclos da vida de fadiga ( $N_h$ ) e deixá-los descansar. Por fim essas amostras foram submetidas novamente ao ensaio, até alcançarem a fadiga completa. Esses procedimentos são detalhados adiante.

Para a realização do ensaio de fadiga na configuração da flexão de três pontos, utilizou-se um suporte típico do ensaio SCB (*Semi-circular Bending Test*), composto por dois roletes de aço e uma peça base para suporte dos roletes, com distanciamento de 120 mm entre o eixo dos mesmos. No entanto, no vão entre os roletes foi colocado uma membrana elástica de borracha Neoprene, na qual o corpo de prova também fica apoiado durante o ensaio. A membrana elástica tem o objetivo de reduzir o desenvolvimento de deformações permanentes durante o teste, conforme sugerido por García *et al.* (2020). Além disso, a fundação elástica simula a estrutura real de um pavimento flexível (QIU, 2012).

A UTM-25 foi utilizada para a aplicação do carregamento. No contato entre o atuador da prensa e o meio da face superior do corpo de prova, colocou-se um pequeno bloco de borracha Neoprene com 15mm de largura, a fim de evitar o desenvolvimento de deformações permanentes que se observa quando se aplica cargas usando um friso metálico. Uma placa de

aço fina foi usada sobre o bloco de Neoprene para auxiliar a distribuição do carregamento ao longo da espessura do corpo de prova.

Figura 54 – Configuração do ensaio de flexão de três pontos sobre fundação elástica

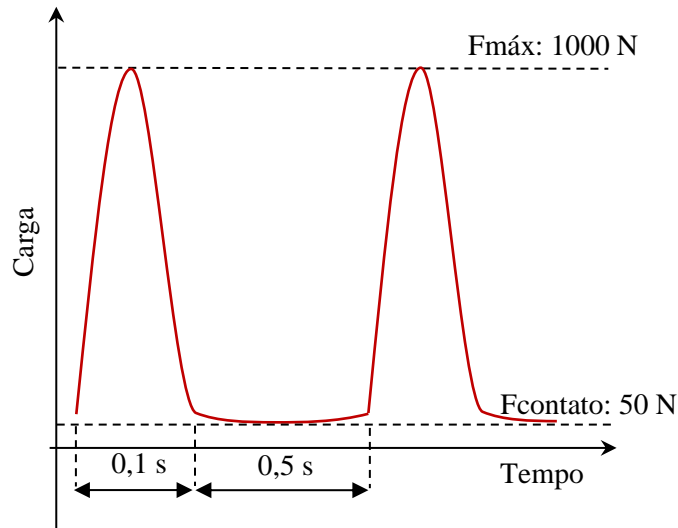


- 1 – Atuador da UTM;
- 2 – Placa de aço;
- 3 – Bloco de borracha Neoprene;
- 4 – Rolete;
- 5 – Fundação elástica de borracha Neoprene;
- 6 – Base para suporte dos roletes.

A aplicação do carregamento dinâmico foi feita por meio de pulsos no formato *Haversine*, com 0,1s de aplicação seguidos de 0,5s de descanso. Dessa forma, um ciclo de carregamento durou 0,6s, resultando numa frequência de carregamento de 1,67 Hz. A força máxima aplicada foi de 1000 N e, para manter o contato contínuo entre o atuador e o corpo de prova, uma carga de contato de 50 N foi mantida ao longo do ensaio (Figura 55). Os ensaios foram realizados à temperatura de 25°C.



Figura 55 – Modo de carregamento usado no ensaio de flexão de três pontos sobre fundação elástica



Ao longo da aplicação do carregamento dinâmico, acompanhou-se o descolamento do atuador da UTM por meio do software da máquina. Um deslocamento de 1,2 mm do atuador foi estabelecido como critério de parada para o ensaio. Isto é, uma vez alcançado tal deslocamento, as amostras foram consideradas “rompidas” e o número de ciclos que levou a esse deslocamento era registrado.

O ensaio de fadiga na configuração da flexão de três pontos sobre fundação elástica até a ruptura foi realizado em média em 8 corpos de prova para cada grupo de mistura asfáltica. A fim de estipular a vida de fadiga esperada para cada grupo de mistura asfáltica, calculou-se o número de ciclos com 50% de probabilidade de levar as amostras à ruptura. Este número foi referido como “ $N_{0,5}$ ”.

Para determinar o  $N_{0,5}$  a partir do número de ciclos até a ruptura observados nos ensaios realizados, a distribuição estatística de *Weibull* foi ajustada aos resultados. Essa distribuição relaciona a probabilidade acumulada de ruptura com o número de ciclos de carregamento aplicado no material. Trustrum e Jayatilaka (1983) afirmam que a estatística de *Weibull* descreve melhor a probabilidade de fratura causada pelo acúmulo progressivo de energia mecânica de um material do que outras distribuições tais como a normal, log-normal ou exponencial.

Para estimar os parâmetros de escala ( $\alpha$ ) e parâmetros de forma ( $\beta$ ) da distribuição bi-paramétrica *Weibull* de cada grupo de misturas, utilizou-se o método gráfico por regressão linear dos dados amostrais, usando a função de distribuição empírica  $F(t)$  de Hazen (1930),

conforme detalhado em Kirtay e Dispinar (2012). A Figura 56 apresenta uma das regressões lineares usadas para determinar os parâmetros da distribuição de *Weibull* nesta pesquisa, enquanto a Figura 57 mostra um exemplo de curva de probabilidade acumulada de fratura da distribuição *Weibull*.

Figura 56 – Linha de tendência usada para estimar os parâmetros da distribuição de *Weibull*

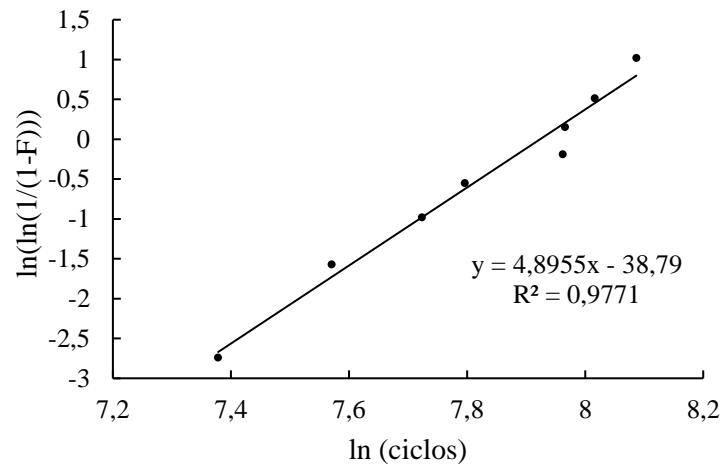
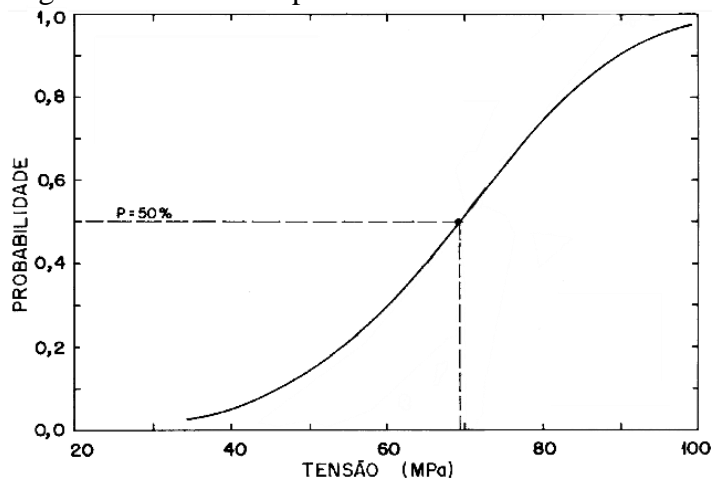


Figura 57 – Curva de probabilidade teórica de *Weibull*



Fonte: Adaptado de Migliore Júnior e Zanotto (1992)

Uma vez estimado o  $N_{0,5}$ , seguiu-se para o estudo da autorregeneração das misturas asfálticas. Essa etapa consistiu em, primeiramente, aplicar uma certa parcela do  $N_{0,5}$  em corpos de prova, também pelo ensaio de fadiga de flexão de 3 pontos sobre fundação elástica. Essa parcela é aqui referida como “ $N_h$ ”. O objetivo de aplicar apenas uma parcela da quantidade de ciclos que leva as amostras à ruptura ( $N_h$ ) é gerar trincas de menores dimensões nos corpos de

prova, as quais possam ser mais facilmente fechadas pela autorregeneração das misturas asfálticas.

A escolha do valor do  $N_h$  utilizado nesta pesquisa baseou-se em García *et al.* (2020). Em seu estudo, os autores avaliaram a autorregeneração de misturas asfálticas quando aplicado diversas frações do  $N_{0,5}$ , isto é, diversos valores de  $N_h$ , antes de submeter as amostras ao período de descanso. Para aplicação de um  $N_h$  muito alto em relação ao  $N_{0,5}$ , o nível de autorregeneração observado era muito baixo. Da mesma forma, quando aplicado um  $N_h$  muito pequeno em relação ao  $N_{0,5}$ , a autorregeneração alcançada era pouco expressiva. Os autores observaram o *healing* máximo para  $N_h$  em torno de 30% a 40% do  $N_{0,5}$ , independentemente da força máxima aplicada no ensaio, como descrito no Tópico 2.8.1. Portanto, seguindo estas diretrizes, nesta pesquisa utilizou-se 35% do  $N_{0,5}$ , ou seja,  $N_h = 0,35 \times N_{0,5}$ .

Apesar de que García *et al.* (2020) utilizam a metodologia de aquecimento por indução para intensificar o *self-healing*, supõe-se que o nível de dano de 35% produza uma maximização dos valores do *self-healing* independentemente do sistema de autorregeneração utilizado. Isto porque o tamanho das trincas pode ser um dos fatores que mais influencia a eficiência do processo autorregenerativo. Ademais, esse é o único estudo disponível atualmente na literatura em que esta metodologia de medição do *self-healing* também foi utilizada.

Após a aplicação do  $N_h$ , os corpos de prova foram deixados descansar à temperatura ambiente de aproximadamente 25°C, confirmados em um molde de ferro para comprimi-los perpendicularmente às interfaces das trincas (Figura 58). O molde foi usado para que as interfaces das trincas produzidas durante o ensaio pudessem entrar em contato, tendo em vista que essas possuíam dimensões grandes demais para que o processo de molhamento, e os subsequentes a este, pudessem ter início.

Figura 58 – Corpo de prova confinado em molde após realizado o primeiro ensaio de flexão de três pontos sobre fundação elástica





As amostras foram deixadas descansar por três períodos de descanso distintos: 24hrs, 48hrs e 72hrs. Para cada período de descanso e para cada grupo de mistura asfáltica, foram ensaiados três corpos de prova.

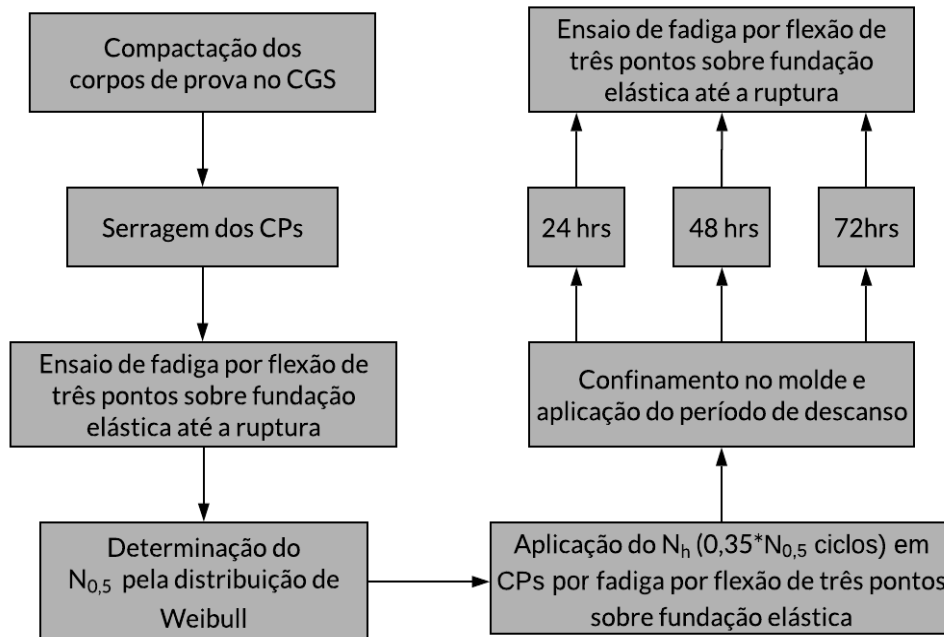
Por fim, após o período de descanso, os corpos de prova foram novamente submetidos ao ensaio de fadiga por flexão de três pontos sobre fundação elástica até atingir a ruptura, isto é, quando verificado 1,2mm de deslocamento do atuador da UTM. Registrou-se este número de ciclos como “ $N_{total}$ ”.

A autorregeneração das misturas asfálticas foi calculada por uma relação entre o número de ciclos suportados pelas amostras até a ruptura após o período de descanso ( $N_{total}$ ) e a vida de fadiga esperada para a mistura asfáltica ( $N_{0,5}$ ) utilizando a Equação 12.

$$Nível\ de\ autorregeneração\ (\%) = \frac{N_{total}}{N_{0,5}} \times 100 \quad \text{Equação 12}$$

O fluxograma da Figura 59 resume a metodologia da medida da autorregeneração pelo ensaio de fadiga por flexão de três pontos sobre fundação elástica.

Figura 59 – Fluxograma da metodologia da medida de autorregeneração por meio do ensaio de flexão de três pontos sobre fundação elástica



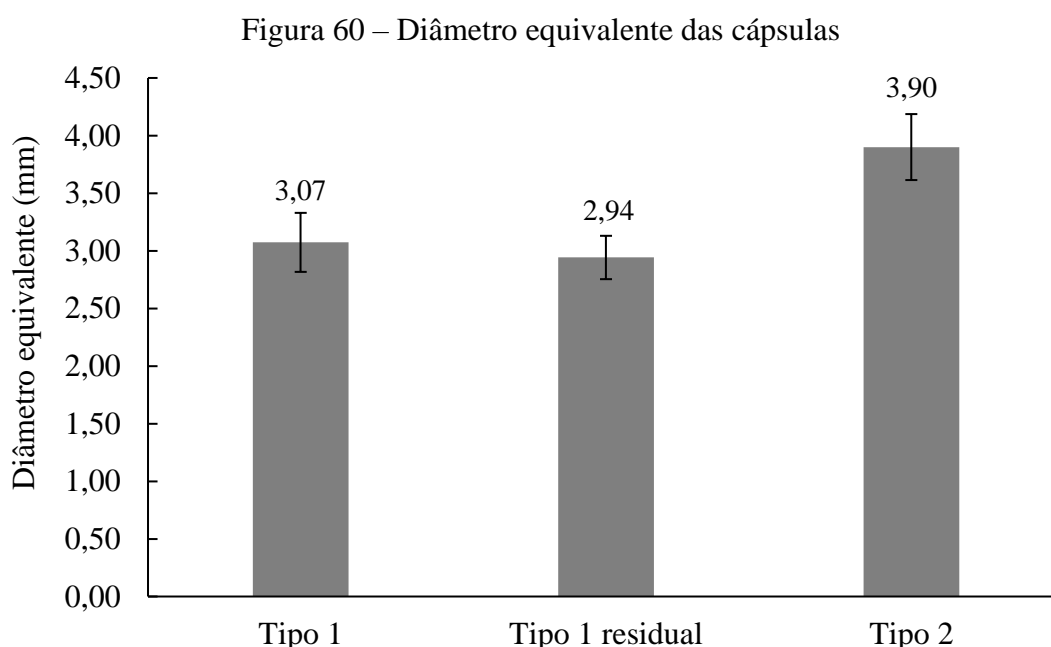
## 4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo são apresentados e analisados os resultados da caracterização das cápsulas, o efeito da adição das cápsulas sobre as propriedades mecânicas e sobre a autorregeneração das misturas asfálticas.

### 4.1 Propriedades das cápsulas

#### 4.1.1 Diâmetro das cápsulas

Na Figura 60 são apresentados os diâmetros médios calculados para os três tipos de cápsulas estudadas e seus respectivos desvios-padrão.



Testes t, realizados par a par, considerando a hipótese nula de não haver diferença entre os diâmetros de cada grupo de cápsulas, apontaram que essa hipótese deve ser descartada. Portanto, pode-se afirmar que o diâmetro das cápsulas cresce na sequência: Tipo 1 residual, Tipo 1 e Tipo 2.

Dessa forma, pode-se concluir que o teor de óleo/água utilizado durante a produção das cápsulas é o fator preponderante na determinação do tamanho delas. De acordo com Al-Mansoori *et al.* (2018a), isso ocorre tendo em vista que o polímero cálcio-alginato é permeável à água, mas impermeável ao óleo. Isto é constatado pelo fato de que quando as cápsulas

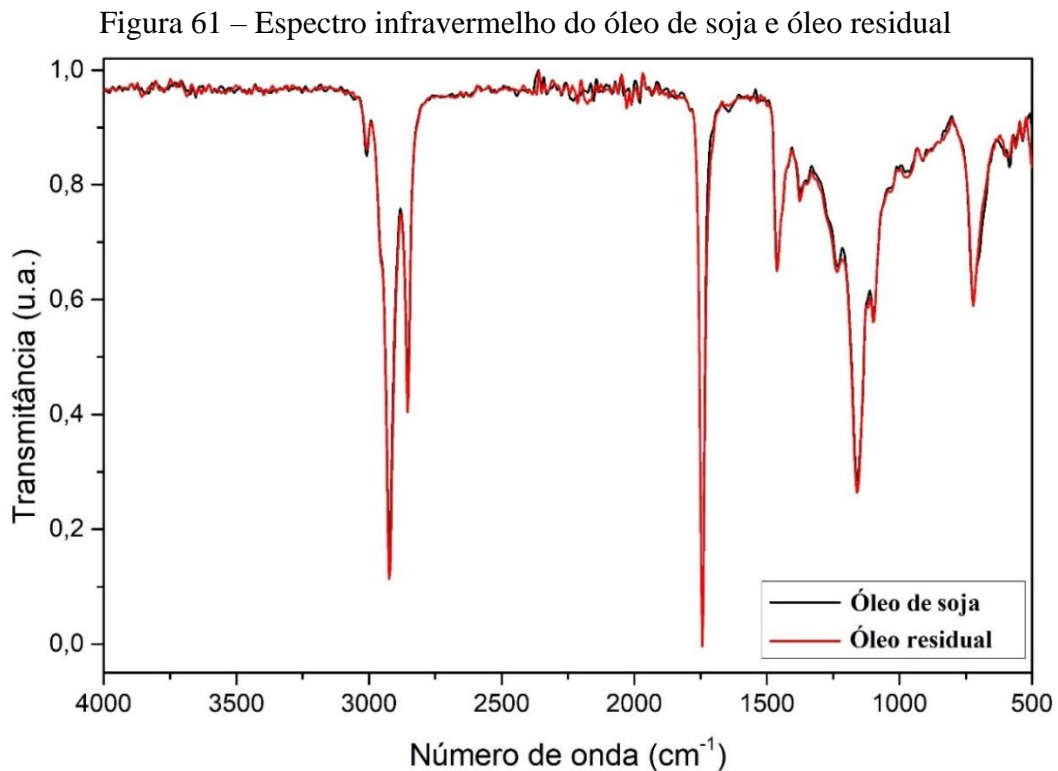
encontram-se úmidas, logo após sua confecção, todos os três tipos de cápsulas possuem tamanhos semelhantes. No entanto, após a secagem, seu volume reduz devido à perda de água, diferenciando o diâmetro das cápsulas proporcionalmente ao conteúdo de óleo.

Devido ao fato de que as cápsulas Tipo 1 residual serem ligeiramente menores do que as cápsulas Tipo 1, ainda que contenham o mesmo teor de óleo, pode-se supor que o óleo residual possua componentes solúveis em água, os quais são evaporados durante a secagem das cápsulas, resultando em um diâmetro final menor.

O diâmetro equivalente de cápsulas de cálcio-alginato contendo óleo de girassol estudadas por Al-Mansoori *et al.* (2018a), também obtido por imagens processadas pelo software *ImageJ*<sup>®</sup>, compostas por teores de óleo/água iguais às do Tipo 1 e Tipo 2 desta pesquisa, foram 3,7mm e 4,8mm, respectivamente. Portanto, possuem a mesma ordem de grandeza que as cápsulas usadas nesta pesquisa.

#### 4.1.2 FTIR

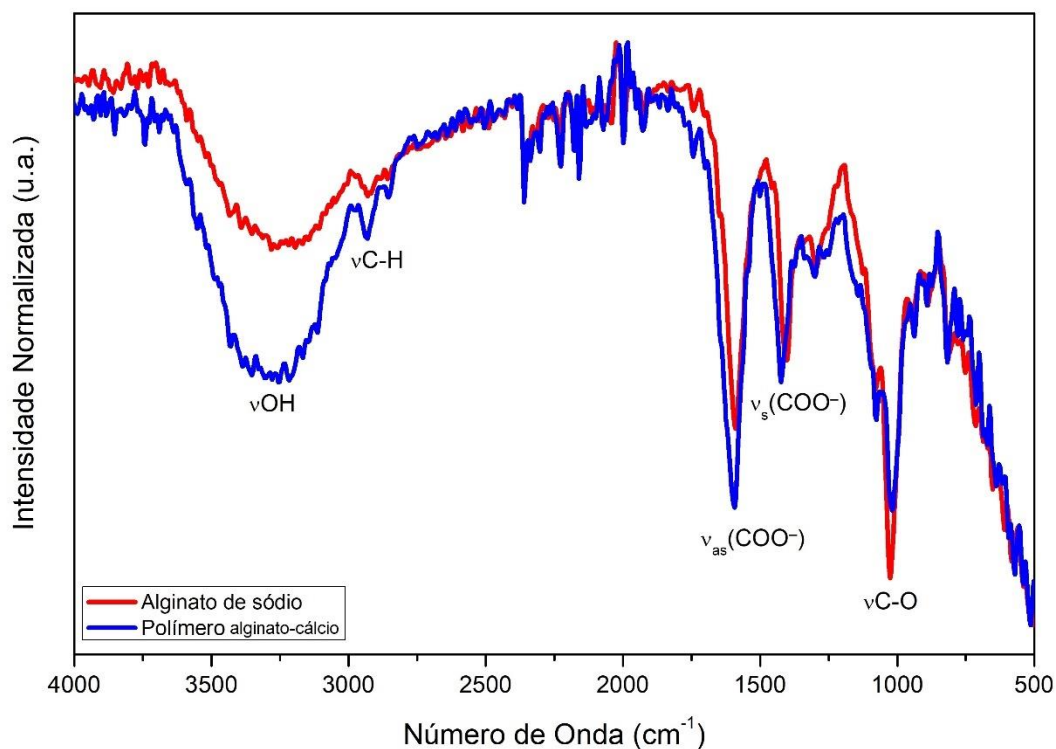
A Figura 61 apresenta o espectro infravermelho do óleo de soja e do óleo residual.



A Figura 61 permite constatar que os espectros dos óleos apresentaram um perfil semelhante entre si. Nestes espectros foram observados picos em 2955, 2923 e 2854  $\text{cm}^{-1}$  que estão relacionados a estiramentos assimétricos e simétricos dos grupos metila e metileno, respectivamente. Os picos observados em 1460 e 1376  $\text{cm}^{-1}$ , por sua vez, representam a deformação angular dos grupos metileno e metila, respectivamente. O pico em 1746  $\text{cm}^{-1}$  indica estiramento de grupo carbonila, que, junto aos picos em 1236, 1163, 1097  $\text{cm}^{-1}$  para estiramentos assimétricos e simétricos das ligações  $-(\text{C}=\text{O})-\text{O}-$ , são indicativos da presença de grupos ésteres na amostra. Esses três picos dos estiramentos das ligações  $-(\text{C}=\text{O})-\text{O}-$  estão relacionadas aos diferentes compostos do tipo triacilgliceróis presentes no óleo. O não aparecimento de uma banda entre 3100 e 3600  $\text{cm}^{-1}$  indica de que o óleo possui baixo (ou desprezível) teor de ácidos graxos. Por fim, o pico em 721  $\text{cm}^{-1}$ , para estiramentos do tipo *rocking*, mostra que há cadeias alifáticas longas nas moléculas contidas no óleo.

A Figura 62 exhibe os espectros infravermelho do reagente alginato de sódio e do polímero alginato-cálcio (sem óleo).

Figura 62 – Espectro infravermelho do alginato de sódio e do polímero cálcio-alginato



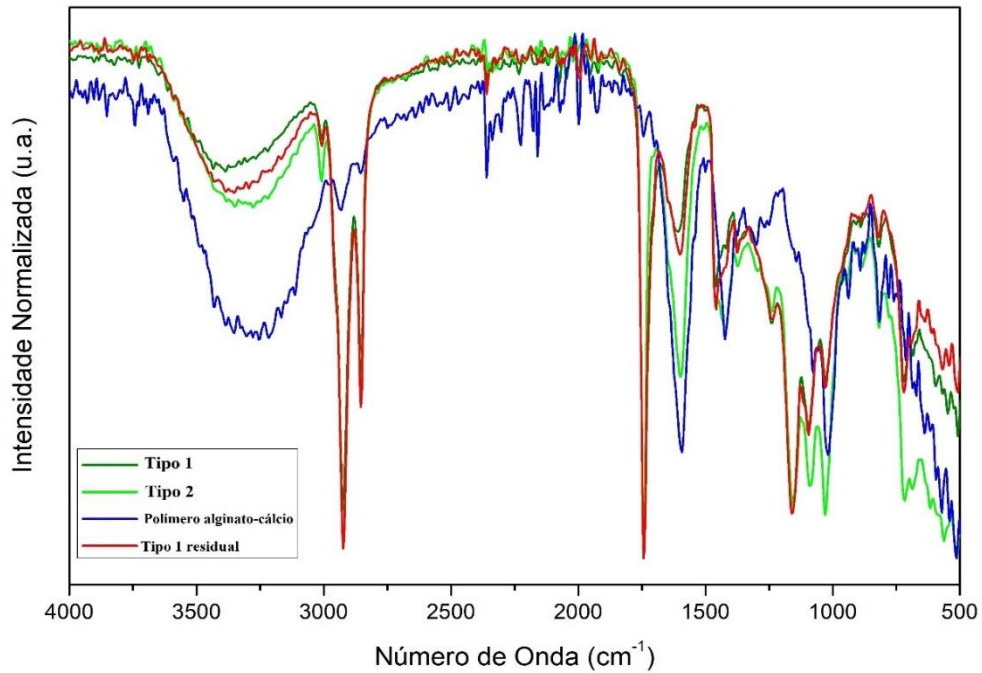
Para ambos espectros foram encontrados os mesmos picos, pelo fato de que ao alginato não sofreu mudanças estruturais, mas apenas no seu ambiente químico. Esta informação pôde ser constatada devido a pequenas diferenças nos valores das frequências absorvidas para estiramentos nos grupos carboxilatos, que são as espécies químicas que interagem diretamente com cátions (sódio e cálcio).

Nestes espectros foram encontradas bandas entre 3050 e 3660  $\text{cm}^{-1}$  para hidroxilas, leves picos em 2930  $\text{cm}^{-1}$  para estiramentos em ligações C-H, e picos de estiramentos assimétricos e simétricos em, respectivamente, 1592 e 1404  $\text{cm}^{-1}$  para o alginato de sódio e 1596 e 1424  $\text{cm}^{-1}$  para o polímero alginato-cálcio. A diferença entre os valores de sinais assimétricos e simétricos são um indicativo da natureza do modo de coordenação do metal ao carboxilato. A diferença de 172  $\text{cm}^{-1}$  entre os sinais assimétricos e simétricos do polímero alginato-cálcio indica que o modo de coordenação do cálcio com o carboxilato é bidentado em ponte, de acordo com o encontrado na literatura (PAPAGEORGIU *et al.*, 2010). Esta informação é importante pois corrobora a ideia da formação de uma estrutura organizada na forma de *egg-box*, conforme pressuposto pelo processo de gelificação ionotrópica de alginato na presença de cálcio.

Outros picos são referentes a ligações C-O em 1122, 1083 e 1025  $\text{cm}^{-1}$ , comuns a estes tipos de compostos.

Na Figura 63 são mostrados os espectros infravermelhos das cápsulas junto com o do polímero alginato-cálcio. Verifica-se a presença direta dos picos correspondentes ao óleo nos espectros das cápsulas quando em comparação ao espectro do polímero: 1236  $\text{cm}^{-1}$  e 1163  $\text{cm}^{-1}$ , que representam grupos ésteres, e em ~1745  $\text{cm}^{-1}$  que representa o estiramento de grupo carbonila. Além disso, pode-se observar que esses picos são mais intensos no espectro das cápsulas Tipo 2, indicando a presença de um maior teor de óleo.

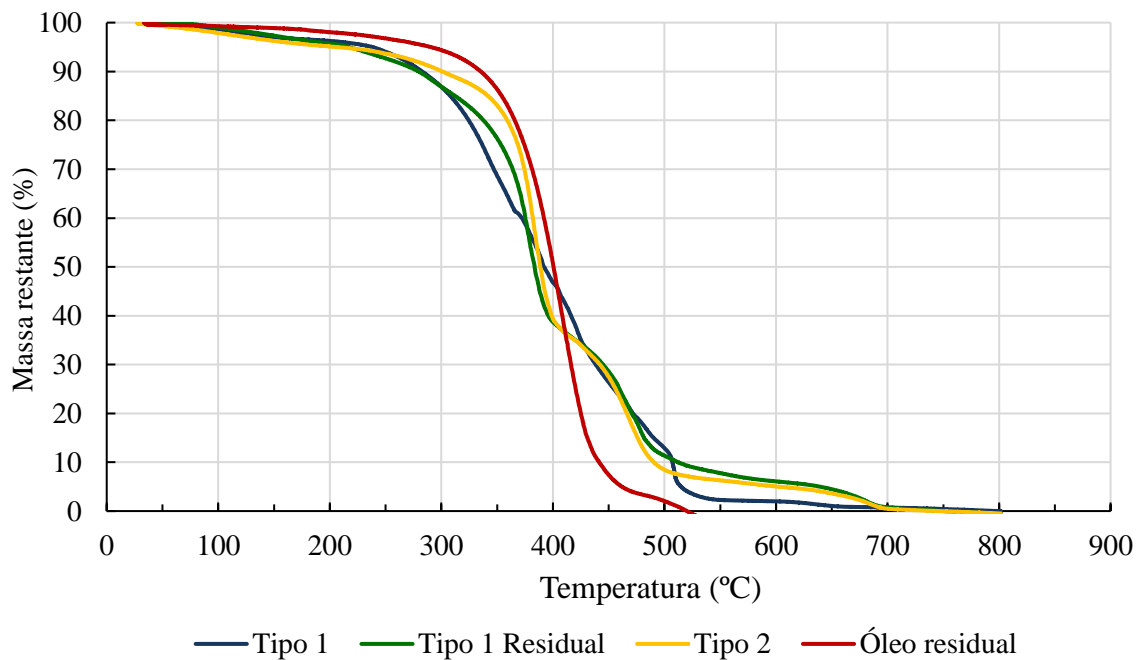
Figura 63 – Espectro infravermelho das cápsulas e do polímero alginato-cálcio

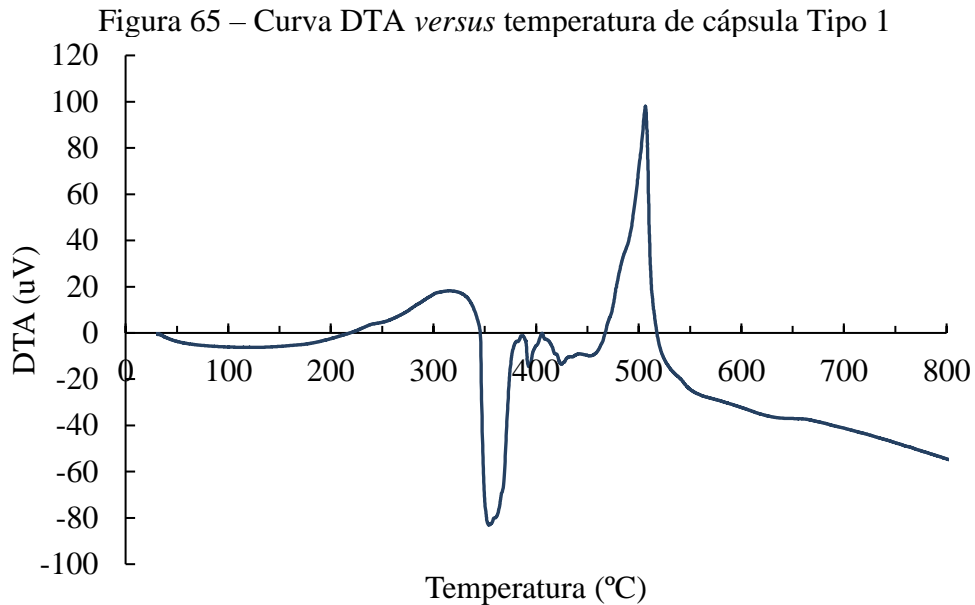


#### 4.1.3 Propriedades térmicas das cápsulas

A Figura 64 apresenta as perdas de massa percentuais das amostras conforme o aumento da temperatura e a Figura 65 mostra a curva DTA de uma cápsula Tipo 1 como representativa das demais cápsulas.

Figura 64 – Termogramas das amostras analisadas





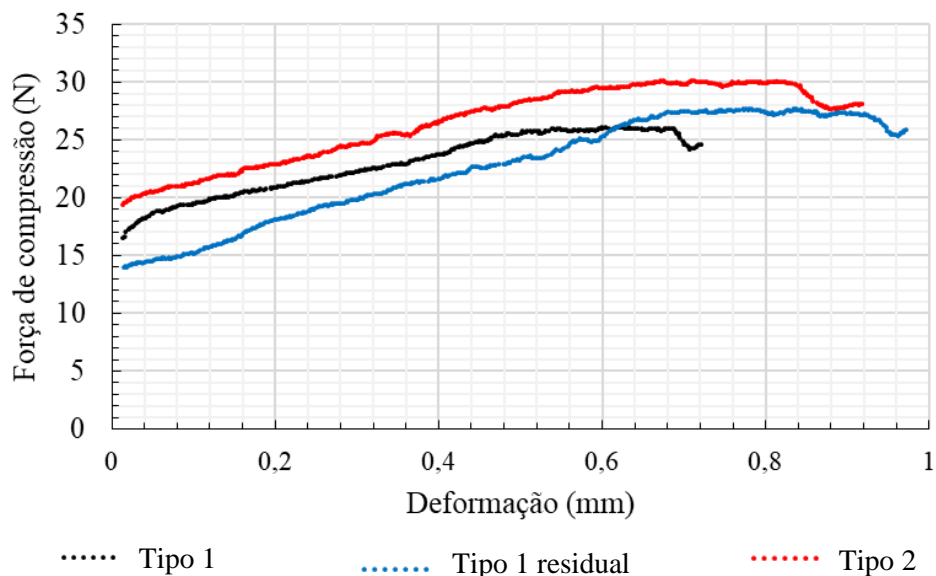
De acordo com as afirmações de Silva (2018) os termogramas e a curva DTA das cápsulas apresentam os seguintes eventos térmicos: perda de água, que é um evento endotérmico na qual as moléculas de água absorvem energia para mudarem de estado; também se observa um pico endotérmico devido à energia necessária para evaporação do óleo; eventos exotérmicos devido à degradação dos compostos, que podem ser relacionados à liberação de energia pelo rompimento de ligações químicas e interações intra e intermoleculares. De acordo com Levic *et al.* (2012), a decomposição térmica de polissacarídeos ocorre pela ruptura das ligações C—O e C—C. Por fim, também ocorrem eventos exotérmicos devido à oxidação de resíduos carbonáceos, com formação de CO<sub>2</sub> e CO.

Para a temperatura de usinagem (~160°C) do ligante asfáltico utilizado nesta pesquisa, as cápsulas Tipo 1, Tipo 1 residual e Tipo 2 apresentaram perdas de massa de 3,15%, 3,02% e 4,00%. Essa perda inicial de massa pode dever-se à evaporação de alguma massa de água residual que não foi evaporada durante a secagem das cápsulas e a degradações térmicas do polímero, tendo em vista que a essa temperatura, o óleo apresenta uma degradação térmica de apenas 1,09%. Esses valores demonstram que as cápsulas possuem estabilidade térmica para serem submetidas às temperaturas de produção das misturas asfálticas sem que sua funcionalidade seja comprometida. Resultados similares foram observados por Al-Mansoori *et al.* (2018a).

#### 4.1.4 Resistência à compressão das cápsulas

A falha das cápsulas submetidas ao ensaio de resistência à compressão das cápsulas foi observada a partir do gráfico da força de compressão *versus* deformação das amostras. A Figura 66 mostra um gráfico plotado a partir dos resultados de um ensaio realizado com uma de cada tipo das cápsulas estudadas, nele é possível distinguir um pico de força seguido de uma queda, o que caracteriza a ruptura em materiais dúcteis. Após esse pico, as deformações são não-elásticas e a cápsulas rompem-se gradualmente, acompanhado de uma liberação intensa do agente rejuvenescedor. As forças máximas foram alcançadas com deformações compreendidas entre 0,5mm e 1,0mm.

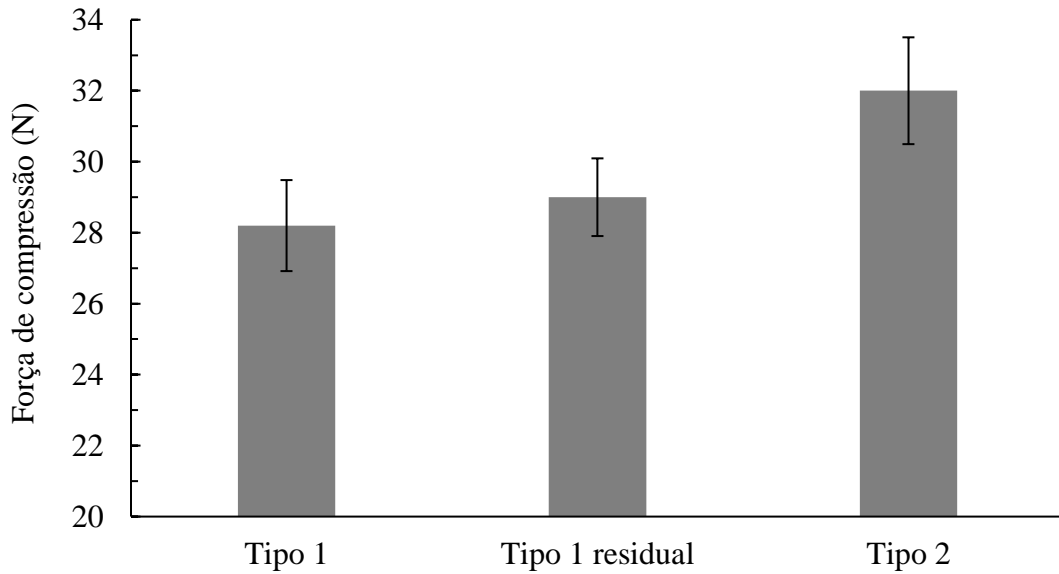
Figura 66 – Gráfico força × deformação obtido do ensaio de compressão em cápsulas



A Figura 67 apresenta a média dos resultados, e seus respectivos desvios-padrão, do ensaio de compressão uniaxial realizado nas cápsulas Tipo 1, Tipo 1 residual e Tipo 2.



Figura 67 – Resultados do ensaio de resistência à compressão das cápsulas



Testes t com nível de significância de 5% foram realizados para a hipótese nula de não haver diferença entre os resultados de cada grupo de cápsulas. Os testes, feitos par a par, demonstraram que as forças compressivas máximas suportadas pelas cápsulas Tipo 1 e Tipo 1 residual podem não ser estatisticamente diferentes, enquanto que as cápsulas Tipo 2 de fato apresentam resistência à compressão maior que as demais, como observado na média dos valores.

Este comportamento difere do esperado e encontrado na literatura, visto que nos estudos de outros autores (AL-MANSOORI *et al.*, 2018a), quanto maior a quantidade de óleo presente nas cápsulas, menor sua resistência à compressão. Segundo esses autores, a razão pra esse comportamento é que quando há maior quantidade de óleo na emulsão, a densidade da matriz polimérica de cálcio-alginato diminui.

Pode-se concluir que o processo que o óleo residual sofre devido ao uso não interfere na resistência à compressão das cápsulas, uma vez que a resistência das cápsulas Tipo 1 e Tipo 1 residual são estatisticamente iguais.

Para avaliar a resistência mecânica das cápsulas nas temperaturas às quais são submetidas durante a usinagem e compactação, Al-Mansoori *et al.* (2018a) realizaram o ensaio de compressão também a 160°C com cápsulas similares às desta pesquisa. Os autores observaram que, em relação aos resultados do ensaio à 20°C, a resistência à compressão das cápsulas caía à metade. Além disso, a força máxima suportada pelas cápsulas ocorria em

deformações maiores do que as verificadas à 20°C. Norambuena-Contreras *et al.* (2018a) e Micaelo *et al.* (2016) apontam que a suscetibilidade da resistência das cápsulas à temperatura é explicada pela degradação da sua estrutura polimérica, o que as torna menos rígidas e também permite maiores deformações com pequena quantidade de óleo liberada. Dessa forma, em maiores temperaturas, as cápsulas são menos resistentes à compressão, porém apresentam maior facilidade pra adaptar seu formato ao do material ao seu redor.

García *et al.* (2010), em seu estudo sobre a caracterização de cápsulas contendo rejuvenescedores, provaram que a resistência à compressão mínima requerida para que as cápsulas resistam à usinagem e compactação é 10N. Isto posto, pode-se afirmar que todas as cápsulas estudadas nesta pesquisa resistem às forças de compressão que ocorrem durante a produção das misturas asfálticas, mesmo na temperatura de usinagem.

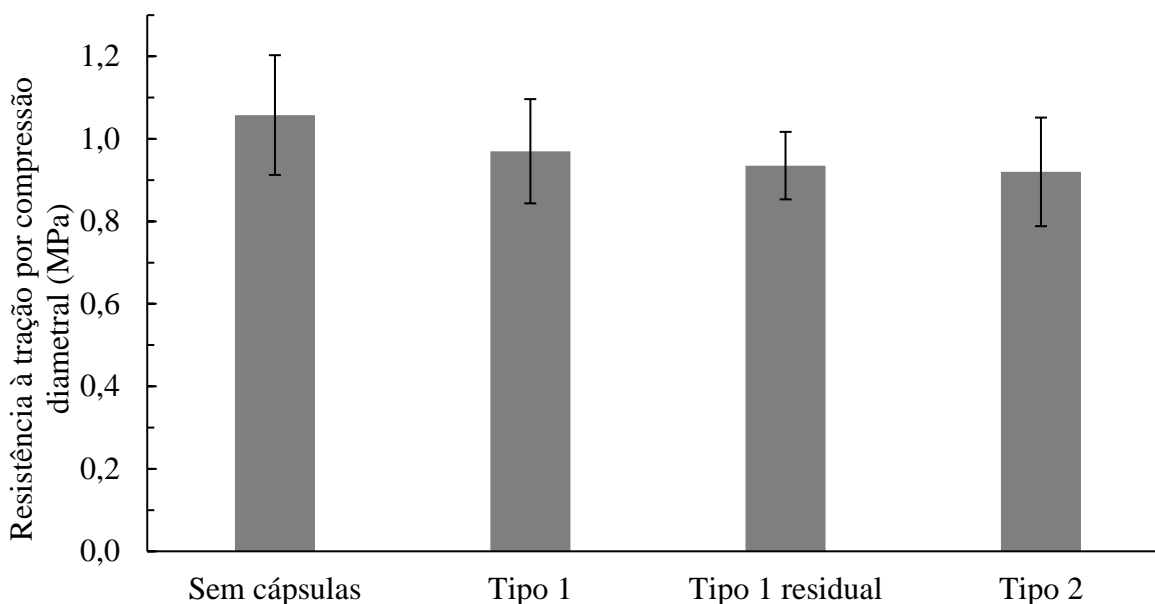
García *et al.* (2015) ressaltam que, em situações reais no pavimento flexível, as cápsulas serão submetidas a carregamentos dinâmicos e a resistência máxima das cápsulas será maior do que as tensões máximas causadas pela passagem dos veículos. Apenas quando o ligante asfáltico se torna mais rígido devido ao envelhecimento, perdendo sua capacidade de relaxar as tensões induzidas pelo tráfego, é que as tensões causadas pelos veículos serão maiores do que a resistência máxima das cápsulas. No entanto, após elevados ciclos de carregamento, as cápsulas sofrem danos acumulativos, suficientes para que rompam gradativamente antes que sua resistência última seja atingida. Dessa forma, o agente rejuvenescedor é gradualmente liberado das cápsulas antes que o pavimento seja demasiadamente deteriorado devido ao efeito do tráfego e do envelhecimento do ligante asfáltico.

## **4.2 Propriedades mecânicas das misturas asfálticas**

### *4.2.1 Resistência à tração por compressão diametral*

A Figura 68 apresenta os valores médios da resistência à tração por compressão diametral (RT) dos quatro grupos de misturas asfálticas estudados, junto com os respectivos desvios-padrão.

Figura 68 – Resultados do ensaio de tração por compressão diametral



Verifica-se que todas as misturas apresentaram valores de RT que atendem à tensão mínima de 0,65 MPa exigida pela especificação de serviço para concretos asfálticos DNIT 031/2006. A análise de variância (ANOVA) de fator único, realizada com nível de significância (n) de 5%, demonstrou que não há distinção dos valores da RT entre as misturas asfálticas que contêm cápsulas.

No entanto, para comparar os resultados da amostra sem cápsulas com as amostras com cápsulas, testes t foram realizados com  $n=5\%$ , considerando a hipótese nula de não haver diferença entre os resultados do primeiro em relação aos grupos de misturas com cápsulas. Os testes, feitos par a par, apresentaram valores de p de 0,088; 0,019 e 0,003 para as misturas com cápsulas Tipo 1, Tipo 1 residual e Tipo 2, respectivamente. Isto demonstra que, estatisticamente, não houve redução dos valores da RT devido à adição das cápsulas do Tipo 1 em relação às misturas sem cápsulas. Porém, para as misturas com cápsulas Tipo 1 residual e Tipo 2, a diminuição da RT em comparação à mistura sem cápsulas é estatisticamente significativa.

De forma geral, a menor resistência exibida pelos corpos de prova com cápsulas pode estar relacionada à maior deformabilidade destas em comparação à mistura asfáltica. Além disso, a interface das cápsulas com o ligante asfáltico pode não ser tão resistente como a que se verifica entre agregados e o ligante asfáltico.

Outro fator que pode contribuir para a redução da RT das misturas com cápsulas são liberações de óleo que ocorrem no entorno das cápsulas durante a usinagem e compactação, como constatado por Micaelo *et al.* (2016). Portanto, essas liberações podem ter acontecido de forma mais acentuada das cápsulas Tipo 1 residual e Tipo 2.

Paciência *et al.* (2019) verificaram reduções de 25,8%, em comparação às amostras sem cápsulas, na força de máxima ruptura por tração indireta de amostras de concreto asfáltico contendo 0,5% de cápsulas similares às Tipo 1 deste trabalho.

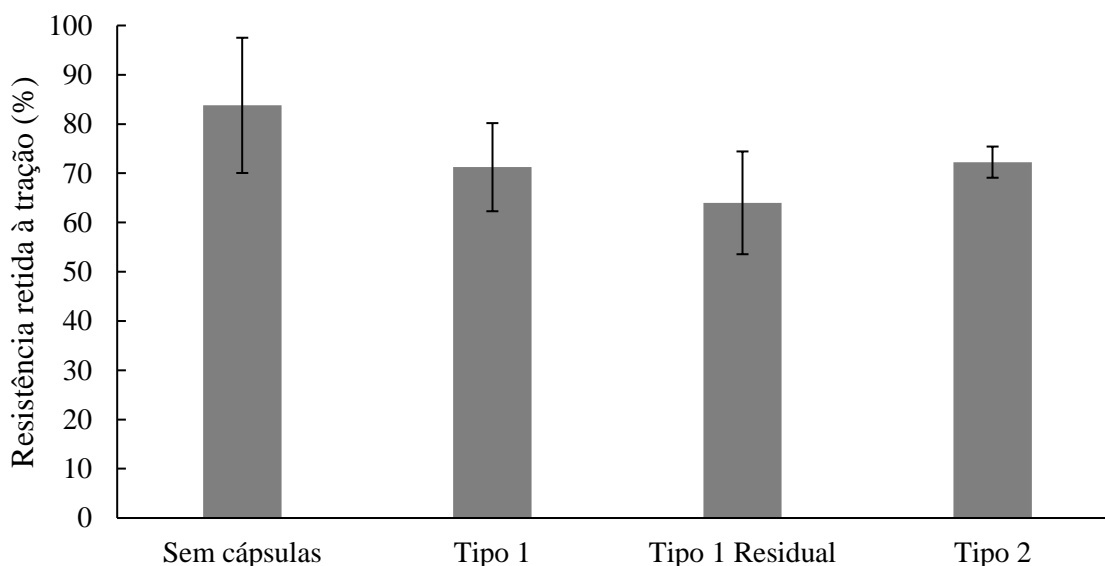
Al-Mansoori *et al.* (2017) observaram que a adição das cápsulas não afeta a resistência à tração indireta das amostras. Da mesma forma, Norambuena-Contreras *et al.* (2019a) utilizaram essas cápsulas em uma mistura SMA e observaram aumentos da RT em comparação à mistura sem cápsulas. Esses autores afirmam que tais resultados demonstram que as cápsulas são bem fixadas à estrutura da mistura asfáltica devido à sua boa adesão com o mastique asfáltico e ao bom intertravamento com os agregados. Norambuena-Contreras *et al.* (2019b) observaram que a adição de 0,5% de cápsulas aumentou a resistência da mistura em comparação à mistura equivalente sem cápsulas, enquanto a adição de 0,75% e 1,00% reduziram esse parâmetro.

#### 4.2.2 Dano por umidade induzida

A Figura 69 apresenta os valores médios da resistência à tração retida das misturas asfálticas estudadas e seus desvios-padrão.

Para a metodologia SUPERPAVE, o valor de RRT mínimo para que a susceptibilidade à umidade da mistura asfáltica seja considerada aceitável é 80%. Apenas a mistura sem cápsulas satisfaz esse critério. Entretanto, para a especificação de serviço DNIT 031/2006, que preconiza uma RRT mínima de 70% para concretos asfálticos, apenas a mistura com cápsulas Tipo 1 residual está abaixo desse limite mínimo.

Figura 69 – Resultados do dano por umidade induzida



As amostras com cápsulas apresentaram sensibilidade à umidade menor do que a mistura sem cápsulas. Essas reduções foram de 14,9%, 23,6% e 13,8% para as misturas com cápsulas Tipo 1, Tipo 1 residual e Tipo 2, respectivamente.

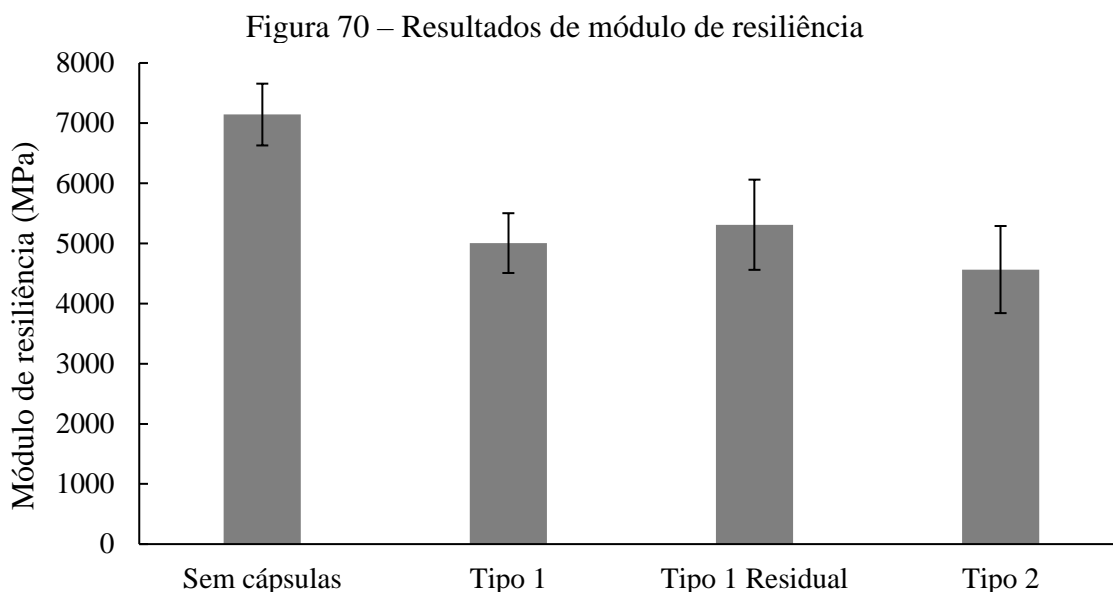
Todavia, o teste t (com  $n = 5\%$ ) demonstrou que a diferença entre a RRT da mistura sem cápsulas e a mistura com cápsulas Tipo 1 é estatisticamente insignificante, enquanto a diferença em relação às misturas com cápsulas Tipo 1 residual e Tipo 2 não pode ser desconsiderada. Tais resultados mostram-se similares aos de resistência à tração indireta e corroboram a hipótese de que as cápsulas Tipo 1 residual e Tipo 2 liberam maior conteúdo de óleo durante a usinagem e compactação dos corpos de prova.

A liberação do óleo no entorno das cápsulas pode reduzir a adesividade entre as cápsulas e o mastique, facilitando a entrada de água nessa região e favorecendo o deslocamento da película de asfalto. Além disso, as cápsulas podem ter apresentado dificuldade em adaptar seu formato ao do material no seu redor quando um número de giros menor que o de projeto foi utilizado na compactação. Dessa forma, essas misturas apresentam mais vazios a serem preenchidos por água, o que reduz a resistência à tração indireta dos corpos de prova condicionados durante o ensaio.

Norambuena-Contreras *et al.* (2019a) e Al-Mansoori *et al.* (2017) avaliaram a susceptibilidade à umidade das misturas asfálticas pelo método A da norma BS EN 12697-12. Ambos estudos concluíram que não houve efeito relevante da adição das cápsulas nos valores da RRT quando comparado à mistura sem cápsulas.

### 4.2.3 Módulo de resiliência

A Figura 70 mostra os resultados do ensaio de módulo de resiliência (MR) para as misturas asfálticas com e sem cápsulas, juntamente com seus desvios-padrão.



Nota-se que a adição de todos os três tipos cápsulas estudadas reduz o módulo de resiliência da mistura equivalente sem cápsulas. Estas reduções são de 30,0%; 25,7% e 36,1% para a adição de cápsulas Tipo 1, Tipo 1 residual e Tipo 2, respectivamente. Tais diminuições são confirmadas pelo teste ANOVA com fator único, pois verificou-se diferença estatística entre as médias dos dados dos quatro grupos de misturas, enquanto que o mesmo teste realizado apenas entre as misturas contendo cápsulas demonstrou que a diferença entre as médias do MR desses três grupos pode ser estatisticamente desprezível.

O efeito da redução do MR das misturas asfálticas com cápsulas ter ocorrido devido à ruptura de parte das cápsulas durante as etapas de usinagem e compactação dos corpos de prova e durante a realização do ensaio. Essa liberação pode causar reduções na rigidez do ligante asfáltico no entorno das cápsulas, acarretando diminuições no MR da mistura asfáltica como um todo.

Outra hipótese para justificar a redução do MR das misturas aditivadas com as cápsulas é fato de que elas possuem pouca rigidez. De acordo com Al-Mansoori *et al.* (2018a) uma vez que as cápsulas fazem parte do esqueleto sólido das misturas, estas agem praticamente como agregados mais macios do que os agregados pétreos.

A rigidez das cápsulas pode ser obtida a partir do ensaio de compressão uniaxial, visto que essas apresentam um comportamento inicialmente elástico durante o ensaio. De acordo com Al-Mansoori *et al.* (2017), que obtiveram resultados similares ao desta pesquisa no ensaio de compressão uniaxial das cápsulas individuais, a rigidez dessas é aproximadamente 200 N/mm, a qual é menor do que a rigidez das partículas de agregado e do ligante asfáltico. Em seu estudo, esses autores também verificaram diminuições no módulo de resiliência das misturas asfálticas com cápsulas: para adições de 0,25% de cápsulas, observaram uma queda de 28% do módulo de resiliência quando comparado à mistura pura.

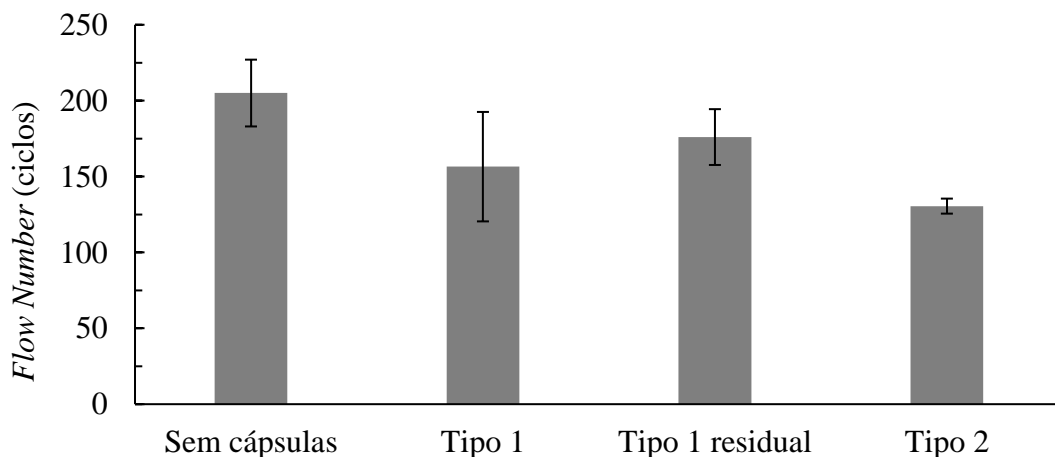
Pelas razões supracitadas, Al-Mansoori *et al.* (2017) levantam a hipótese de que cápsulas de maiores dimensões podem ampliar o efeito da redução do MR das misturas asfálticas. Tal comportamento é observado nesta pesquisa, visto que a média dos valores de MR das misturas com cápsulas Tipo 2 é menor do que os MRs dos grupos com os demais tipos de cápsulas. No entanto, devido à pequena diferença e aos elevados desvios-padrão dos dados, um estudo com um maior espaço amostral é necessário para confirmar essa observação.

#### 4.2.4 Resistência à deformação permanente

A Figura 71 apresenta os valores médios do *Flow Number* (FN) e seus respectivos desvios-padrão para as misturas com e sem cápsulas.

As misturas sem cápsulas apresentaram os maiores valores de FN, ou seja, apresentam maior resistência à deformação permanente. A redução dos valores médios das misturas com cápsulas em relação à mistura equivalente sem cápsulas foram 23,7%; 14,1% e 36,3% para as misturas com cápsulas Tipo 1, Tipo 1 residual e Tipo 2, respectivamente.

Figura 71 – Valores do *Flow Number* obtidos pelo ensaio uniaxial de carga repetida



De acordo com Gandomi *et al.* (2011) as propriedades físicas e mineralógicas dos agregados que compõem as misturas asfálticas exercem grande influência sobre a resistência à deformação permanente da mistura asfáltica. Conforme discutido nos resultados do módulo de resiliência, a participação das cápsulas no esqueleto sólido da mistura asfáltica pode ter sido uma das principais causas da redução da resistência à deformação permanente das misturas que contêm cápsulas, tendo em vista que estas possuem menor rigidez que os agregados pétreos. A menor rigidez das cápsulas deve facilitar a densificação da mistura durante a primeira fase do ensaio uniaxial de carga repetida, fazendo com que o *Flow Number* seja atingido em menos ciclos de carregamento. A diminuição mais acentuada verificada na mistura com cápsulas Tipo 2 pode dever-se ao maior diâmetro destas.

Levando em consideração a hipótese de que uma parcela do óleo contido das cápsulas é liberada durante a usinagem e compactação, e, neste caso, também devido ao carregamento cíclico aplicado durante o ensaio, o ligante asfáltico pode ter tido sua viscosidade reduzida, e o atrito interno da mistura por ter reduzido devido ao efeito lubrificante do óleo, o que reduz a resistência ao cisalhamento da mistura.

Al-Mansoori *et al.* (2017) avaliaram a resistência à deformação permanente de uma mistura asfáltica contendo 0,5% de cápsulas similares às desta pesquisa, produzidas com uma proporção óleo/água de 0,1. Os autores realizaram o ensaio de *creep* dinâmico conforme a norma britânica BS DD226 para avaliação desse parâmetro. Em oposição aos resultados do presente estudo, os autores verificaram que não houve diferença significativa entre os resultados da mistura contendo cápsulas e a respectiva mistura sem cápsulas, indicando que o ensaio de carregamento compressivo cíclico não rompe muitas cápsulas nem causa grandes liberações do agente rejuvenescedor.

Alguns autores indicaram valores de FN mínimos para o adequado desempenho de misturas asfálticas em termos de deformação permanente. Nascimento (2008) aponta que misturas asfálticas densas dosadas para suportar tráfego médio ( $3 \times 10^6$  a  $1 \times 10^7$  ESALs) devem apresentar FN mínimo de 300 ciclos, enquanto que para misturas destinadas ao tráfego pesado ( $1 \times 10^7$  a  $3 \times 10^7$  ESALs), esse valor é 750.

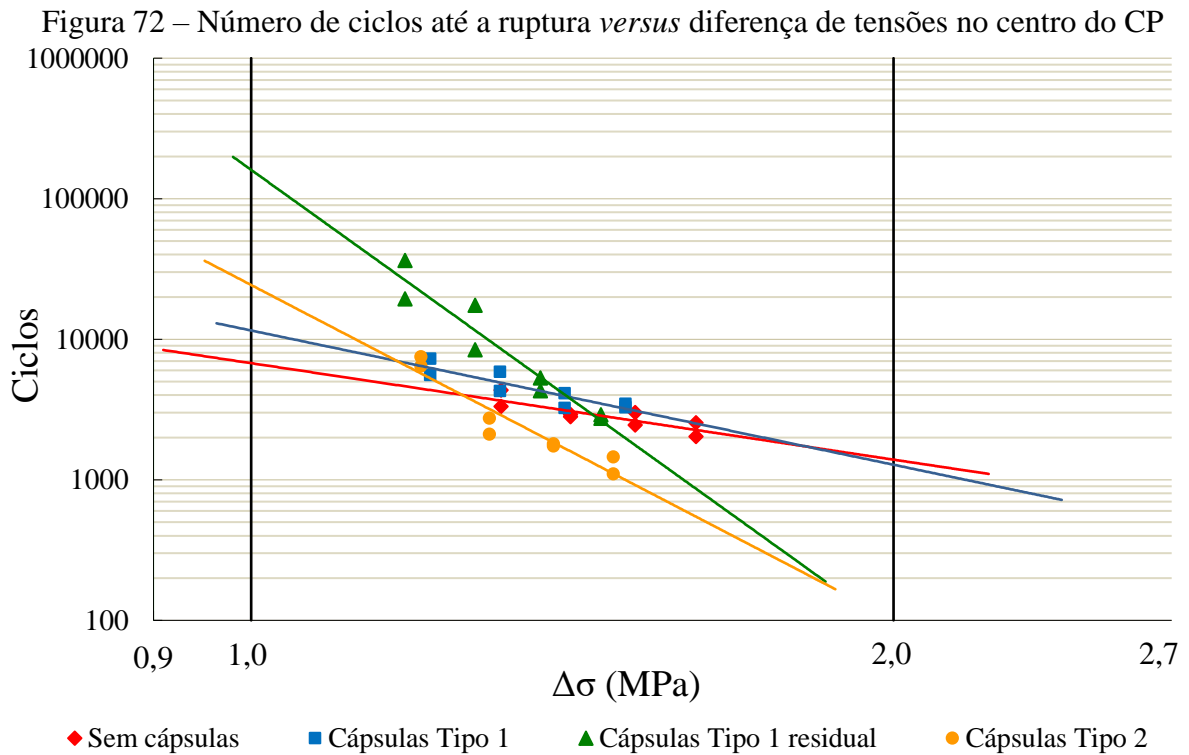
Para esses parâmetros de referência, nenhuma das misturas estudadas, nem mesmo a sem cápsulas, atingem o requisito mínimo para o uso em pistas de tráfego médio. Barros (2017) e Ferreira da Costa *et al.* (2020) obtiveram resultados similares. Uma vez que os materiais utilizados nesta pesquisa são convencionalmente utilizados em obras viárias, considerando



também que a dosagem da mistura asfáltica seguiu precisamente o protocolo da metodologia SUPERPAVE e que seu desempenho foi satisfatório nos demais ensaios mecânicos aqui avaliados, pode-se afirmar que o parâmetros sugeridos por Nascimento (2008) são conservadores e que há necessidade de reavaliar os balizadores de referência relacionados ao FN. De toda forma, é importante ressaltar que o ligante asfáltico utilizado nesta pesquisa é adequado para o volume padrão de tráfego, como constatado no Tópico 3.1.2.

#### 4.2.5 Vida de fadiga

A Figura 72 e Figura 73 exibem os resultados obtidos no ensaio de fadiga por compressão diametral à tensão controlada em um diagrama log-log de  $N$  versus  $\Delta\sigma$  e  $N$  versus  $\varepsilon_1$ , 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, obteve-se os parâmetros  $K_2$  e  $n_2$  da Equação 6 e  $K_3$  e  $n_3$  da Equação 7, bem como seus  $R^2$ , conforme apresentados na Tabela 8.



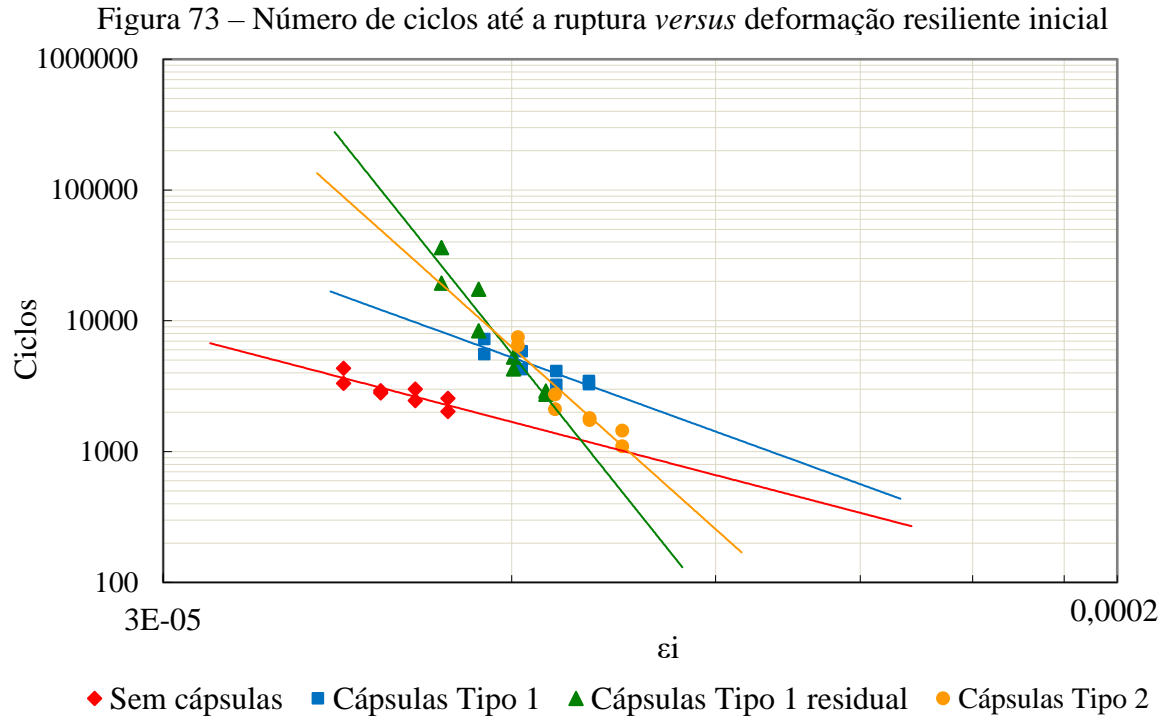


Tabela 8 – Resumo das características das curvas de vida de fadiga das misturas

Mistura asfáltica	Equação	R <sup>2</sup>	Coeficientes	
Sem cápsulas	$N \times \Delta\sigma$	0,72	$K_2$	$n_2$
	$6757,2 \left(\frac{1}{\Delta\sigma}\right)^{2,28}$		6757,2	2,28
	$N \times \varepsilon_i$		$K_3$	$n_3$
	$3 \times 10^{-7} \left(\frac{1}{\varepsilon_i}\right)^{2,31}$		$3 \times 10^{-7}$	2,31
Cápsulas Tipo 1	$N \times \Delta\sigma$	0,79	$K_2$	$n_2$
	$11542 \left(\frac{1}{\Delta\sigma}\right)^{3,173}$		11542	3,173
	$N \times \varepsilon_i$		$K_3$	$n_3$
	$1 \times 10^{-10} \left(\frac{1}{\varepsilon_i}\right)^{3,219}$		$1 \times 10^{-10}$	3,219
Cápsulas Tipo 1 residual	$N \times \Delta\sigma$	0,92	$K_2$	$n_2$
	$160372 \left(\frac{1}{\Delta\sigma}\right)^{10,88}$		160372	10,88
	$N \times \varepsilon_i$		$K_3$	$n_3$
	$9 \times 10^{-44} \left(\frac{1}{\varepsilon_i}\right)^{11,08}$		$9 \times 10^{-44}$	11,08
Cápsulas Tipo 2 residual	$N \times \Delta\sigma$	0,89	$K_2$	$n_2$
	$24321 \left(\frac{1}{\Delta\sigma}\right)^{7,908}$		24321	7,908
	$N \times \varepsilon_i$		$K_3$	$n_3$
	$3 \times 10^{-30} \left(\frac{1}{\varepsilon_i}\right)^{7,908}$		$3 \times 10^{-30}$	7,908

Na Tabela 8 verifica-se que os modelos de fadiga para as misturas sem cápsulas e com cápsulas Tipo 1 apresentaram  $R^2$  abaixo da limitação do DNIT 183/2018, que especifica um  $R^2$  mínimo de 0,8. No entanto, decidiu-se seguir com a análise da fadiga dessas misturas a partir desses modelos, visto que seus  $R^2$  não são muito inferiores ao mínimo requerido.

Observa-se que o coeficiente  $n_2$ , que indica a inclinação das linhas na Figura 72 ( $N \times \Delta\sigma$ ), cresceu na sequência: misturas sem cápsulas, mistura com cápsulas Tipo 1, Tipo 2 e Tipo 1 residual. Quanto maior o valor de  $n_2$ , mais as misturas são sensíveis à variação de diferença de tensões.

Morilha Junior (2004) recomenda que, para analisar o comportamento à fadiga das misturas asfálticas, deve-se observar as curvas de *Wöhler* em trechos, de acordo com os valores das diferenças de tensões, a saber: nível baixo = 1,0 MPa, nível intermediário = 1,5 MPa e nível elevado = 2,0 MPa. Dessa maneira, verifica-se que as misturas com cápsulas, especialmente as Tipo 2 e Tipo 1 residual, apresentaram maior resistência à fadiga no nível baixo de diferença de tensões. No entanto, ao nível elevado de  $\Delta\sigma$ , a resistência à fadiga das misturas sem cápsulas se sobressai, seguido da mistura com cápsulas Tipo 1. Este resultado significa que as misturas com cápsulas Tipo 2 e Tipo 1 residual são mais eficientes em retardar o aparecimento de trincas, porém, uma vez que elas surgem, as misturas sem cápsulas e com cápsulas Tipo 1 se mostram mais capazes de evitar sua propagação, conforme a interpretação dos resultados de fadiga por compressão diametral apresentada por Ferreira da Costa *et al.* (2020). De acordo as observações de Mahrez e Karim (2010), as misturas com cápsulas Tipo 2 e Tipo 1 residual seriam mais adequadas para rodovias de tráfego mais leve do que as misturas asfálticas sem cápsulas ou com cápsulas Tipo 1.

Ademais, Santos (2005) aponta que misturas que possuem maior rigidez tendem a exibir, no ensaio à tensão controlada, maior vida de fadiga. Essa afirmação corrobora estes resultados, tendo em vista que a mistura sem cápsulas possui o maior valor de módulo de resiliência dentre as misturas estudadas.

De forma similar aos resultados da Figura 72, a Figura 73 e Tabela 8 mostram que, para os modelos de fadiga que expressam o comportamento da deformação resiliente inicial das misturas, a mistura sem cápsulas apresentou a menor inclinação, isto é, o menor valor de  $n_3$ .

A deformação resiliente inicial da mistura é inversamente proporcional ao seu módulo de resiliência (Equação 10). Analisando esses resultados por trechos das curvas de *Wöhler*, conclui-se que, para deformações resilientes baixas, as misturas com cápsulas Tipo 2 e Tipo 1

residual exibem melhor desempenho. No entanto, com o aumento das deformações resilientes, a mistura sem cápsulas, seguida da mistura com cápsulas Tipo 1, tende a suportar maior número de aplicações de carga (N), mesmo levando em consideração que o MR da primeira é o mais alto dentre as misturas estudadas.

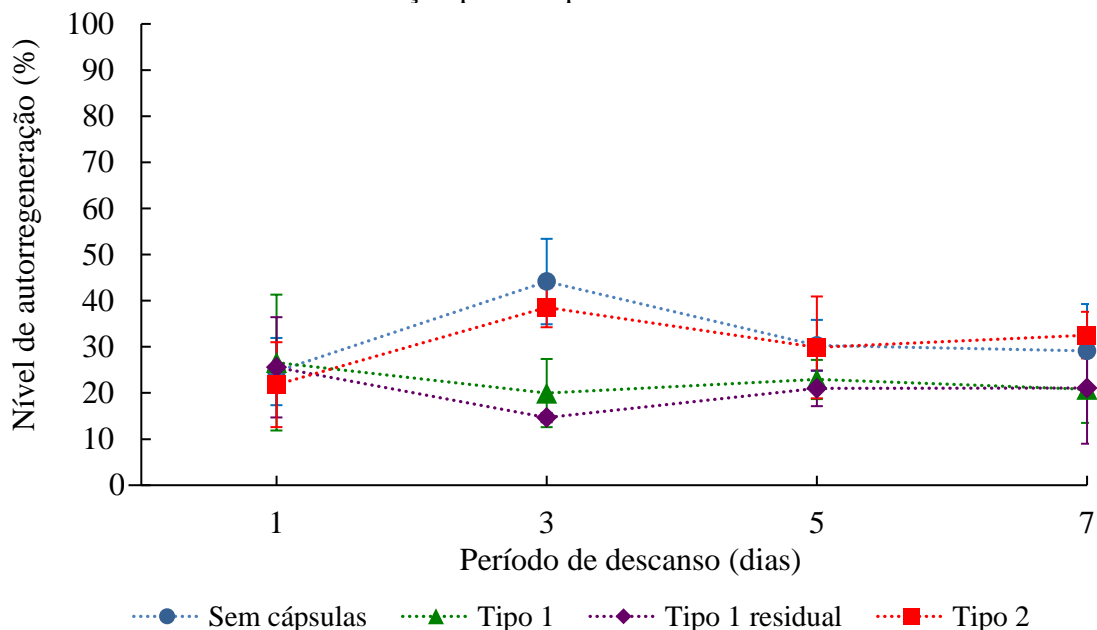
Norambuena-Contreras *et al.* (2019a) também analisaram as curvas  $N \times \epsilon_i$  de uma mistura SMA com e sem adição de cápsulas similares às desta pesquisa. Os autores concluíram que a adição não alterou o desempenho à fadiga da mistura. Norambuena-Contreras *et al.* (2019b) traçaram as curvas de *Wöhler* de N *versus* a tensão horizontal no centro do CP e apontaram que a adição de 0,5% promovia incrementos na vida de fadiga, enquanto maiores adições (0,75% e 1,00%) reduziram a resistência à fadiga da mistura estudada em comparação à mistura sem cápsulas.

### 4.3 Medidas da autorregeneração das misturas asfálticas

#### 4.3.1 Tração por compressão diametral

A Figura 74 apresenta as médias dos valores da autorregeneração das misturas asfálticas estudadas, calculadas pela Equação 11, e seus respectivos desvios-padrão, para os quatro períodos de descanso avaliados.

Figura 74 – Medidas da autorregeneração obtidas por meio da metodologia do ensaio de tração por compressão diametral



Observa-se que, após 1 dia de descanso, todas as misturas asfálticas, com e sem cápsulas, apresentam porcentagens de autorregeneração similares, entre 22 e 27%.

Após 3, 5 e 7 dias de descanso, as misturas asfálticas com cápsulas do Tipo 1 e Tipo 1 residual apresentaram oscilações entre aumentos e reduções da autorregeneração. Estes valores variaram entre 17-23% e 14-21% para as amostras do Tipo 1 e Tipo 1 residual, respectivamente. Não é possível, portanto, constatar um efeito positivo do tempo de descanso sobre a autorregeneração dessas misturas.

A mistura com cápsulas do Tipo 2 apresentou um crescimento da autorregeneração após 3 dias de repouso, atingindo o pico de 39%. Entretanto, considerando o alto desvio-padrão, após 5 e 7 dias de repouso, a autorregeneração dessa mistura não foi alterada consideravelmente em relação à medida após 3 dias de descanso.

Na maioria dos tempos de descanso estudados, o nível de autorregeneração observado para as misturas com cápsulas do Tipo 2 é maior do que aqueles das misturas com cápsulas do Tipo 1 novo e residual. O fato de que as cápsulas do Tipo 2 contêm mais óleo do que as cápsulas do Tipo 1 e Tipo 1 residual pode ter resultado em um maior conteúdo de óleo difundido na mistura asfáltica, favorecendo o fechamento parcial das trincas e contribuindo para a recuperação da resistência à tração indireta.

No entanto, quando se compara as misturas com cápsulas à mistura sem cápsulas, nota-se que a adição das cápsulas não contribuiu para o aumento da resistência à tração indireta após o segundo ensaio de tração por compressão diametral, visto que a autorregeneração da mistura sem cápsulas apresentou os maiores valores na maioria dos períodos de descanso estudados.

O ensaio de tração por compressão diametral causa um dano elevado nos corpos de prova, podendo comprometer a eficácia do sistema de autorregeneração com os agentes rejuvenescedores encapsulados, o qual é idealizado para o fechamento de trincas em estágio inicial de formação. Além disso, o alto nível de dano ao qual as amostras foram submetidas pode ter levado à difusão rápida da maior parte do óleo contido nas cápsulas. Essa difusão pode ter reduzido demasiadamente a rigidez do ligante asfáltico, acarretando reduções na resistência à tração indireta após a primeira ruptura dos corpos de prova. Portanto, o aumento da resistência proveniente da autorregeneração das trincas é contrabalançado pela redução da rigidez do ligante asfáltico.

Contudo, devido ao fato de que as misturas com cápsulas Tipo 2 apresentam maiores níveis de autorregeneração do que as misturas com cápsulas Tipo 1 novo e residual, pode-se

constatar que, com uma maior quantidade de óleo difundida na mistura, a evolução do fechamento de trincas e ganho de resistência excedem o efeito da redução de rigidez do ligante asfáltico.

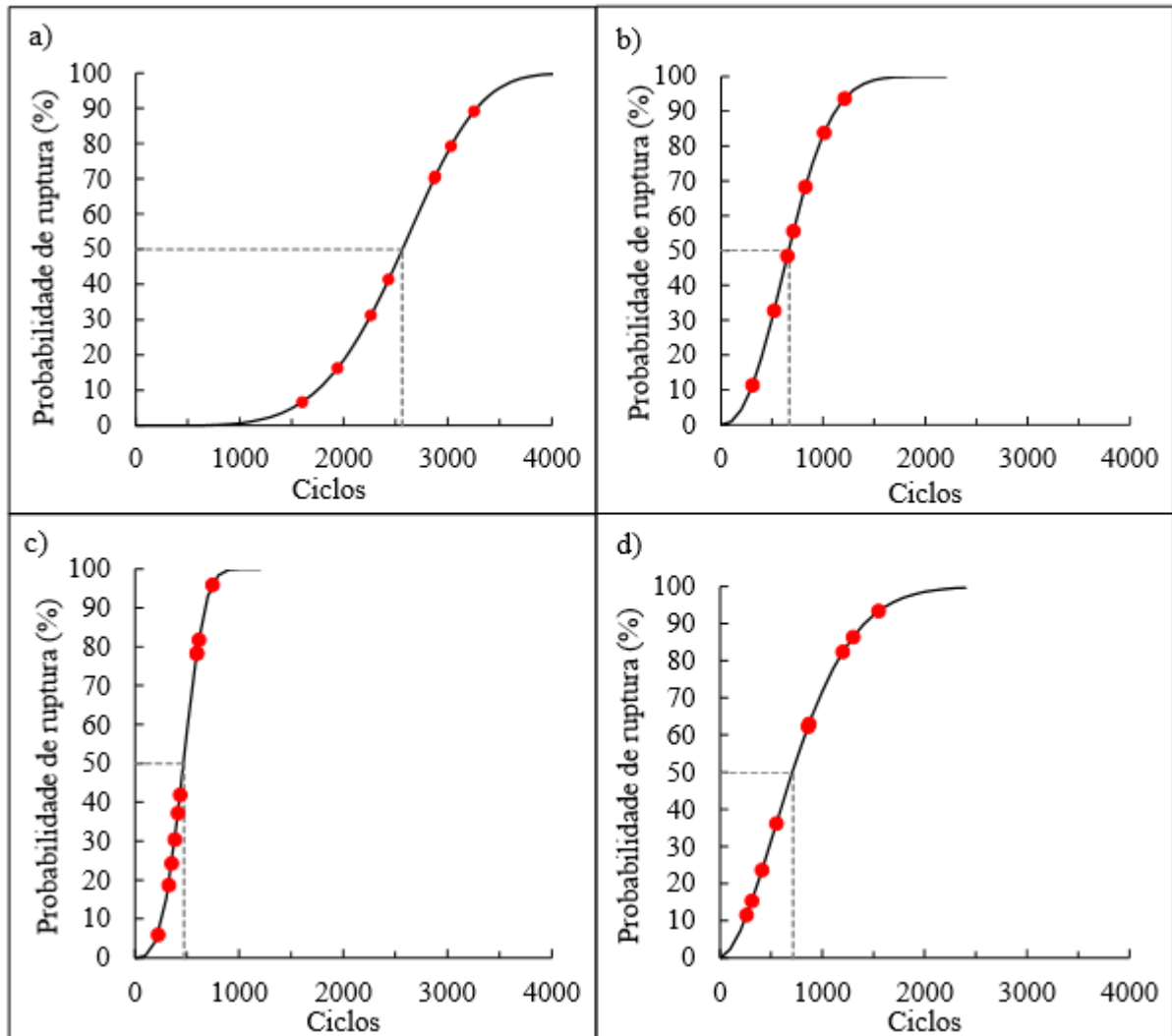
Uma possível maneira de quantificar a redução de rigidez causada pela difusão do óleo nas misturas asfálticas seria por meio da realização do ensaio de módulo de resiliência nos corpos de prova após o período de descanso – isto é, antes de submetê-los ao segundo ensaio de tração por compressão diametral. Os valores de MR encontrados poderiam ser comparados com os apresentados no tópico 4.2.3 desta pesquisa. Dessa forma poder-se-ia identificar as reduções de rigidez que causam distorções na medida da autorregeneração pela metodologia do ensaio de tração por compressão diametral.

Resultados similares aos desta pesquisa foram observados por Paciência *et al.* (2019), que conduziram esta mesma metodologia de medida de autorregeneração. Os autores utilizaram amostras de um concreto asfáltico com adição de 0,5% de cápsulas similares às Tipo 1 deste trabalho. Os períodos de descanso aplicados foram de 1, 3 e 4 dias, os quais proporcionaram níveis de autorregeneração de 12%, 22% e 12%, respectivamente. Os autores concluíram que o ensaio de tração indireta pode não ser uma metodologia viável para a avaliação da capacidade de autorregeneração de misturas asfálticas com agentes rejuvenescedores encapsulados.

#### 4.3.2 Fadiga por flexão de três pontos sobre fundação elástica

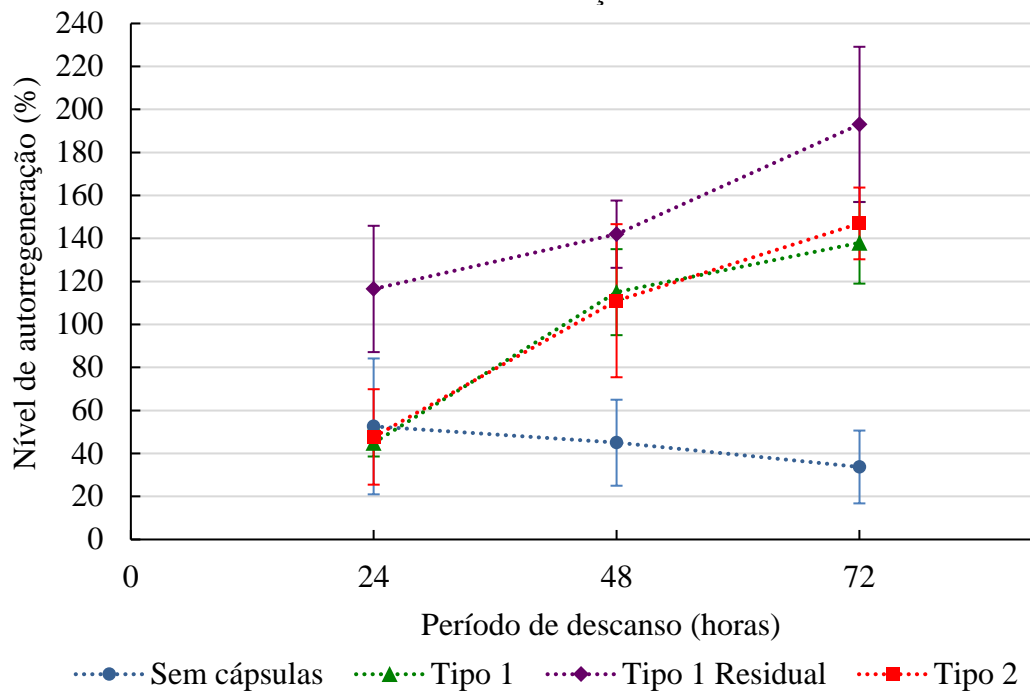
A Figura 75 apresenta a curva da probabilidade acumulada de *Weibull* para os quatro grupos de misturas asfálticas. A partir destas curvas encontrou-se  $N_{0,5}$ , isto é, o número de ciclos cuja probabilidade de levar os CPs à ruptura pelo ensaio de fadiga por flexão de três pontos sobre fundação elástica for de 50%. O  $N_{0,5}$  para as misturas sem cápsulas, com cápsulas Tipo 1, Tipo 1 residual e Tipo 2 foram 2563, 670, 470 e 715 ciclos, respectivamente. Esses valores demonstram que a adição das cápsulas reduziu a resistência à fadiga na configuração da flexão de três pontos sobre fundação elástica da mistura asfáltica estudada.

Figura 75 – Curvas teóricas de probabilidade de Weibull para misturas estudadas: a) sem cápsulas; b) Tipo 1; c) Tipo 1 residual; d) Tipo 2



A Figura 76 apresenta o resultado do nível de autorregeneração calculado de acordo com a Equação 12 para cada grupo de misturas e para cada período de descanso, com os respectivos desvios-padrão.

Figura 76 – Resultados do nível de autorregeneração pelo método de flexão de três pontos sobre fundação elástica



De forma geral, é possível observar que as misturas com cápsulas apresentaram maiores níveis de autorregeneração do que as misturas sem cápsulas, com destaque aos resultados da mistura contendo cápsulas Tipo 1 residual. Portanto, comprova-se que os agentes rejuvenescedores são liberados das cápsulas e difundidos na mistura após o primeiro ensaio de fadiga.

Quando o ensaio de fadiga por flexão foi repetido após 24 horas de descanso dos corpos de prova, a diferença do nível de autorregeneração entre misturas sem cápsulas e as amostras com cápsulas Tipo 1 e Tipo 2 foi pouco significativa. Esses três grupos alcançaram níveis de regeneração em torno de 45% a 53% da resistência à fadiga original da mistura asfáltica.

A mistura com cápsulas Tipo 1 residual, por sua vez, apresentou um nível de autorregeneração maior que as demais misturas em todos os períodos de descanso. Segundo Norambuena-Contreras *et al.* (2019b), esse comportamento pode ser explicado tendo em vista que há uma maior quantidade de cápsulas Tipo 1 residual na mistura, o que aumenta a probabilidade de ruptura de cápsulas durante o ensaio de fadiga. Isto explica o fato de que os níveis de autorregeneração das misturas com cápsulas Tipo 1 residual são maiores que os das misturas com cápsulas Tipo 2. Para explicar a maior regeneração das misturas com cápsulas Tipo 1 residual em relação às misturas com cápsulas Tipo 1, pode-se levantar a hipótese de que



as cápsulas com óleo residual têm maior facilidade para romper e difundir o óleo do que as cápsulas com óleo novo.

Os períodos de descanso mais longos (48 e 72 horas) foram mais benéficos para o incremento do *self-healing*. O nível de autorregeneração cresceu em 93%, 77% e 99% para as misturas com cápsulas Tipo 1, Tipo 1 residual e Tipo 2, respectivamente, do período de 24hrs para 72hrs de descanso. Dessa forma, pode-se supor que 24 horas de descanso pode não ser um período suficiente para que o óleo liberado das cápsulas se difunda na mistura e auxilie no fechamento das trincas. Essa ideia é corroborada pelo fato de que os períodos de descanso de 48 e 72 horas não trouxeram incrementos para a autorregeneração das misturas sem cápsulas.

Todas as misturas, contendo cápsulas, apresentaram o nível de regeneração acima de 100% para os períodos de descanso de 48 horas e 72 horas, o que significa que a autorregeneração foi capaz de não só recuperar toda a resistência à fadiga original das misturas, como também estendê-la. Os maiores níveis de autorregeneração foram de 138%, 193% e 147% para as misturas com cápsulas Tipo 1, Tipo 1 residual e Tipo 2, respectivamente.

Devido às limitações de tempo e materiais não foi possível estudar maiores períodos de descanso nesta pesquisa. Porém, é possível que períodos de descanso mais longos possam incrementar ainda mais o nível de autorregeneração encontrado. O objetivo de conduzir esse teste com períodos mais longos de descanso é que, possivelmente, poder-se-ia visualizar um comportamento tal qual observado pelos autores Al-Mansoori *et al.* (2017), Norambuena-Contreras *et al.* (2019a) e Norambuena-Contreras *et al.* (2019b), em que o *self-healing* cresce com o aumento do período de descanso até atingir um valor máximo no qual se estabiliza, como descrito no Tópico 2.8.2.3. No entanto, os períodos de descanso de 48 horas e 72 horas aplicados nesta pesquisa promoveram níveis satisfatórios de autorregeneração. A aplicação de maiores períodos de descanso significa maior tempo de fechamento do tráfego na rodovia, o que pode não ser vantajoso mesmo que níveis ainda maiores de autorregeneração sejam alcançados.

Os níveis de autorregeneração obtidos pelos autores supracitados pelo ensaio de flexão de três pontos (Figura 31) são menores do que os valores encontrados nesta pesquisa. Uma possível explicação para tal é o fato de que nesta pesquisa, aplicou-se o período de descanso após aplicar um nível de dano era 35% da vida de fadiga total das misturas, seguindo as indicações de García *et al.* (2020), enquanto os autores citados levaram as amostras à completa

ruptura antes de deixa-las descansar. Ademais, a carga cíclica do ensaio de fadiga pode ser mais eficiente para romper as cápsulas do que a carga do ensaio estático.

Por fim, tendo em vista o apelo sustentável do uso de óleos residuais e o desempenho positivo desse sobre a autorregeneração observado neste tópico, destaca-se seu uso como agente rejuvenescedor encapsulado para adição em misturas asfálticas.

## 5. CONCLUSÕES E SUGESTÕES

Neste tópico serão apresentadas as conclusões obtidas por meio desta pesquisa, bem como sugestões para pesquisas futuras envolvendo o mesmo objeto de estudo.

### 5.1 Considerações finais

Os resultados desta pesquisa permitem concluir os seguintes pontos:

- o processo de gelificação ionotrópica de alginato na presença de cálcio pode ser utilizado para encapsular óleo de soja e óleos residuais. Essas cápsulas possuem estabilidade térmica e resistência às forças de compressão de forma tal que viabilizam sua adição nas misturas asfálticas, segundo as exigências reportadas na literatura. As cápsulas compostas por óleo residual não apresentaram diferenças de desempenho em relação às cápsulas compostas por óleo de soja. Portanto, o uso das primeiras pode ser priorizado em vista dos ganhos ambientais gerados por promover uma nova utilidade para um resíduo;
- a adição das cápsulas não afeta, significativamente, o volume de vazios da mistura asfáltica estudada para os teores de adição utilizados (0,5% e 0,6%) e nem a resistência à tração indireta das misturas;
- a resistência ao dano por umidade induzida, o módulo de resiliência e a resistência a deformação permanente diminuem com a adição das cápsulas. De forma geral, esse comportamento pode dever-se a liberações de óleo das cápsulas que ocorrem durante a usinagem e compactação dos corpos de prova, e também à menor rigidez das cápsulas quando comparadas à rigidez dos outros componentes da mistura asfáltica. Quanto à fadiga, as misturas asfálticas com cápsulas Tipo 2 e Tipo 1 residual apresentaram maior resistência à fadiga no nível baixo de diferença de tensões. No entanto, para altas diferenças de tensões, a resistência à fadiga das misturas sem cápsulas e cápsulas Tipo 1 se sobressaem;
- um dos principais motivos para a ruptura das cápsulas durante a usinagem e compactação dos corpos de prova, e consequente liberação de parte do óleo contido nelas, pode dever-se ao fato de que as cápsulas são menos resistentes à compressão do que o necessário para não provocar reduções nas propriedades mecânicas da mistura asfáltica. Portanto, aperfeiçoamentos quanto à essa característica poderiam minimizar as reduções observadas;

- de forma geral, as cápsulas Tipo 1 foram as que apresentaram as menores de reduções de desempenho em relação à mistura sem cápsulas;
- o ensaio de tração por compressão diametral causa um dano elevado nos corpos de prova, podendo comprometer a eficácia do sistema de autorregeneração com os agentes rejuvenescedores encapsulados, o qual é idealizado para o fechamento de trincas em estágio inicial de formação. Além disso, o alto nível de dano ao qual amostras foram submetidas pode ter levado à difusão rápida da maior parte do óleo contido nas cápsulas. Dessa forma, essa metodologia pode não ser viável para a avaliação da capacidade de autorregeneração de misturas asfálticas com agentes rejuvenescedores encapsulados;
- pelo método de medição da autorregeneração pela fadiga por flexão de três pontos sobre fundação elástica, as misturas com cápsulas apresentaram níveis de autorregeneração mais elevados do que a mistura equivalente sem cápsulas, especialmente nos períodos de descanso de 48 e 72 horas. Nesse último período de descanso, as misturas alcançaram valores máximos de autorregeneração: 138%, 193% e 147% para as misturas com cápsulas Tipo 1, Tipo 1 residual e Tipo 2, respectivamente.
- a mistura com cápsulas Tipo 1 residual apresentou um nível de autorregeneração maior que as demais misturas em todos os períodos de descanso.

## 5.2 Conclusão

De modo geral, nesta pesquisa validou-se o uso de dois novos tipos de agentes rejuvenescedores em forma de cápsulas para aplicação em misturas asfálticas: o óleo de soja e o óleo residual. O uso do óleo residual, por sua vez, gera ganhos ambientais pois promove um descarte ecologicamente correto para este insumo. A adição das cápsulas causou reduções em algumas propriedades mecânicas estudadas. Todavia, pode-se esperar que, com ajustes no teor de óleo e/ou na porcentagem de adição das cápsulas e/ou com o enrijecimento da estrutura polimérica, essas desvantagens podem ser superadas.

A medição da autorregeneração pela metodologia da fadiga por flexão de três pontos sobre fundação elástica demonstrou a eficiência do sistema de autorregeneração com os agentes rejuvenescedores encapsulados estudado. A adição das cápsulas foi capaz de não só recuperar toda a resistência original das misturas, como também estendê-la. Assim, o sistema de autorregeneração das misturas asfálticas com agentes rejuvenescedores encapsulados é

promissor para o desenvolvimento de um sistema autônomo de manutenção do pavimento asfáltico.

A compreensão de novos métodos de avaliação do *self-healing* e uso de materiais recicláveis nesse sistema fazem com que o desenvolvimento dessa tecnologia, que ainda é recente, mova um passo à frente para o seu aperfeiçoamento.

### **5.3 Sugestões para pesquisas futuras**

Com a finalidade de aprofundar os resultados encontrados nessa pesquisa, propõe-se para trabalhos futuros:

- a) avaliar o efeito de menores teores de adição das cápsulas sobre as propriedades mecânicas e sobre o *self-healing* de misturas asfálticas;
- b) confeccionar cápsulas com menores conteúdos de óleo, especialmente óleo residual, e avaliar seu efeito sobre propriedades mecânicas e sobre o *self-healing* de misturas asfálticas;
- c) produzir cápsulas com estrutura polimérica mais rígida para evitar o rompimento de parte delas durante a produção das misturas asfálticas;
- d) observar o fechamento das trincas por métodos de imagem, como a tomografia computadorizada, ao longo do período de descanso;
- e) utilizar períodos de descanso mais longos na metodologia de medição do *self-healing* por fadiga por flexão de três pontos sobre fundação elástica;
- f) verificar o *self-healing* por meio da metodologia de fadiga por flexão de três pontos sobre fundação elástica em misturas asfálticas envelhecidas contendo os agentes rejuvenescedores encapsulados;
- g) avaliar a capacidade autorregenerativa das misturas após diversas repetições do procedimento, como forma de verificar a durabilidade das cápsulas e a capacidade de liberação do óleo gradualmente.

## 6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AL-KASSAS, S.; AL-GOHARY, O.; AL-FAADHEL, M. Controlling of systemic absorption of gliclazide through incorporation into alginate beads. **International Journal of Pharmaceutics**, v. 34, p. 230-237, 2007.

AL-MANSOORI, T. **Encapsulated healing agents for asphalt self-healing**. Tese – PhD. University of Nottingham, Nottingham, Reino Unido, 2018.

AL-MANSOORI, T.; MICAEL, R.; ARTAMENDI, I.; NORAMBUENA-CONTRERAS, J.; GARCÍA, Á. Microcapsules for self-healing of asphalt mixture without compromising mechanical performance. **Construction and Building Materials**, v. 155, p. 1091–1100, 2017.

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

AL-MANSOORI, T.; NORAMBUENA-CONTRERAS, J.; GARCÍA, Á. Effect of capsule addition and healing temperature on the self-healing potential of asphalt mixtures. **Materials and Structures**, v. 51-53, n.2, 2018b.

AMERICAN ASSOCIATION OF STATE HIGHWAY AND TRANSPORTATION. **AASHTO M 320: Standard specification for performance-graded asphalt binder**. Washington, DC, Estados Unidos, 2010.

ARANHA, C. **Microencapsulação por gelificação iônica e interação eletrostática do corante de buriti (*Mauritia flexuosa* L. f.)**. Dissertação – Mestrado. Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, São José do Rio Preto, SP, 2015.

ARSHADY, R. Microcapsules for food. **Journal of Microencapsulation**, v. 10, n. 4, p. 413-435, 1993.

ASHOURI, M. **Modeling microdamage healing in asphalt pavements using continuum damage theory**. Tese – PhD. North Carolina State University, Raleigh, North Carolina, EUA, 2014.

ASLI, H.; AHMADINIA, E.; ZARGAR, M.; KARIM, M.R. Investigation on physical properties of waste cooking oil – Rejuvenated bitumen binder. **Construction and Building Materials**, v. 37, p. 398-405, 2012.

ASPHALT INSTITUTE (2001). **Superpave Mix Design**. Superpave Series No. 2 (SP-02). 3<sup>a</sup> ed., 2001.

AYAR, P.; MORENO-NAVARRO, F.; GÁMEZ, M. The healing capability of asphalt pavements: A state of the art review. **Journal of Cleaner Production**, 2016.

AZAHAR, W.; JAYA, R.; HAININ, M.; BUJANG, M.; NGADI, N. Chemical modification of waste cooking oil to improve the physical and rheological properties of asphalt binder. **Construction and Building Materials**, v. 126, p. 218–226, 2016.

BARROS, L. M. **Deformação permanente de misturas asfálticas: avaliação do desempenho conforme critério de flow number de misturas quentes e mornas**. Dissertação – Mestrado. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS, 2017.

BATISTA, F. **Novas técnicas de reabilitação de pavimentos: Misturas betuminosas densas à frio**. Tese – Doutorado. Universidade do Porto. Porto, Portugal, 2019.

BAZIN, P.; SAUNIER, J. **Deformability, fatigue, and healing properties of asphalt mixes**. Anais do 2th International Conference on the Structural Design of Asphalt Pavements. Ann Arbor, Michigan, EUA, 1967.

BERNUCCI L. B., MOTTA, L. M. G., CERATTI J. A. P., SOARES J. B. **Pavimentação Asfáltica: formação básica para engenheiros**. 1ed. Rio de Janeiro: ABEDA, 2008.

BHASIN, A.; LITTLE, D.N.; BOMMAVARAM, R.; VASCONCELOS, K. A framework to quantify the effect of healing in bituminous materials using material properties. **Road Materials and Pavement Design**, v. 9, n.1, p. 219-242, 2008.

BRESSEL, T. **Sistema gerador de microcápsulas de alginato**. Tese – Doutorado. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS, 2007.

BROWNRIDGE J. The role of an asphalt rejuvenator in pavement preservation: use and need for asphalt rejuvenation. **Compendium of papers from the first international conference on pavement preservation**, p. 351– 364, 2010.

CASTRO, M.; SÁNCHEZ, J. Fatigue and healing of asphalt mixtures: discriminate analysis of fatigue curves. **Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board**, v. 132, n. 2, p. 168-174, 2006.

CHIU, C.; LEE, M. Effectiveness of Seal Rejuvenators for Bituminous Pavement Surfaces. **Journal of Testing and Evaluation**, v. 34, n. 5, p. 390-394, 2006.

DAI, Q.; WANG, Z.; MOHD HASAN, M.R.; Investigation of induction healing effects on electrically conductive asphalt mastic and asphalt concrete beams through fracture-healing tests. **Construction and Building Materials**, v.49, p. 729–737, 2013.

DEPARTAMENTO NACIONAL DE INFRAESTRUTURA DE TRANSPORTES. **Manual de restauração de pavimentos asfálticos**. 2ª ed. Rio de Janeiro, 2006.

DEPARTAMENTO NACIONAL DE INFRAESTRUTURA DE TRANSPORTES. **DNIT 005 - TER: Defeitos nos pavimentos flexíveis e semi-rígidos: Terminologia**. Rio de Janeiro, 2003.

DEPARTAMENTO NACIONAL DE INFRAESTRUTURA DE TRANSPORTES. **DNIT 031: Concreto asfáltico - Especificação de material**. Rio de Janeiro, 2006.



DEPARTAMENTO NACIONAL DE INFRAESTRUTURA DE TRANSPORTES. **DNIT 095: Cimentos asfálticos de petróleo - Especificação de material**. Rio de Janeiro, 2006.

DOMONE. P., ILLSTON J. **Construction Materials: Their Nature and Behaviour**. 4ed. Milton, Reino Unido: Spon Press, 2010. f 212.

FERREIRA DA COSTA, L.; LUCENA, L. C.; LUCENA, A. E.; GRANGEIRO DE BARROS, A. Use of Banana Fibers in SMA Mixtures. **Journal of Materials in Civil Engineering**, v. 32, n.1, 2020.

FREIRE, R.; CASTELO BRANCO, V.; VASCONCELOS, K. Avaliação da resistência ao trincamento de misturas asfálticas compostas por agregados miúdos com diferentes tamanhos máximos nominais. **Transportes**, v. 22, n. 3, p. 117–127, 2014.

GANDOMI, A.; ALAVI, A.; MIRZAHOSSEINI, M.; NEJAD, F. Nonlinear Genetic-Based Models for Prediction of Flow Number of Asphalt Mixtures. **Journal of Materials in Civil Engineering**, v. 23, n. 3, p. 248–263, 2011.

GAO, L.; LING, C. Evaluation of fatigue behavior in cold recycled mixture using digital image correlation method. **Construction and Building Materials**, v. 102, p. 393-402, 2016.

GARCIA, F. **Modelagem matemática dos efeitos do carregamento na degradação de pavimentos flexíveis**. Dissertação – Mestrado. Universidade Regional do Noroeste do Estado do Rio Grande do Sul, Ijuí, RS, 2010.

GARCÍA, Á. Self-healing of open cracks in asphalt mastic. **Fuel**, v. 93, p. 264–272, 2012.

GARCÍA, Á.; JELFS, J.; AUSTIN, J. Internal asphalt mixture rejuvenation using capsules. **Construction and Building Materials**, v. 101, p. 309–316, 2015.

GARCÍA, Á.; SALIH, S.; GÓMEZ-MEIJIDE, B. Optimum moment to heal cracks in asphalt roads by means electromagnetic induction. **Construction and Building Materials**, v. 238, 2020.

GARCÍA, Á.; SCHLANGEN, E.; VAN DE VEN, M.; SIERRA-BELTRAN, G. Preparation of capsules containing rejuvenators for their use in asphalt concrete, **Journal of Hazardous Materials**, v. 184, n. 1, p. 603–611, 2010.

GARCÍA, Á.; SCHLANGEN, E.; VAN DE VEN, M.; LIU, Q. Electrical conductivity of asphalt mortar containing conductive fibers and fillers. **Construction and Building Materials**, v.23, n.10, p.3175–3181, 2009.

GARCÍA, Á.; SCHLANGEN, E.; VAN DER VEN, M.; VAN VLIET, D. Induction heating of mastic containing conductive fibres and fillers. **Materials and Structures**, v. 44, n.2, p. 499-508, 2011.

GILABERT, F.; GAROZ, D.; VAN PAEPEGEM, W. Stress concentrations and bonding strength in encapsulation-based self-healing materials. **Materials Design**. v. 67, p. 28-41, 2015.

GRANT, T. **Determination of asphalt mixture healing rate using the Superpave indirect tensile test**. Dissertação – Mestrado. University of Florida, Flórida, EUA, 2001.

GODOI, L. C. **Aplicação do ensaio de flexão em amostra semicircular para avaliação de trincamento de misturas asfálticas**. Dissertação – Mestrado. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2017.

GRANT, G.; MORRIS, E.; REES, D.; SMITH, P.; THOM, D. Biological interactions between polysaccharides and divalent cations: The egg-box model. **FEBS Letters**, v. 32, n. 1, p. 195-198, 1973.

GROENENDIJK, J. **Accelerated testing and surface cracking of asphalt concrete pavements**. Tese – Doutorado. Delft University of Technology, Delft, Holanda, 1998.

GROSSEGGER, D.; GOMEZ-MEIJIDE, B.; VAN STEENKISTE, S.; GARCÍA, Á. Influence of rheological and physical properties of heat-induced self-healing of asphalt mastic beams, **Construction and Building Materials**, v.182, p. 298–308, 2018.

HAZEN, A. **Flood Flows - a Study of frequencies and magnitudes**. Nova York, John Wiley Sons, 1930.

HUANG, B.; SHU, X.; ZUO, G. Using notched semi circular bending fatigue test to characterize fracture resistance of asphalt mixtures. **Engineering Fracture Mechanics**, v. 109, p. 78-88, 2013.

Jl, J.; YAO, H.; SUO, Z.; YOU, Z.; LI, H.; XU, S.; SUN, L. Effectiveness of vegetable oils as rejuvenators for aged asphalt binders. **Journal of Materials in Civil Engineering**, v. 29, n.3, 2016.

JIZOMOTO, H.; KANAOKA, E.; SUGITA, K.; HIRANO, K. Gelatin-acacia microcapsules for trapping micro oil droplets containing lipophilic drugs and ready disintegration in the gastrointestinal tract. **Pharmaceutical Research**, v. 10, n. 8, p. 1115 - 1122, 1993.

JYOTHI, N.; PRASANNA, P.; SAKARKAR, S.; PRABHA, K.; RAMAIAH, P.; SRAWAN, G. Microencapsulation techniques, factors influencing encapsulation efficiency. **Journal of Microencapsulation**, v.27, n. 3, p. 187–197, 2010.

KAEAGUTI, H.; SATO, H. Produção de isomaltulose, um substituto da sacarose, utilizando glicosiltransferase microbiana. **Química Nova**, v. 31, n.1, p. 134-143, 2008.

KIM, Y.; LITTLE, D.; LYTTON, R. Use of dynamic mechanical analysis (DMA) to evaluate the fatigue and healing potential of asphalt binders in sand asphalt mixtures. **Asphalt Paving Technology: Association of Asphalt Paving Technologists-Proceedings of the Technical Sessions**, v.71, p. 176-206, 2002.

KIRTAY, S.; DISPINAR, D. Effect of Ranking Selection on the Weibull Modulus Estimation. **Gazi University Journal of Science**, v. 25, n. 1, p. 175–187, 2012.

LEVIC, S.; DJORDJEVIC, V.; RAJIC, N.; MILIVOJEVIC, M.; BUGARSKI, B.; NEDOVIC, V. Entrapment of ethyl vanillin in calcium alginate and calcium alginate/poly(vinyl alcohol) beads. **Chemical Papers**, v. 2, n. 7, p. 221–228, 2013.

LIU, Q.; SCHLANGEN, E.; VAN DE VEN, M. Induction healing of Porous Asphalt Concrete Beams on an Elastic Foundation. **Journal of Materials in Civil Engineering**, v. 25, n. 7, p. 880–885, 2013.

LIU, Q.; YU, W.; WU, S.; SCHLANGEN, E.; PAN, P. A comparative study of the induction healing behaviors of hot and warm mix asphalt. **Construction and Building Materials**, v. 144, p. 663–670, 2017.

LU, X. **Investigation of the fracture healing and mechanism of asphalt binders**. Tese – Doutorado, Washington State University, Pullman, Washington, EUA, 2013.

MACIEL, A. **Influência do íon  $\text{Ca}^{2+}$  no desenvolvimento de micropartículas de alginato de sódio preparadas por gelatinização iônica**. Trabalho de Conclusão de Curso – Graduação. Faculdade UnB Planaltina, Planaltina, DF, 2013.

MAHREZ, A.; KARIM, M. Fatigue characteristics of stone mastic asphalt mix reinforced with fiber glass. **International Journal of Physical Sciences**, v. 5, n. 12, p. 1840–1847, 2010.

MAZZONI, G., STIMILLI, A., CANESTRARI, F. Self-healing capability and thixotropy of bituminous mastics. **International Journal of Fatigue**, v. 92, p. 8-17, 2016.

MEDINA, J.; MOTTA, L. G. **Mecânica dos Pavimentos**. 2. ed. Rio de Janeiro: Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2005. 574 p.

MENOZZI, A.; GARCÍA, A.; PARTL, N.; TEBALDI, G.; SCHUETZ, P. Induction healing of fatigue damage in asphalt test samples. **Construction and Building Materials**, v. 74, p. 162–168, 2015.

MICAELO, R.; AL-MANSOORI, T.; GARCÍA, Á. Study of the mechanical properties and self-healing ability of asphalt mixture containing calcium-alginate capsules. **Construction and Building Materials**, v. 123, p. 734–744, 2016.

MIGLIORE JÚNIOR, A.; ZANOTTO, E. Sobre a determinação dos parâmetros de Weibull. **Cerâmica**, v. 38, p. 253, 1992.

MOCELIN, M. **Avaliação do comportamento à fadiga de misturas asfálticas quentes e mornas através do modelo de dano contínuo viscoelástico**. Dissertação – Mestrado. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS, 2018.

MORILHA JUNIOR, A. **Estudo sobre a ação de modificadores no envelhecimento dos ligantes asfálticos e nas propriedades mecânicas e de fadiga das misturas asfálticas**. Dissertação – Mestrado. Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, SC, 2004.

MOTHÉ, C.; AZEVEDO, A. **Análise térmica de materiais**. Editora: Artliber. 1ª ed., 2009.

NASCIMENTO, L. **Nova abordagem da dosagem de misturas asfálticas densas com uso compactador giratório e foco na deformação permanente**. Dissertação – Mestrado. Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, RJ, 2008. f 192.

NATIONAL COOPERATIVE HIGHWAY RESEARCH PROGRAM. **NCHRP Report 648: Mixing and Compaction Temperatures of Asphalt Binders in Hot-Mix Asphalt**. Transportation Research Board of the National Academies, Washington, DC, Estados Unidos, 2010.

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, 2019b.

NORAMBUENA-CONTRERAS, J.; YALCIN, E.; GARCÍA, 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**, v. 175, p. 254–266, 2018.

NORAMBUENA-CONTRERAS, J.; YALCIN, E.; HUDSON-GRIFFITHS, R.; GARCÍA, A. Mechanical and Self-Healing Properties of Stone Mastic Asphalt Containing Encapsulated Rejuvenators. **Journal of Materials in Civil Engineering**, v. 31, n. 5, p. 1–10, 2019a.

PACIÊNCIA, E. **Auto-regeneração de misturas betuminosas com agentes encapsulados**. Dissertação – Mestrado. Universidade Nova de Lisboa. Lisboa, Portugal, 2018.

PACIÊNCIA, E.; MICAELLO, R.; FREIRE, A. Avaliação de métodos de ensaio para estudo de misturas betuminosas com agentes encapsulados. **9º Congresso Rodoviário Português**, Lisboa, Portugal, 2019.

PATIL, J.; KAMALAPUR, M.; MARAPUR, S.; KADAM, D. Ionotropic gelation and polyelectrolyte complexation: The novel techniques to design hydrogel particulate sustained, modulated drug delivery system: A review. **Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures**, v. 5, n. 1, p. 241-248, 2010.

PAPAGEORGIOU, K.; KOUVELOU, P.; FAVVAS, P.; SAPALIDIS, A.; ROMANOS, E.; KATSAROS, K. Metal – carboxylate interactions in metal – alginate complexes studied with FTIR spectroscopy. **Carbohydrate Research**. v. 345, p. 469–473, 2010.

PAULA, H., OLIVEIRA, E.; ABREU, F.; PAULA, R.; MORAIS, S.; FORTE, M. Esferas (beads) de alginato como agente encapsulante de óleo de croton zehntneri Pax et Hoffm. **Polímeros [online]**, v. 20, n. 2, p. 112-120, 2010.

PEDRAZZI, T. **Proposição de uma estratégia para alocação de recursos financeiros em atividades de manutenção e restauração de pavimentos flexíveis.** Dissertação – Mestrado. Universidade Estadual de Campinas. Campinas, SP, 2004.

PEDROSA, M. **Grânulos de alginato de cálcio como sistema de liberação para um candidato a fármaco derivado de tiofeno.** Dissertação – Mestrado. Universidade Estadual da Paraíba, Campina Grande, PB, 2013.

PÉREZ-JIMÉNEZ, F. E.; BOTELLA, R.; MIRÓ, R. Differentiating between damage and thixotropy in asphalt binder's fatigue tests. **Construction and Building Materials**, v. 31, p. 212-219.

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.

PORTUGAL, A.; LUCENA, L.; LUCENA, A.; BESERRA DA COSTA, D. Rheological performance of soybean in asphalt binder modification. **Road Materials and Pavement Design**, v. 19, n. 4, p. 768–782, 2017.

POULIKAKOS, L.; PITTET, M.; DUMONT, A.; PARTL, M. Comparison of the two point bending and four point bending test methods for aged asphalt concrete field samples. **Materials and Structures**, v. 48, n. 9, p. 2901–2913, 2015.

QUI, J. **Self-Healing of Asphalt Mixtures: Towards a Better Understanding of the Mechanism.** Tese – PhD. Delf University of Technology, Delf, Holanda, 2012.

ROSSATO, L. **Avaliação do fenômeno de fadiga e das propriedades elásticas de misturas asfálticas com diferentes ligantes em variadas temperaturas.** Dissertação – Mestrado. Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria, RS, 2015.

SAHA, G.; BILIGIRI, K. Stato-dynamic response analyses through semi-circular bending test: Fatigue life prediction of asphalt mixtures. **Construction and Building Materials**, v. 150, p. 664–672, 2017.

SANTOS, C. **Avaliação das influências do tipo de ligante e do volume de vazios na vida de fadiga de algumas misturas asfálticas**. Dissertação – Mestrado. Universidade de São Paulo, São Carlos, 2005.

SHAN, L.; TAN, Y.; UNDERWOOD, S.; KIM, Y. Application of thixotropy to analyze fatigue and healing characteristics of asphalt binder. **Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board**, v. 2179, n.1, p. 85-92, 2010.

SHEN, J.; AMIRKHANIAN, S.; MILLER, J.A. Effects of rejuvenating agents on super pave mixtures containing reclaimed asphalt pavement. **Journal of Materials in Civil Engineering**, v. 19, p. 376–384, 2007.

SHEN, S.; CARPENTER, S.H. **Dissipated energy concepts for HMA performance: fatigue and healing**. COE Report No. 29, Center of Excellence for Airport Technology, University of Illinois at Urbana-Champaign, Illinois, USA, 2007.

SILVA, B. **Microcápsula multifuncional para aplicação em revestimentos inteligentes**. Tese – Doutorado. Universidade Federal do Paraná, Curitiba, PR, 2018.

SILVA, L. **Contribuição ao estudo do envelhecimento de ligantes asfálticos. Influência da adição de polímeros e comportamento frente a radiação UV**. Tese – Doutorado. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS, 2005.

SILVA, J.; FARIAS, M. Avaliação química e ambiental de misturas asfálticas rejuvenescidas. **Revista Matéria**, v.23, n.3, 2018.

SPARKS, R. E. Microencapsulation. **In: Kirk – Othmer. Encyclopedia of Chemical Technology**, 3 ed. John Wiley and Sons, New York, v. 15, p. 470, 1981.



SU, J.; SCHLANGEN, E.; Synthesis and physicochemical properties of high compact microcapsules containing rejuvenator applied in asphalt. **Chemical Engineering Journal**, v. 198-199, p. 289–300, 2012.

SU, J.; HAN, S.; WANG, Y.; SCHLANGEN, E.; HAN, N; LI, W. Experimental observation of the self-healing microcapsules containing rejuvenator states in asphalt binder. **Construction and Building Materials**, v. 147, p. 533–542, 2017.

SU, J.; SCHLANGEN, E.; QIU, J.; Design and construction of microcapsules containing rejuvenator for asphalt. **Powder Technology**, v. 235, p. 563–571, 2013b.

SU, J.; QIU, J.; SCHLANGEN, E. Stability investigation of self-healing microcapsules containing rejuvenator for bitumen. **Polymer Degradation and Stability**, v. 98, p. 1205-1215, 2013a.

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.

SUN, D.; SUN, G.; ZHU, X.; PANG, Q.; YU, F.; LIN, T. Identification of wetting and molecular diffusion stages during self-healing process of asphalt binder via fluorescence microscope. **Construction and Building Materials**, v. 132, p, 230-239, 2017.

TABAKOVIĆ, A.; BRAAK, D.; VAN GERWEN, M.; COPUROGLU, O.; POST, W.; GARCIA, S.; SCHLANGEN, E. The compartmented alginate fibres optimisation for bitumen rejuvenator encapsulation. **Journal of Traffic and Transportation Engineering (English Edition)**, v. 4, n.4, p.347–359, 2017.

TABAKOVIĆ, A.; POST, W.; CANTERO, D.; COPUROGLU, O.; GARCIA, S. J.; SCHLANGEN, E. The reinforcement and healing of asphalt mastic mixtures by rejuvenator

encapsulation in alginate compartmented fibres. **Smart Materials and Structures**, v. 25, n. 8, p. 084003, 2016.

TODD, R. D. Microencapsulation and flavour industry. **Flavour Industry**, v.1, n. 11, p. 768-771, 1970.

THOM, N. **Principles of Pavement Engineering**. 2ed. London, UK: ICE Publishing, 2014.

TRUSTRUM, K.; JAYATILAKA, A. Applicability of Weibull analysis for brittle materials. **Journal of Materials Science**, v. 18, n. 9, p. 2765, 1983.

VAN DEN BERGH, W.; MOLENAAR, A.; VAN DE VEN, M.; DE JONGHE, T. The influence of aged binder on the healing factor of asphalt mixtures. **Third International Conference on Advances and Trends in Engineering Materials and their Applications**, Montreal, Canada, 2009.

VIEIRA, A. **Obtenção e caracterização de beads como sistema transportador para o 5CN05-LSVM**. Dissertação – Mestrado. Universidade Estadual da Paraíba, Campina Grande, PB, 2014.

WILLIAMS, D.; LITTLE, D.; LYTTON, R.; KIM, Y.; KIM Y. **Microdamage healing in asphalt and asphalt concrete, volume II: laboratory and field testing to assess and evaluate microdamage and microdamage healing**. Federal Highway Administration, 2001.

WU, D.; MEURE, S.; SOLOMON, D. Self-healing polymeric materials: a review of recent developments. **Progress in Polymer Science**, v. 33, n. 5, p. 479-522, 2008.

XU, S.; GARCÍA, A.; SU, J.; LIU, Q.; TABAKOVIC, A. Self-Healing Asphalt Review: From Idea to Practice. **Advanced Materials Interfaces**. 1800536, p. 1–21, 2018.

XU, S.; TABAKOVIC, A.; LIU, X.; PALIN, D.; SCHLANGEN, E.; Optimization of the Calcium Alginate Capsules for Self-Healing Asphalt. **Applied Sciences**, v. 9, n.3, p. 468, 2019.

ZARGAR, M.; AHMADINIA, E.; ASLI, H.; KARIM, M. Investigation of the possibility of using waste cooking oil as a rejuvenating agent for aged bitumen. **Journal of Hazardous Materials**, v. 233-234, p. 254–258, 2012.