

RESISTENCIA AL ENVEJECIMIENTO DE LAS MEZCLAS BITUMINOSAS EN CALIENTE: BENEFICIOS Y LIMITACIONES DE LA INCORPORACIÓN DE FÍLLERES COMERCIALES. SEGUNDA PARTE: ESTUDIOS SOBRE LOS LIGANTES MEDIANTE ENSAYOS REOLOGICOS Y TÉCNICAS DE ANALÍTICA MACROMOLECULAR.

Autores: Hugo D. Bianchetto *
Rodrigo Miró Recasens**
Félix Pérez Jiménez **

* Universidad Nacional de La Plata, Argentina. Laboratorio de Pavimentos e Ingeniería Vial (LaPIV), Facultad de Ingeniería. Calle 1 y 47, (B1900TAG) La Plata, Argentina.

Tel/fax: +0054-221-4236687; e-mail: lapiv@ing.unlp.edu.ar; hbianche@ing.unlp.edu.ar

** Universidad Politécnica de Cataluña, España. Laboratorio de Caminos, ETSE de Caminos, Canales y Puertos

Grupo RILAIC (Red Ibero-Latinoamericana de Investigación en Carreteras), www.rilaic.com

RESUMEN

La segunda parte del trabajo consiste en estudiar el comportamiento de los ligantes recuperados de las mezclas envejecidas, mediante dos tipos de análisis: el reológico, efectuado a partir de ensayos de consistencia y utilizando el reómetro dinámico de corte (DSR); y la evaluación a partir de técnicas de analítica macromolecular, como la cromatografía por permeación de geles (GPC) y la espectroscopía infrarroja, procedimientos no rutinarios que permiten una observación más profunda de las causas y los efectos del envejecimiento en base a los cambios experimentados por el ligante bituminoso.

El uso de estas tecnologías ha permitido reafirmar y ampliar algunos conceptos adquiridos durante la primera parte de la investigación con los ensayos fundamentados en el método UCL, brindando una mayor información acerca de cómo la incorporación de fílleres a las mezclas asfálticas influye en la resistencia al envejecimiento de las mismas.

I.- INTRODUCCIÓN

En la primera parte de este trabajo se indicó que la finalidad que se persigue es analizar la influencia de la adición de fílleres comerciales en la resistencia al envejecimiento de las mezclas bituminosas; complementando los ensayos efectuados en aquella fase inicial, en ésta se reportan los resultados obtenidos al recuperar los ligantes de las mezclas envejecidas y las conclusiones que surgen del estudio intrínseco del asfalto a partir de ensayos de consistencia, reológicos y de técnicas analíticas de exclusión molecular.

II.- ENSAYOS EMPLEADOS PARA EL ESTUDIO DEL ENVEJECIMIENTO DE LOS LIGANTES RECUPERADOS DE LAS MEZCLAS ENVEJECIDAS

Después de los ensayos realizados a las probetas UCL en la primera parte de este trabajo, se procedió a extraer el ligante de las mismas empleando la técnica de destilación controlada en el Rotavapor, con el uso de un solvente (el diclorometano) que no necesita altas temperaturas para actuar durante el “lavado” de las mezclas.

Sobre los betunes recuperados se realizaron ensayos con el reómetro dinámico de corte, determinación de viscosidades con el viscosímetro rotacional Brookfield y ensayos mediante técnicas analíticas (cromatografía por permeación de geles (GPC) y espectroscopía infrarroja). Se ha hecho especial hincapié en los resultados logrados en estos ensayos, aunque cabe destacar que también se efectuaron ensayos empíricos de consistencia (penetración, punto de ablandamiento) y, en algunas muestras con ligantes modificados, se determinó el retorno elástico torsional.

El objetivo principal de esta parte del estudio es evaluar la evolución de las características del betún a medida que envejece y el papel protector del fíller frente al envejecimiento.

El programa de trabajos ha incluido:

- a) Caracterización de los betunes empleados en estado “virgen”.
- b) Caracterización de los ligantes extraídos de las probetas UCL ensayadas sin envejecimiento previo. En este caso, se ha simulado un “moderado” envejecimiento a corto plazo, materializado simplemente en la fabricación de las probetas.
- c) Caracterización de los ligantes extraídos de las probetas UCL ensayadas después de someterlas a envejecimiento con distintos grados de severidad en estufa de aire forzado a 80 °C, siguiendo los preceptos establecidos por el método. Con el propósito de

simplificar el análisis, se optó por considerar únicamente los períodos de envejecimiento a 2 y 7 días, que indicarían envejecimiento a medio y largo plazo, respectivamente.

A partir de este plan de ensayos, se ha efectuado un análisis comparativo del comportamiento de los ligantes asfálticos después de ser envejecidos funcionalmente en laboratorio en las mezclas patrón empleadas en este estudio, con diferentes grados de severidad.

Para la determinación de viscosidades dinámicas se empleó un viscosímetro rotacional Brookfield modelo RVD III. Los ensayos se efectuaron eligiendo el rotor adecuado para cada ligante y se fijaron las velocidades de giro (r.p.m.) para poder realizar comparaciones. Dichos valores se expresaron en Poise. Todos los ligantes fueron ensayados a 100, 135 y 150 °C. El asfalto convencional también fue ensayado a 60°C.

Para el análisis del módulo complejo mediante el Reómetro Dinámico de Corte, el equipo utilizado fue un DSR del tipo Bohlin, con una velocidad de oscilación de 10 radianes/segundo, que se corresponde con una frecuencia de aproximadamente 1,6 Hz.

Mediante la técnica GPC se determinaron pesos moleculares y sus distribuciones, empleándose un equipo LKB-2249, con una serie de columnas μ -Styragel de tamaños de poros entre 10^5 y 10^2 Å, completándose el instrumental con un detector UV Shimadzu a 254nm; se usó tetahidrofurano (THF) como solvente.

La espectroscopía infrarroja fue realizada con un espectrómetro Shimadzu IR-435.

III.- RESULTADOS OBTENIDOS

III.1.- Viscosidades Brookfield y otros ensayos de caracterización

III.1.1.- Sobre el asfalto convencional

En la **Tabla 1** se presentan todos los resultados de los ensayos efectuados al ligante recuperado de las mezclas correspondientes a las probetas UCL. Comparando los valores obtenidos para las mezclas con cal y con polvo calizo, a iguales concentraciones de filler y períodos de envejecimiento, puede verse que, en general, la cal resultó tener un efecto ligeramente más beneficioso de cara a la resistencia al envejecimiento; de todos modos, las pequeñas dispersiones encontradas e incluso algunos valores puntuales en sentido contrario, obligarían prácticamente a soslayar estas diferencias. Atendiendo a esta circunstancia, sólo se expondrán a continuación en este trabajo las gráficas correspondientes a los asfaltos recuperados de las mezclas con cal.

Tabla 1: Resultados de ensayos sobre betún convencional

Betún	Fíller	Cv/Cs	Envejecimiento [días]	Características del betún recuperado						
				Penetración [0,1 mm]	P. Ablandamiento [°C]	Viscosidad [poise]				
						60 °C	100 °C	135 °C	150 °C	
70-100	virgen			83	46	1230	25,9	3,2	1,6	
	sin filler		0	77	51	1875	34,4	4,23	2,36	
			2	43	56	4740	65,7	6,11	3,19	
			7	34	61	6315	80,1	7,55	3,99	
	Cal		0,5	0	79	49	1645	32	3,93	1,92
			0,5	2	45	55	4280	60,6	5,72	2,93
			0,5	7	36	59	5380	69	6,81	3,375
			1,0	0	80	48	1540	30,3	3,8	1,81
			1,0	2	48	53	3700	54,1	5,3	2,68
			1,0	7	38	55	4850	60	6,43	3,02
			1,5	0	82	48	1365	28,9	3,33	1,7
			1,5	2	51	51	3620	52	5,16	2,49
			1,5	7	40	53	4540	57	6,26	2,7
	Filler calizo		0,5	0	77,5	49	1800	33,1	4,07	2,16
			0,5	2	43	54	4510	62	5,9	3,02
			0,5	7	35	58,5	6020	76	7,33	3,78
			1,0	2	47	51	4120	56	5,65	2,86
			1,0	7	37	56,5	5320	67,3	6,35	3,34
			1,3	2	52	49	3660	50,7	5,3	2,33
			1,3	7	41	53,5	4640	59,2	5,67	2,64

En las **Figuras 1 y 2** se observa cómo se manifiesta el envejecimiento en las viscosidades rotacionales a 60 °C y de qué manera es beneficiosa la incorporación de fílleres de naturaleza cálcica (cal, en este caso) a las mezclas.

En la **Figura 1** se observa la variación de la viscosidad rotacional Brookfield para distintas edades de envejecimiento en mezclas con proporciones variables de filler.

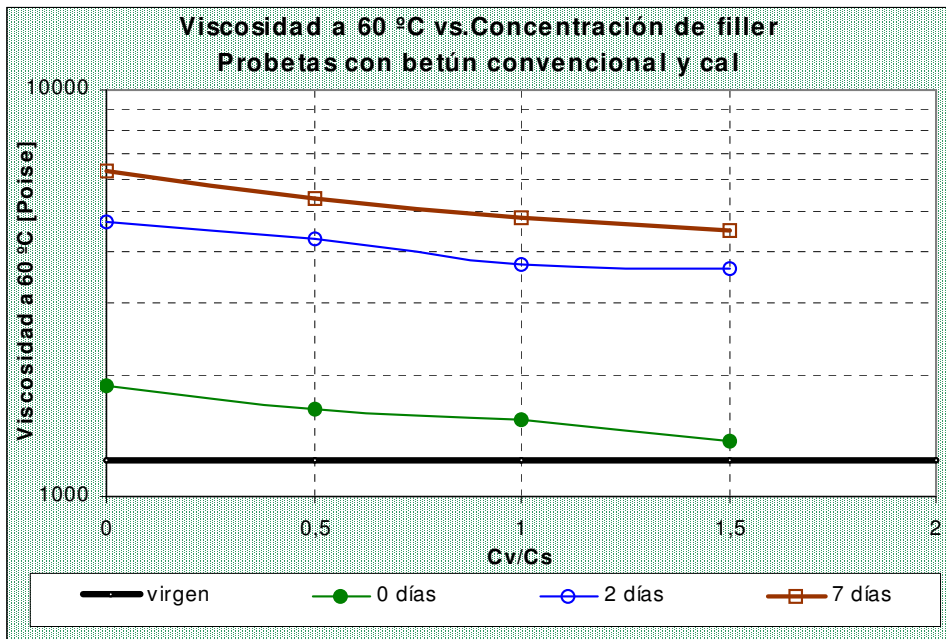


Figura 1. Influencia de la concentración de filler en la evolución de la viscosidad

Se deduce, por ejemplo, que el envejecimiento a 7 días en mezclas con $Cv/Cs=1.0$ es similar al que se produce en sólo 2 días en las mezclas sin filler, advirtiéndose así cómo el filler redunda en una vida útil más prolongada.

En la **Figura 2** pueden observarse las curvas “Viscosidad a 60 °C vs. Envejecimiento” para proporciones variables de cal en las mezclas.

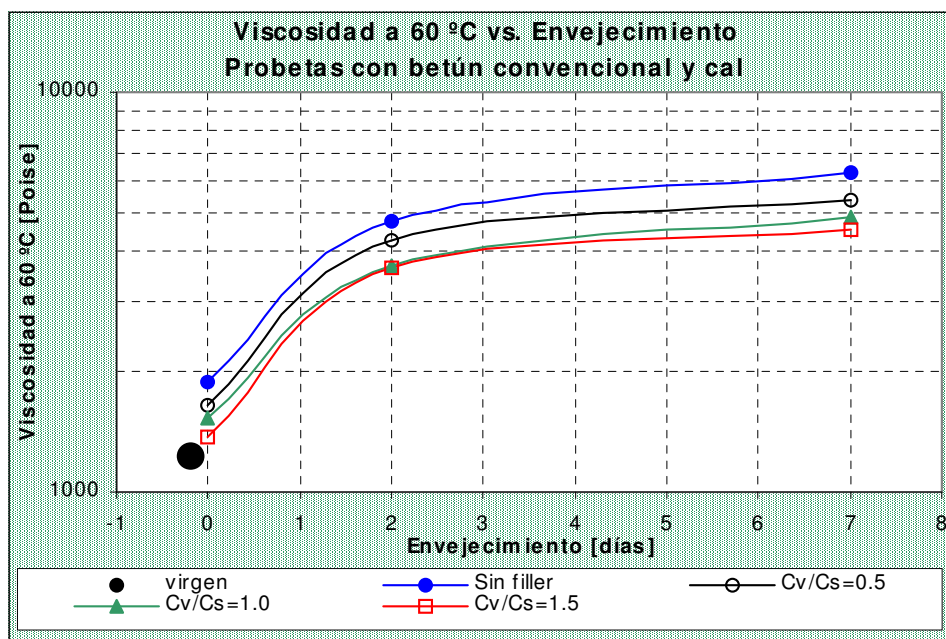


Figura 2. Evolución de la viscosidad con el envejecimiento

El parámetro aumenta con la edad, pero dicha variación también tiende hacia valores asintóticos, es decir, se estabiliza para tiempos de envejecimiento dilatados.

Finalmente, en la **Figura 3** se representa el nomograma de Heukelom del ligante recuperado de mezclas UCL fabricadas con betún normal y cal, con las distintas condiciones de envejecimiento y fillerización empleadas en este estudio.

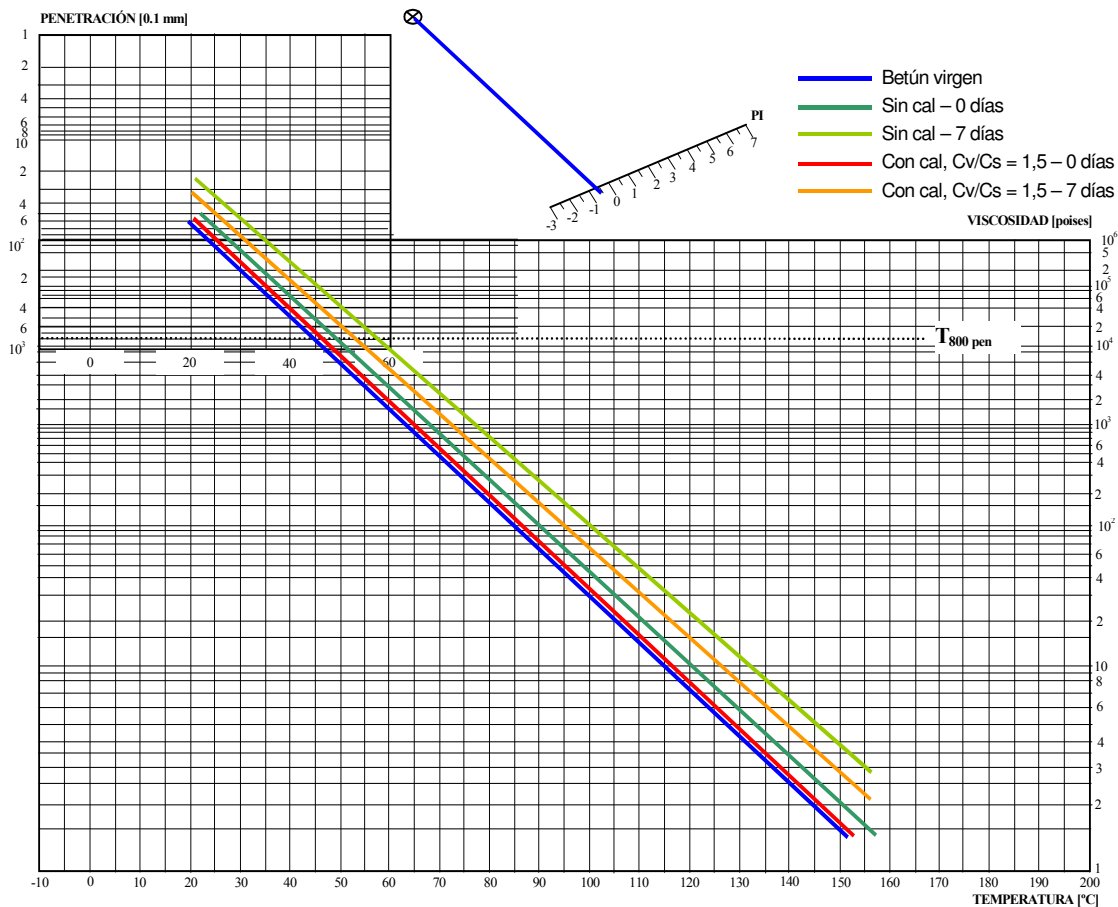


Figura 3. Variación de la consistencia del ligante convencional según el grado de envejecimiento y de fillerización de la mezcla

Este diagrama pone de manifiesto, entre otras cosas, que no varía prácticamente el Índice de Penetración del betún antes y después de envejecido (en este caso, el IP es de aproximadamente -0.5). Indica, además, que las condiciones de mayor agresividad producen un desplazamiento hacia la derecha de las rectas; los casos extremos del ejemplo son la recta del asfalto original, es decir sin envejecer (la del extremo izquierdo) y la del asfalto extraído de la mezcla sin filler y envejecida a 7 días (extremo derecho), la cual presenta un índice de envejecimiento (IE) bastante elevado:

$$IE = \frac{\text{Viscosidad } 60\text{ }^{\circ}\text{C, 7 días envej., sin filler}}{\text{Viscosidad } 60\text{ }^{\circ}\text{C, betún virgen}} = \frac{6315 \text{ Poise}}{1230 \text{ Poise}} = 5,1$$

Finalmente, muestra de qué manera ese envejecimiento se reduce cuando se adiciona filler a la mezcla. Así, la recta con Cv/Cs=1.5 y 7 días de envejecimiento, se traslada hacia la izquierda de la anterior y el IE disminuye:

$$IE = \frac{\text{Viscosidad } 60^{\circ}\text{C, 7 días envej., Cv/Cs=1.5}}{\text{Viscosidad } 60\text{ }^{\circ}\text{C, betún virgen}} = \frac{4540 \text{ Poise}}{1230 \text{ Poise}} = 3,7$$

III.1.2.- Sobre los asfaltos modificados

Sometidos a envejecimiento, todos los ligantes modificados sufren no sólo el endurecimiento del betún base, sino también la degradación de la fase polimérica. Tal deterioro puede deberse a fenómenos de hinchamiento y disolución, al ser sometidos los polímeros a elevadas temperaturas, y también a las roturas de enlace y/o entrecruzamientos debido a estos efectos térmicos, además de radiaciones y reacciones químicas. La acción combinada del endurecimiento del betún y del deterioro de la fase elastomérica da lugar a cambios en las características originales del betún polimerizado que, muchas veces, arrojan resultados disímiles a los que se producen en los betunes convencionales de penetración.

Cualquiera que fuese el sentido y la magnitud de las variaciones reológicas experimentadas, a los fines de este trabajo se consideraron más importantes los cambios comparativos derivados del uso de los filleres y de las proporciones que se emplearon, para tratar así de estimar el alcance de la influencia de la adición de relleno mineral en las mezclas.

La **Tabla 2** muestra los resultados de los ensayos de caracterización efectuados al ligante modificado con EVA, después de realizar las extracciones a las mezclas con incorporación de cal y que fueron sometidas a envejecimiento.

Tabla 2: Resultados de ensayos sobre betún modificado con EVA

Betún	Filler	Cv/Cs	Envejecimiento [días]	Características del Betún recuperado				
				Penetración [0,1 mm]	P. Ablandamiento [°C]	Viscosidad [poise]		
						100 °C	135 °C	150 °C
EVA	virgen			62	67	88	10,6	4,2
	sin filler		0	49	59	76	8,7	4,1
			2	36	56	60	7,8	4,3
			7	35	60	157	14,9	5,7
	Cal		0,5	54	57	66	8,1	4,1
			0,5	43	54	56	7,0	3,3
			0,5	39	56	126	12,5	5,0
			1,0	61	52	57	6,9	3,6
			1,0	51	51	50	6,0	2,9
			1,0	42	55	91	9,2	4,1
			1,5	63	52	55	6,7	3,6
			1,5	53	50	47	6,2	2,7
			1,5	42	55	70	8,1	3,6

La **Tabla 3** corresponde al betún modificado con SBS, también obtenido de las mezclas con cal; en la misma, además de la penetración, el punto de ablandamiento y las viscosidades rotacionales, se presentan algunos valores de recuperación elástica torsional, los que permiten observar cómo se ha perdido capacidad elástica por culpa del envejecimiento pero, a su vez, de qué manera ha sido posible atenuar ese efecto con la adición de filler. Así, por ejemplo, la pérdida ha disminuido un 37 % al envejecer 7 días sin filler, pero se ha reducido al 28 % cuando se fillerizó la mezcla con cal en una concentración volumétrica igual a 1.5 veces la crítica.

Tabla 3: Resultados de ensayos sobre el betún modificado con SBS

Betún	Filler	Cv/Cs	Envejecimiento [días]	Características del Betún recuperado						
				Penetración [0,1 mm]	P. Ablandamiento [°C]	Retorno Elástico [%]	Viscosidad [poise]			
							100 °C	135 °C	150 °C	
SBS	virgen			65	68	77	220	17,8	7,2	
	sin filler		0	53	64		162			
			2	40	59	54	133			
			7	34	63	40	178	13,6	5,6	
	Cal		0,5	0	55	62		126		
			0,5	2	43	56	58	99	8,3	3,9
			0,5	7	40	59	44	159	9,8	4,4
			1,0	0	57	58		101		
			1,0	2	46	53		85	7,2	3,4
			1,0	7	41	57		106	8,4	3,9
			1,3	0	58	56		92		
			1,3	2	47	53		81	7	3,4
			1,3	7	41	54		93	8	3,6
			1,5	0	58	56				
			1,5	2	48	52	60			
1,5			7	41	54	49				

En las gráficas de viscosidades se puede ver en forma manifiesta esa “competencia” entre el endurecimiento del betún base y la degradación del entramado polimérico. Cuando los betúnes-polímero están sometidos en las probetas de mezcla patrón a envejecimientos moderados y/o la mezcla está convenientemente fillerizada, la viscosidad baja respecto del ligante original, evidenciándose la preeminencia de la escisión de cadenas poliméricas; pero para un envejecimiento más severo y poca proporción de cal, el betún base aparece como desprotegido y el balance de efectos deriva en una mayor consistencia final del ligante, aumentando la viscosidad y acercándose o incluso superando, ahora sí, a la viscosidad de origen, debido al endurecimiento del asfalto base y al efecto adicional de los entrecruzamientos poliméricos antes mencionados.

La **Figura 4** recoge el caso del betún modificado con EVA; la respuesta del betún modificado con SBS fue similar, como puede verse en la Tabla 3.

Numerosos trabajos de investigación corroboran estos resultados, pudiendo inferirse que en muchos lugares del mundo donde se fabrican betunes-polímero se manifiestan fenómenos similares ante el envejecimiento. La incidencia de la degradación de la red elastomérica en los parámetros de caracterización tradicionales supone un cambio brusco respecto de la teoría clásica que sí es aplicable a asfaltos normales. Si bien el objetivo central de este trabajo no es evaluar el comportamiento reológico de los betunes-polímero envejecidos, esta respuesta “atípica” ante los fenómenos de envejecimiento (al menos, comparando con lo que sucede en los asfaltos de penetración) ha alentado el empleo de otras técnicas no tradicionales de estudio para tratar de comprender cabalmente cómo es la incidencia de la adición de filleres en la resistencia al envejecimiento, según se verá más adelante.

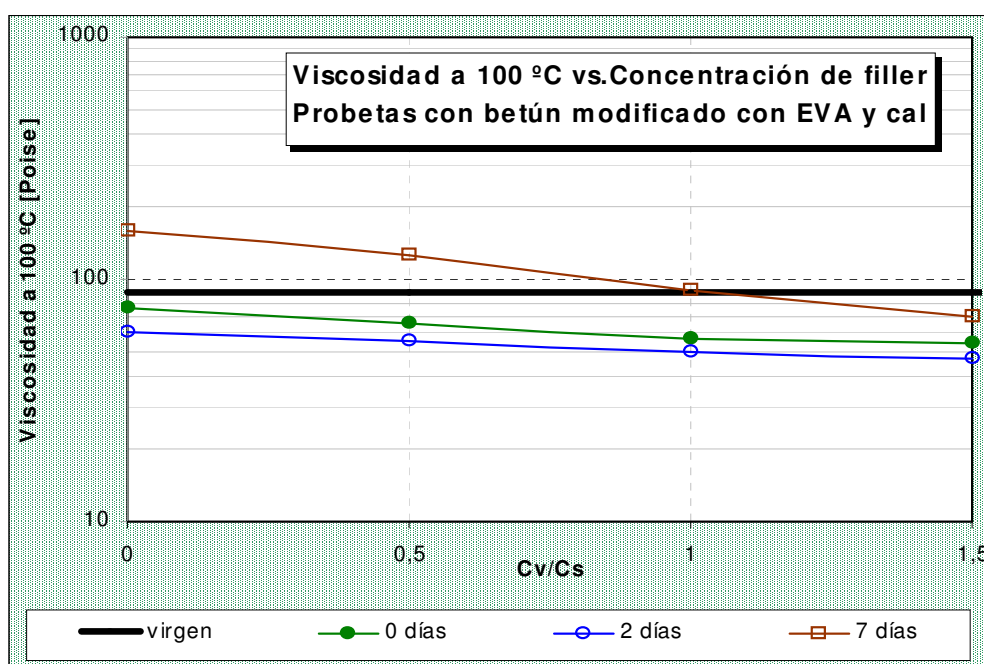


Figura 4. Evolución de la viscosidad a 100 °C con el envejecimiento y con la concentración de filler, en las mezclas UCL con betún-polímero EVA y con cal

III.2.- Técnicas de analítica macromolecular

Los mecanismos que actúan en el envejecimiento de los betunes no siempre son bien interpretados a partir de los ensayos tradicionales de base física. En los ligantes bituminosos convencionales, la incidencia relativa entre los fenómenos de oxidación y volatilización de los compuestos más ligeros del asfalto puede llegar a explicar mejor por qué se produce el

envejecimiento y cómo es posible tratar de atenuarlo. En los ligantes modificados con polímeros, los efectos del envejecimiento del betún base y la degradación del polímero modificador, que suelen ser contrapuestos, pueden enmascarar las modificaciones estructurales sobre el ligante, no manifestándose tan claramente sobre la penetración, la viscosidad o el punto de reblandecimiento del producto envejecido. Ante esta realidad, las técnicas cromatográficas y de espectroscopía infrarroja se ofrecen como herramientas útiles para comprender los fenómenos asociados al envejecimiento.

En este trabajo y a modo de complemento, se efectuaron ensayos con estas metodologías sobre los asfaltos convencionales recuperados de las mezclas con y sin fíller, sometidas a distintos periodos de envejecimiento en laboratorio en las probetas UCL, tomándose sólo algunas de ellas para estos ensayos, procurándose abarcar distintos períodos de envejecimiento y proporciones de fíller (cal, en estos ejemplos).

III.2.1.- Cromatografía por Permeación de Geles (GPC)

La **Tabla 4** resume cuáles han sido las muestras utilizadas y los resultados de las integraciones realizadas sobre los cromatogramas o “elugramas” obtenidos.

Tabla 4: Resumen de las integraciones de las cromatografías

Muestra	Condiciones	Área	Máx. cresta (Ve) [ml]
V	Virgen	0,0415	24,6
C0.5-2	0,5 % cal / 2 días	0,0417	24,7
C1.0-2	1 % cal / 2 días	0,0415	24,9
C1.0-7	1 % cal / 7 días	0,0409	24,3
C0.0-7	Sin cal / 7 días	0,0415	24,5

El perfil cromatográfico del asfalto convencional ha exhibido una distribución unimodal, debido al sistema de columnas utilizado para este análisis. La **Figura 5** ofrece los perfiles del betún virgen y del obtenido de las probetas envejecidas a 2 días y con dos proporciones distintas de fíller cal ($C_v/C_s=0.5$ y $C_v/C_s=1.0$).

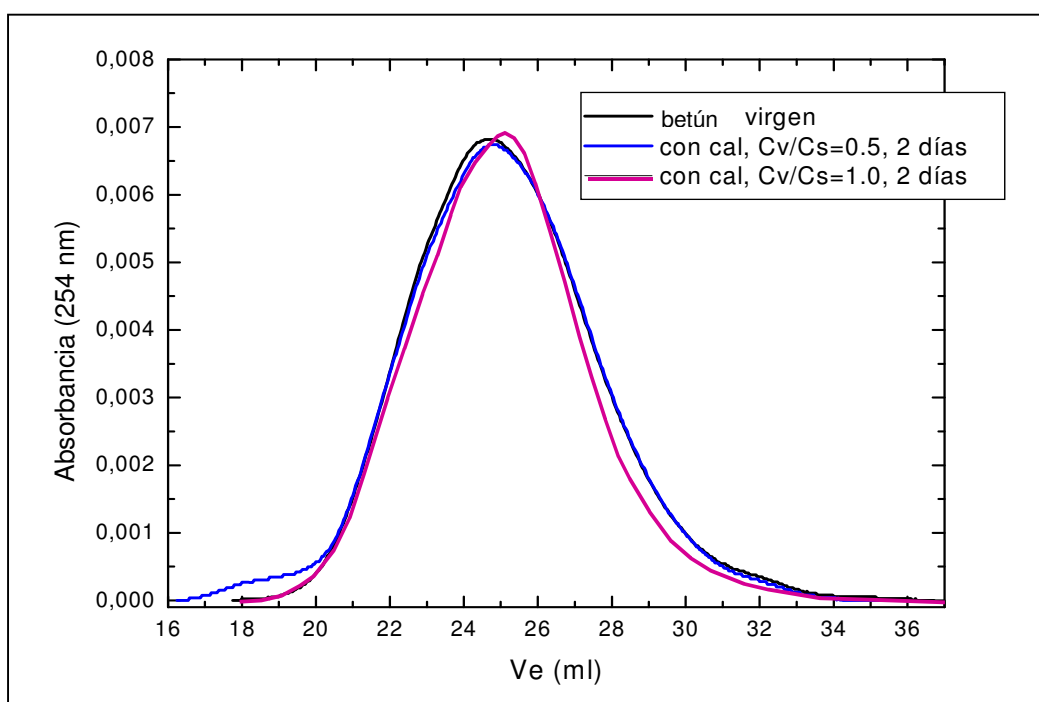


Figura 5: Elugramas de betún virgen y de betunes envejecidos a 2 días en mezclas con cal ($C_v/C_s = 0,5$ y $C_v/C_s = 1,0$)

Tras 2 días de envejecimiento se han observado algunos cambios respecto de la curva original del asfalto, dependiendo del contenido de filler. El elugrama del ligante de la mezcla con bajo contenido de filler ($C_v/C_s=0.5$ en este caso) muestra un pequeño “hombro” en la zona de bajos volúmenes de elusión ($V_e \cong 18$ ml) lo que corresponde a la formación de compuestos de mayor tamaño molecular o especies asociadas, debido a su mayor polaridad, que se forman mediante procesos de oxidación.

Un mayor contenido de filler en la mezcla ($C_v/C_s = 1.0$) produce una visible protección al betún, pues en este caso la curva de distribución se estrecha y no presenta el hombro de la curva anterior. Es decir, no se manifiesta la formación de compuestos de mayor tamaño molecular, a pesar que es evidente que algún cambio se ha producido, más no hasta el punto de generar grandes asociaciones polares. Probablemente, los componentes de menor tamaño molecular sean los más afectados, debido al estrechamiento de la curva en la zona de mayores V_e y a un ligero desplazamiento de la cresta hacia la derecha.

La **Figura 6** muestra el efecto del envejecimiento sobre el asfalto extraído de dos mezclas con 7 días de envejecimiento, una sin filler y la otra con una proporción $C_v/C_s = 1.0$, y la comparación con el betún virgen.

Se observa que con un mayor tiempo de envejecimiento, la curva se desplaza a mayores V_e cuando el ligante no está “protegido” por el fíller, pero lo hace hacia menores V_e para una concentración volumétrica igual a la crítica ($C_v/C_s = 1,0$), lo que indicaría un proceso de oxidación en los componentes de bajo tamaño molecular y luego su asociación para dar lugar a especies de mayor tamaño molecular, más polares y asociadas.

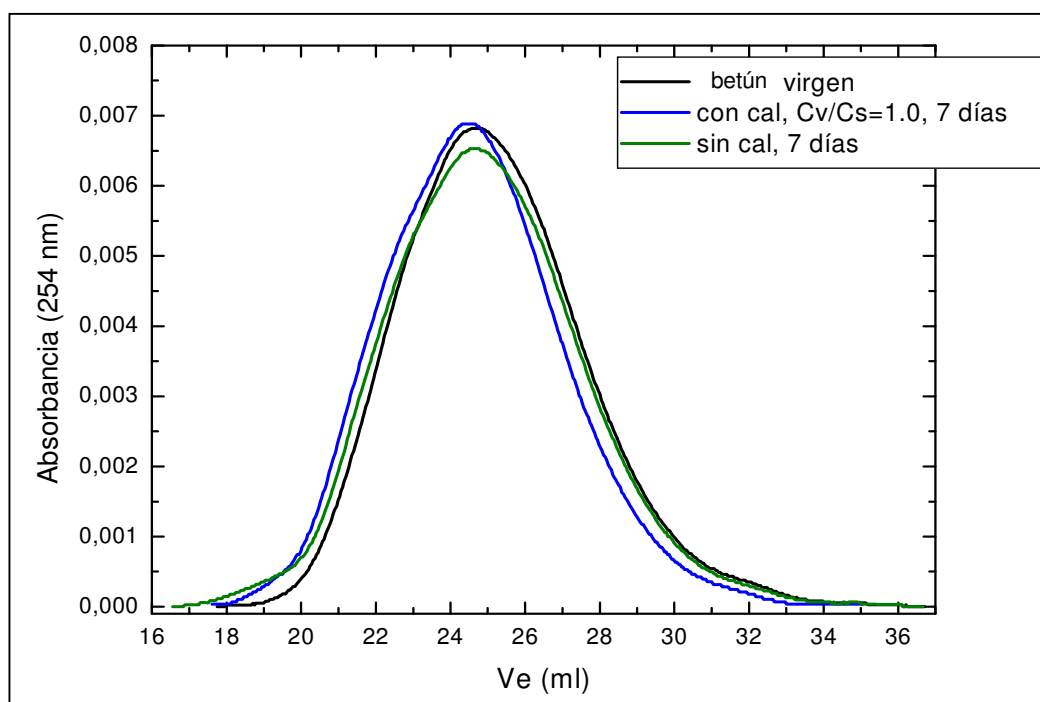


Figura 6: Elugramas del asfalto envejecido a 7 días en mezcla sin fíller y en mezcla con cal ($C_v/C_s = 1,0$) y del asfalto virgen

La muestra que no contiene fíller mantiene la composición de especies de bajo tamaño molecular, pero aumentan las más polares y asociadas, motivo por el cual el ancho de la curva de distribución aumenta y se magnifica el “hombro” a bajos V_e .

Queda claro, entonces, a partir de estos ensayos cromatográficos, el efecto beneficioso del fíller en lo que respecta a la resistencia al envejecimiento de los asfaltos convencionales.

III.2.2.- Espectroscopia Infrarroja (Análisis IR)

Las muestras analizadas han sido de asfalto 70/100. Cada muestra se disolvió en Cl_4C en una concentración de 20 mg/ml y se sonicó 15 minutos. El análisis IR se efectuó por *casting* de la solución sobre pastilla de $CaNa$ y evaporación en estufa. Las bandas sobresalientes de cada muestra (frecuencias en cm^{-1}) respecto de la muestra de betún virgen, son las siguientes:

Tabla 5. Asignación de bandas de absorción características del betún

Número de onda [cm^{-1}]	Asignación *
3250	ν O – H, alcoholes o ácidos carboxílicos
1790	ν C = O, aldehídos
1690	ν C = O, ácidos o derivados de ácidos conjugados
1020	ν S = O de sulfóxidos

La Figura 7 muestra tres estados bien diferenciados de envejecimiento: betún virgen, betún extraído de probetas envejecidas a 7 días sin fíller y betún extraído de probetas envejecidas a 7 días con una proporción volumétrica de cal $C_v/C_s=1.0$. En las absisas correspondientes a las bandas 1790/1690 prácticamente no se observan singularidades en la curva del betún virgen, pero sí es visible la aparición de bandas más intensas en la curva espectrográfica de la muestra envejecida a 7 días y sin fillerizar. También se nota una ligera disminución de las intensidades al pasar de la muestra “7 días/sin fíller” a la muestra “7 días, $C_v/C_s=1.0$ ”; este cambio indica un menor grado de oxidación de la segunda, lo cual es representativo del efecto beneficioso que supone la adición de cal en lo que a resistencia al envejecimiento se refiere. Estas bandas corresponden a los estiramientos de enlaces C = O, como ya se puntualizó al analizar el envejecimiento en el betún-polímero.

Es apreciable, en el ligante envejecido y sin la protección del fíller, la presencia de una pequeña banda a 3250 cm^{-1} , que se asigna a los estiramientos de enlace O-H que ocurren debido fundamentalmente a la degradación oxidativa del betún; dicha banda es inadvertida en el espectrograma del asfalto virgen y apenas observable en el envejecido en la muestra con fíller. Asimismo, la banda que aparece a 1020 cm^{-1} , asignada al estiramiento S = O del sulfóxido formado por oxidación del átomo de S presente en el asfalto, también brinda información de los efectos del envejecimiento, al ser apenas visible en el betún virgen, muy acentuada en el envejecido en la mezcla sin fíller y bastante atenuada en el envejecido en la mezcla elaborada con una proporción de fíller igual a $C_v/C_s=1.0$.

En este trabajo el ensayo se realizó por transmitancia, por lo cual los resultados obtenidos permiten realizar solamente un análisis cualitativo. La aplicación del método por absorbancia permitiría llegar a conclusiones más acabadas basadas en una evaluación cuali-cuantitativa de los efectos del envejecimiento.

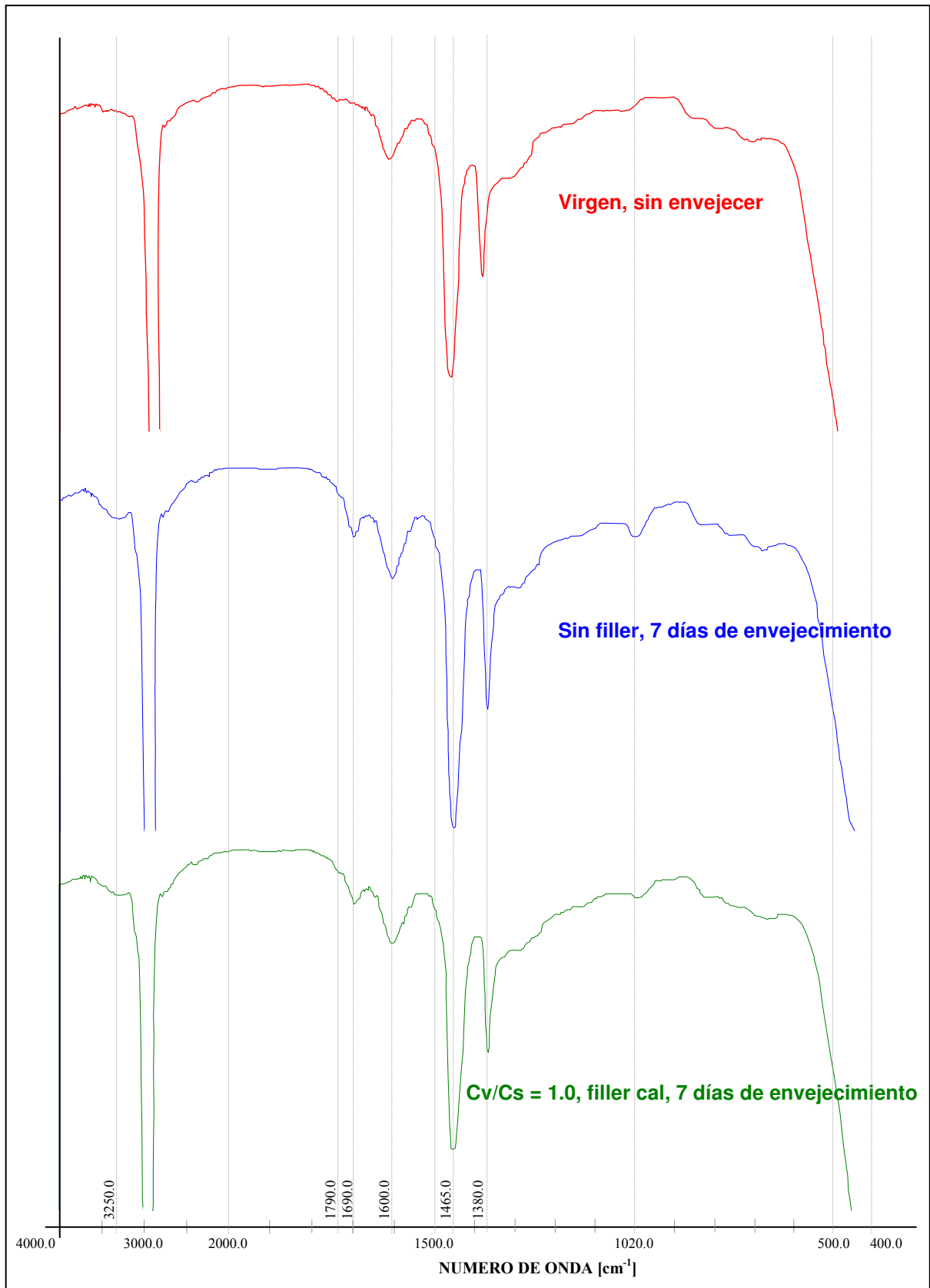


Figura 7. Análisis IR, asfalto convencional, distintos grados de envejecimiento

III.2.3.- Análisis con el Reómetro Dinámico de Corte (DSR)

Otra de las técnicas empleadas para poner en evidencia las características reológicas intrínsecas de los ligantes, fue el análisis del módulo complejo mediante el *Reómetro Dinámico de Corte* (DSR). Este ensayo forma parte de la tecnología SHRP. Con él se pretende, en esta parte del trabajo, tener un mayor grado de conocimiento sobre cómo el envejecimiento puede afectar las características viscosas y elásticas del asfalto en las mezclas patrón elaboradas con el asfalto convencional y poder valorar, desde otro punto de vista, los beneficios de la incorporación de fíller en las mismas, mediante los preceptos de la técnica de caracterización conocida como “Análisis Mecánico Dinámico”, DMA.

Las muestras de ligante convencional fueron obtenidas por destilación controlada de las mezclas UCL elaboradas con distintas proporciones de cal y con diferentes períodos de envejecimiento.

La temperatura de ensayo adoptada fue de 60°C, por ser significativa del comportamiento de los asfaltos en condiciones rigurosas de servicio, de acuerdo a experiencias previa. La metodología empleada fue la de deformación controlada, procurando un nivel de deformación donde se verifique un comportamiento viscoelástico lineal del ligante analizado y midiendo el esfuerzo necesario para mover la placa con la frecuencia precitada. La relación entre la máxima amplitud del esfuerzo y la máxima amplitud de la deformación se define como “Módulo de Corte Complejo”, G^* ; el desfase entre el esfuerzo aplicado y la deformación producida se mide con el “Angulo de Desfase”, δ . Las componentes de G^* son $G' = G^* \times \cos \delta$ y $G'' = G^* \times \sin \delta$. En la **Tabla 6** se resumen los resultados de los ensayos efectuados:

Tabla 6. Resultados del ensayo DSR, betún convencional extraído de probetas UCL

Origen del betún	G^* [Pa]	δ [°]	G' [Pa]	G'' [Pa]	G'/G'' [%]
Virgen	2512	87,7	101	2510	4,0
Mezcla sin filler, 2 días de envejecimiento	5010	85,3	411	4993	8,2
Mezcla sin filler, 7 días de envejecimiento	8406	83,7	922	8355	11,0
Mezcla con cal, Cv/Cs = 0,5, 2 días de envejecimiento	4513	85,9	323	4501	7,2
Mezcla con cal, Cv/Cs = 1,0, 2 días de envejecimiento	3979	86,3	257	3971	6,4
Mezcla con cal, Cv/Cs = 1,0, 7 días de envejecimiento	6467	84,7	597	6439	9,3

Realizando un análisis sintético de los resultados obtenidos sobre las muestras, podemos inferir la influencia del contenido de fíller en los parámetros fundamentales del mismo conforme evoluciona el envejecimiento. En primer lugar se observa, al comparar los valores obtenidos en el betún virgen con los del betún envejecido, que el envejecimiento produce un incremento de G^* y una disminución de δ . La **Figura 8** esquematiza esta situación.

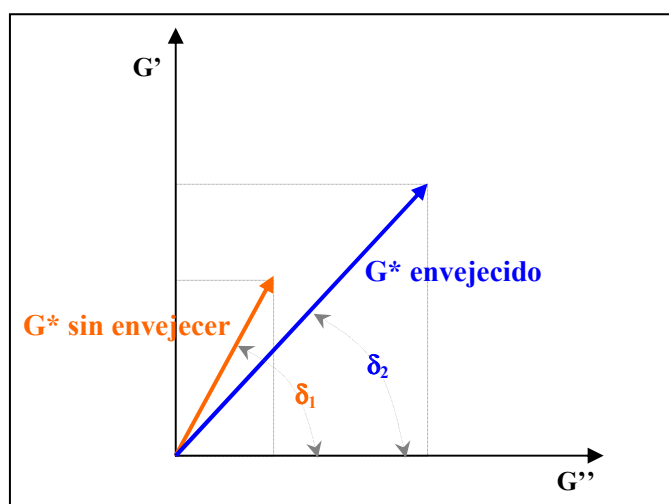


Figura 8: Análisis Mecánico Dinámico: efecto del envejecimiento del betún

Este hecho guarda relación con lo reportado por Agnusdei e losco acerca de una serie de estudios realizados con asfaltos convencionales envejecidos con distintos grados de severidad. Estos cambios en los parámetros son producto del envejecimiento y se manifiestan en fenómenos asociados a la oxidación y a la volatilización de fracciones ligeras: aumento del contenido de asfaltenos, disminución de compuestos polares, asociaciones intermoleculares y modificaciones de la estructura coloidal; el resultado final es un mayor grado de complejidad del ligante, que se aparta cada vez más del fluir newtoniano.

Un análisis apriorístico conduciría a la conclusión que el envejecimiento es favorable pues se incrementa la componente elástica; esto es cierto en lo que respecta a la resistencia a las deformaciones permanentes, pero paralelamente se produce un aumento significativo del módulo complejo del betún que puede conllevar a una rigidez excesiva de la mezcla y derivar en fisuras y grietas en el pavimento. Lo ideal es que los betunes a emplear en pavimentación cambien lo menos posible sus cualidades reológicas con el tiempo. Debido al envejecimiento se registra, entonces, un incremento proporcional de G' y la consiguiente disminución de G'' que deriva en una mayor relación porcentual G'/G'' , ver **Tabla 6**. El efecto protector del fíller se puede valorar observando cómo, para un determinado período de envejecimiento, el betún de una mezcla con más fíller presenta una relación G'/G'' menor

que el betún de una mezcla menos fillerizada, aproximándose paulatinamente a la condición del asfalto virgen.

En la **Figura 9** se grafican las variaciones de G^* y de δ , en función de la concentración volumétrica de fíller, para distintos períodos de envejecimiento.

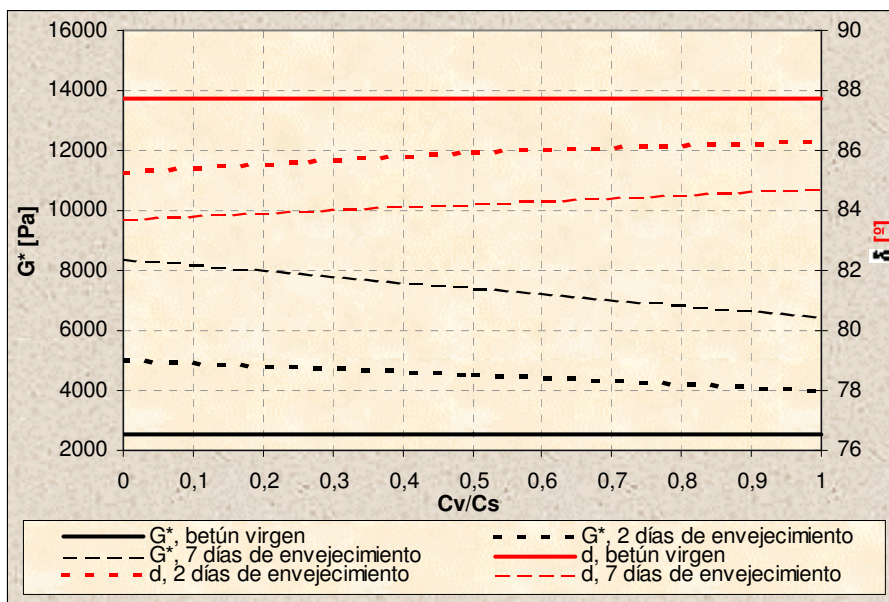


Figura 9: Ensayos con el DSR. Módulo complejo y ángulo de desfase en función de la concentración de fíller, para distintas condiciones de envejecimiento

Las curvas obtenidas corroboran los conceptos vertidos previamente acerca de los beneficios provenientes de la incorporación de fíller a las mezclas, pues a medida que se incrementa la relación Cv/Cs los parámetros tienden a acercarse a los valores característicos del betún virgen.

Se observa que el valor del módulo se incrementa a medida que avanza el envejecimiento, pero a la vez se atenúa ese crecimiento cuando el betún está “protegido” en la mezcla por el fíller. Similares razonamientos pueden hacerse cuando se evalúa el ángulo de desfase, sólo que con este parámetro el envejecimiento se manifiesta en una disminución del mismo; al igual que sucede con G^* , el efecto del fíller hace que en la muestra envejecida el valor de δ tienda a acercarse al correspondiente al betún virgen.

IV.- CONCLUSIONES

La incorporación a las mezclas bituminosas de fílleres de aportación otorga una serie de beneficios relacionados con la resistencia al envejecimiento que pueden significar un aumento de la vida útil del pavimento, en particular cuando está sometido a temperaturas extremas.

Debe tenerse presente que el medio continuo que otorga cohesión al conjunto es el mástico, sistema bifásico compuesto por el betún y el fíller, y que las propiedades del mismo son función de sus características físico-mecánicas y no meramente de la relación fíller/betún en peso. La relación entre la concentración volumétrica del fíller en el mástico, C_v , y la concentración crítica, C_s , determina la proporción de fíller a partir de la cual se produce una excesiva rigidez por sobrefillerización.

La determinación de las características intrínsecas del ligante mediante el reómetro de corte dinámico, DSR, antes y después del envejecimiento de las mezclas elaboradas, con y sin fíller de aportación, también debe considerarse de interés, no solo para comprender como evolucionan los factores de envejecimiento sino además para valorar comparativamente las mejoras atribuibles a la fillerización. En las experiencias de este trabajo pudo apreciarse que la protección que el fíller adicionado a la mezcla otorga al betún se traduce en una clara atenuación del incremento que sufre el módulo complejo G^* y paralelamente en una merma de la disminución que experimenta el ángulo de desfase δ por efectos del envejecimiento.

Los ensayos físicos de caracterización (penetración, punto de reblandecimiento y viscosidad), aún con sus limitaciones, han permitido algunas conclusiones interesantes. Pudo corroborarse el efecto protector del fíller frente al envejecimiento en los betunes convencionales, al mitigarse el aumento de su consistencia. En los betunes modificados, el análisis a partir de estos ensayos puede dar lugar a interpretaciones erróneas debido a la "competencia" que se establece entre los factores que favorecen el aumento de consistencia (formación de productos entrecruzados en la red polimérica; endurecimiento del betún base) y la escisión de cadenas poliméricas que tienden a una pérdida de consistencia del ligante.

Las técnicas de análisis macromolecular (GPC, espectrografía IR) han esclarecido algunos de estos fenómenos, al evidenciarse de qué manera el envejecimiento provocó la generación de compuestos de mayor tamaño molecular por oxidación y asociaciones polares en el betún base, y la formación de cadenas más largas y entrelazadas en la fase polimérica, y también cómo la adición de fíller redujo estos efectos.

BIBLIOGRAFÍA

- Jennings, P.W. (1993): *Advanced High Performance Gel Permeation Chromatography Methodology*. SHRP-A-630.
- Callister, M. (1996): *Ciencia e Ingeniería de los materiales*. Editorial Reverté, Madrid.
- Barbieri, M.; Di Gennaro, E.; (1996): *Application of instrumental techniques like NMR and GPC in the field of polymer modified bitumen*. *Ricerca & Sviluppo e Tecnologia*, Vol. 50.
- Gubler, R.; Liu, Y.; Anderson, D.; Partl, M. (1999): *Investigation of the system filler and asphalt binders by rheological means*. Association of Asphalt Paving Technologists. Vol. 68.
- Agnusdei, J.; losco, O. (2002): *Utilización de ensayos reológicos para el estudio de la durabilidad de asfaltos viales*. XXXII Reunión del Asfalto, Tucumán, Argentina.
- Larsen, D.; Bianchetto, H.; Cortizo, M.; Alessandrini, J. (2002): *Análisis del envejecimiento a corto plazo de asfaltos modificados con polímeros SBS mediante técnicas de analítica macromolecular*. XXXII Reunión del Asfalto, Tucumán, Argentina.
- Verhasselt, A. (2003): *Short-and-long-term ageing of bituminous binders*. 6th RILEM Symposium PTEBM'03, Suiza.
- Lapalu, L.; Planche, J-P.; Mouillet, V.; (2004): *Evolution of the rheological properties of polymer-modified bitumen during aging*. 3rd Eurasphalt & Eurobitume Congress, Viena.-
- Read, J.; Whiteoak, D. (2003): *The Shell Bitumen Handbook*. Shell UK Oil Products Limited. Fifth Edition.
- Cortizo, M.; Larsen, D.; Bianchetto, H.; Alessandrini, J. (2004): *Effect of the thermal degradation of SBS copolymers during the ageing of modified asphalts*. *Polymer Degradation and Stability*, Vol. 86 (2).