

**192-01-2013**  
**ESTUDIOS REOLÓGICOS DE ASFALTOS ELABORADOS EN**  
**LABORATORIO CON LA INCORPORACIÓN DE POLÍMEROS Y**  
**CAUCHO**  
**ESTUDOS REOLÓGICAS DE ASFALTO PRODUZIDA EM**  
**LABORATÓRIO COMO INCLUINDO POLÍMEROS E BORRACHA**

Ing<sup>a</sup> Rosana Marcozzi  
<sup>1</sup>LEMIT-CIC  
La Plata, Argentina  
tecnologiavial@lemit.gov.ar

Dr. Ing. Francisco Morea  
LEMIT-CONICET  
La Plata, Argentina  
franciscomorea@conicet.gov.ar

Lic. Claudio J. Veloso<sup>1</sup>

Sr. Jorge F. Coacci<sup>1</sup>

## **Resumen**

Las mayores demandas exigidas en mezclas asfálticas a causa de mayores solicitudes impuestas a los pavimentos han promovido la amplia difusión y utilización de nuevos asfaltos de mayor prestación.

El objetivo de esta etapa del trabajo es estudiar dichos asfaltos mediante ensayos fundamentales. Se prepararon diferentes ligantes en laboratorio a partir de un asfalto base convencional, la incorporación de diferentes porcentajes de polímero y aporte de aditivos generadores de la red polimérica. También evaluamos la incorporación de polvo de caucho de neumáticos fuera de uso. El análisis de propiedades de los diferentes asfaltos ha incluido, además de las tradicionales mediciones para la caracterización de ligantes (penetración, punto de ablandamiento, recuperación elástica, etc.), el estudio de la energía de deformación de los ligantes en ensayos de fuerza-ductilidad. Complementando estas mediciones, se caracterizó el comportamiento de los ligantes mediante aplicación de barridos de frecuencia y medición de las recuperaciones de deformaciones luego de ensayos de creep a diferentes tensiones.

## **Resumo**

Os aumentos nas exigências requeridas em misturas asfálticas devido a tensões mais elevadas impostas nas calçadas promoveu a ampla disseminação e uso de asfaltos novos de alto desempenho.

O objetivo nesta fase do trabalho é estudar esses asfaltos por meio de ensaios “fundamentais”.

Diferentes ligantes foram preparados no laboratório a partir de uma base de asfalto convencional, adicionando diferentes percentagens de polímero e aditivos geradores da rede polimérica. Também avaliamos a incorporação de pó de borracha de pneus usados.

A análise das propriedades de diferentes asfaltos inclui, além das medidas tradicionais para a caracterização dos ligantes (penetração, ponto de amolecimento, recuperação elástica, etc.), o estudo da energia de deformação de ensaios de força-ductilidade. Complementando estas medidas, o comportamento foi caracterizado pela aplicação dos varreduras de frequência e medição de recuperações de deformação após o teste de creep a diferentes tensões.

## **INTRODUCCION**

En los últimos años se ha incrementado el uso de modificadores del asfalto debido a que no solamente son utilizados en la fabricación de mezclas especiales como los microaglomerados discontinuos y los pavimentos drenantes, sino que cada vez más son utilizados en mezclas de granulometría convencional que requieren por proyecto prestaciones especiales.

Los pavimentos con asfaltos modificados con polímeros son más durables a causa de su menor susceptibilidad térmica, menor acumulación de deformaciones y a las excelentes condiciones de adherencia que desarrollan.

Por otra parte, con el aporte al asfalto del caucho proveniente de neumáticos fuera de uso se han obtenido ligantes de mayor viscosidad, además de una disposición controlada de este residuo.

Las especificaciones sobre ligantes modificados con polímeros y la nueva normativa para asfaltos con caucho en nuestro país implican principalmente ensayos empíricos. Durante más de 20 años de uso de estos ligantes, los ensayos especificados han resultado ser suficientes para controlar la calidad de asfaltos fabricados en planta, pero no permiten caracterizar su comportamiento frente a las solicitaciones generadas por el tránsito.

En el presente trabajo, se estudia mecánicamente al ligante modificado con polímeros y al ligante con la incorporación de caucho como materiales compuestos. El objetivo es evaluar mediante ensayos reológicos el comportamiento del material desde el punto de vista de la interacción de los materiales componentes y estudiar cómo afecta a las propiedades mecánicas y de deformación dicha interacción.

El proyecto contempla en subsiguientes etapas, la evaluación de diferentes polímeros y la consiguiente evaluación de las propiedades de las mezclas asfálticas que utilicen a dichos asfaltos como ligantes.

## **EXPERIMENTAL**

### **Materiales**

El asfalto base utilizado es del tipo 70-100 al que se le han incorporado 1, 2 y 4% de polímero tipo SBS radial y un único porcentaje de aditivo generador de la red polimérica C-L (cross-linker). Las mezclas se realizaron con un dispersor Silverson Modelo L5M provisto de un cabezal triturador y un cabezal dispersor, utilizando alta velocidad de corte en la etapa de incorporación del polímero y baja velocidad de corte al incorporar el aditivo, de manera de perturbar lo menos posible a la red polimérica generada. Las mezclas se realizaron a temperaturas elevadas usando

un calentador vitrocerámico controlado por una sonda digital sumergida en el ligante y seteada a la temperatura deseada.

Para el asfalto con caucho se ha incorporado un 7% de caucho molido de neumáticos fuera de uso (NFU) de tamaño inferior a 75 micrones mediante la agitación con el dispersor con un cabezal de propósitos generales, a velocidad media de corte.

## Programa de ensayos

Se evaluaron 7 ligantes. Se realizaron los ensayos rutinarios de control de calidad de asfaltos, tales como penetración, punto de ablandamiento, recuperación elástica torsional y viscosidades rotacionales a 135 y 170 °C. Para la evaluación de energías de deformación se realizaron ensayos de tracción en probetas de asfalto sumergidas en agua a 5 y 10 °C. En estos ensayos se midieron parámetros asociados a la tracción y parámetros asociados con la capacidad de deformación de los ligantes. Se analizaron también comparativamente las respuestas reológicas de los ligantes en estudio mediante determinación de los parámetros de rigidez y ángulo de desfase usando barridos de frecuencia y de los parámetros de compliance midiendo la recuperación de deformaciones bajo ensayos de creep con múltiples niveles de tensión (MSCR)

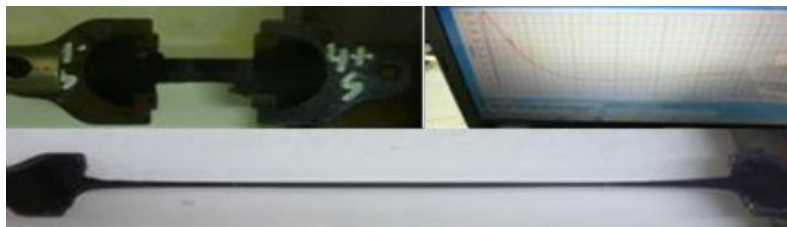
## Métodos de ensayo

### *Ensayos de control de calidad*

Se determinaron penetración a 25 °C (IRAM 6576), punto de ablandamiento mediante anillo y bola (IRAM 6841) y recuperación elástica torsional (IRAM 6830). Las viscosidades rotacionales (IRAM 6837) se midieron con un viscosímetro Brookfield modelo RV usando el spindle 29 y realizando barridos de rpm. Los resultados presentados corresponden a la lectura luego de un minuto de iniciado el giro del spindle a una velocidad de 20 rpm.

### *Ensayos de tracción*

Para evaluar las energías de deformación se utilizó un ductilómetro equipado con equipo de control de la temperatura y recirculación del agua del baño. Mediante un adquisidor de datos conectado a la celda de carga se registraron las curvas Carga-Deformación cuyos resultados se utilizan para calcular el trabajo o energía utilizada en la deformación.



**Figura 1. Probeta, registro de carga y deformación, probeta ensayada a tracción (abajo)**

Las probetas tienen la forma mostrada en la Figura 1, con una sección transversal igual a 1 cm<sup>2</sup> a lo largo de los 30 mm de longitud libre entre dispositivos de sujeción. Para la preparación y tiempos de acondicionamiento de las probetas se han seguido los procedimientos descritos en la

normativa EN 13589. Las probetas así moldeadas fueron estiradas a las temperaturas de ensayo de 5 y 10 °C y a la velocidad constante de 50 mm/min hasta que se produjo su rotura o, en el caso de la mayor temperatura, hasta alcanzar una deformación específica de 1333% (400 mm).

Se definen los siguientes parámetros calculados en tres probetas para cada ligante analizado:

- $E_{\text{ROTURA}}$ : Energía en Julios (J) sufrida por una probeta hasta la rotura.
- $E'_{0,2}$  Energía convencional de tracción: energía sufrida por una probeta hasta alcanzar un estiramiento de 200 mm, en J/cm<sup>2</sup> (EN 13587)
- Ensayo de fuerza ductilidad: diferencia de las energías convencionales correspondientes a dos puntos de elongación, 0,2 m y 0,4 m (EN 13589)

$$E'_s = E'_{0,4} - E'_{0,2} \quad [\text{J/cm}^2] \quad (1)$$

- Relación de fuerzas (AASHTO T300-11)

$$\frac{f_2}{f_1} = \frac{P_{\text{segundopico}}}{P_{\text{primerpico}}} \quad (2)$$

- Máxima carga  $P_{\text{máx}}$ , en N, y la elongación, en m, a la cual la máxima carga ocurre.
- Tensión de tracción

$$\sigma_{\text{tracción}} = \frac{P_{\text{máxima}}}{\text{Área inicial de la probeta}} \quad [\text{MPa}] \quad (3)$$

#### *Ensayos reológicos. Barridos de frecuencia y Multiple Stress Creep Recovery (MSCR)*

La respuesta reológica de los ligantes se determinó en un Reómetro de Corte Dinámico (DSR) de Paar Physica SM-KP con un Rheolab MC-100. Se realizaron barridos de frecuencia para las temperaturas 20 á 70 °C, utilizando la configuración de platos paralelos de 8 y 25 mm de diámetro con 2 y 1 mm de espesor de la muestra respectivamente en un rango de frecuencias de 1 a 10 Hz. La configuración de 8 mm se utilizó con las temperaturas de 20 y 30 °C y la configuración de 25 mm para las restantes temperaturas.

Todas las mediciones se realizaron en el rango LVE de los ligantes. Los resultados se volcaron en un diagrama de Black, cuya presentación de los datos no requiere usar modelos para aproximar.

Los ensayos de MSCR se realizaron a las temperaturas de 50, 60 y 70 °C. En el ensayo de MSCR se aplicaron un total de catorce ciclos de carga y descarga para dos niveles de tensión sucesivos de 100 y 3200 Pa, siete ciclos por cada tensión, con tiempo de aplicación de la carga de 2 s y 18 s de relajación.

A partir de los datos de deformaciones en función del tiempo se determina la media del % de deformaciones recuperadas en los siete ciclos de cada tensión de carga, Ecuación 4 y Ecuación 5, y el creep compliance no recuperable ( $J_{nr}$ ), Ecuación 6.

$$\varepsilon_r (0,1\text{kPa}) = \sum_{i=1}^7 \frac{(\varepsilon_{20s} - \varepsilon_{2s})}{\varepsilon_{2s}} i \times 100 \quad [\%] \quad (4)$$

$$\varepsilon_r (3,2\text{kPa}) = \sum_{i=8}^{14} \frac{(\varepsilon_{20s} - \varepsilon_{2s})}{\varepsilon_{2s}} i \times 100 \quad [\%] \quad (5)$$

$$J_{nr} \frac{\varepsilon_{r \text{ acumulada}}}{3,2} [kPa^{-1}] \quad (6)$$

Donde  $\varepsilon_r$  es la media del % de deformaciones recuperadas para la tensión especificada,  $\varepsilon_{2s}$  y  $\varepsilon_{20s}$  son las deformaciones medidas a los 2 y 20 segundo dentro del ciclo i.

El porcentaje de recuperación ( $\varepsilon_r$ ) puede ser usado para detectar la habilidad de un asfalto modificado para mantener la respuesta elástica frente a las variaciones de tensión impuesta.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

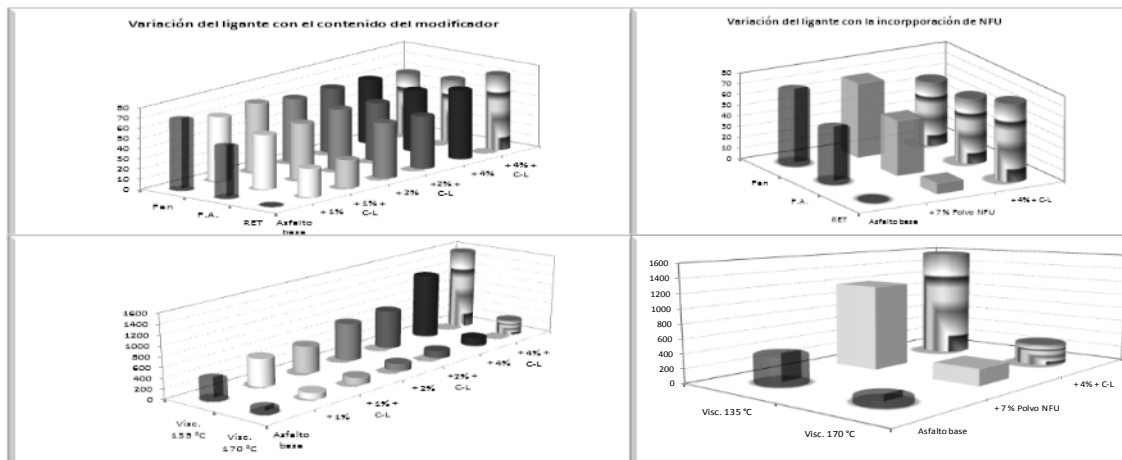
### Resultados de ensayos de control de calidad

En la Tabla 1 se presentan propiedades convencionales de los asfaltos en estudio. Las propiedades que manifiestan cambios más significativos fueron la recuperación elástica torsional y la viscosidad a 135 °C (ensayo fundamental), con grandes incrementos en ambas propiedades.

**Tabla 1. Propiedades convencionales de los asfaltos evaluados**

	Unidad	Asfalto base	+1% SBS		+2% SBS		+4% SBS		+7% NFU
			sin C-L	con C-L	sin C-L	con C-L	sin C-L	con C-L	
Penetración 25 °C	0,1 mm	69	63	67	62	63	62	59	69
P.A. (A y B)	°C	50,6	53,3	55,0	59,4	56,4	58,9	60,5	51,2
Recup.E.T	%	----	28	27	54	51	67	73	10
Viscosidad 135 °C	mPa.s	395	540	520	730	750	1265	1580	1200
Viscosidad 170 °C	mPa.s	90	115	130	135	140	165	300	235

En la figura 2 se muestran gráficamente las variaciones de dichas propiedades respecto del asfalto base.



### Figura 2. Variación de las propiedades del ligante con los modificadores adicionados

Los valores de penetración, punto de ablandamiento y recuperación elástica del asfalto con caucho prácticamente son iguales a los del asfalto base, si bien aumenta notablemente su viscosidad. Puede considerarse que su comportamiento es similar a un material fillerizado, donde el aumento de la viscosidad es función de la concentración del sólido inmisible que aumenta la resistencia al deslizamiento del material resultante.

### Resultados de ensayos de tracción

En las siguientes figuras se presentan gráficamente las curvas de evolución del ensayo de tracción a 5 °C (Figura 3) y a 10 °C (Figura 4).

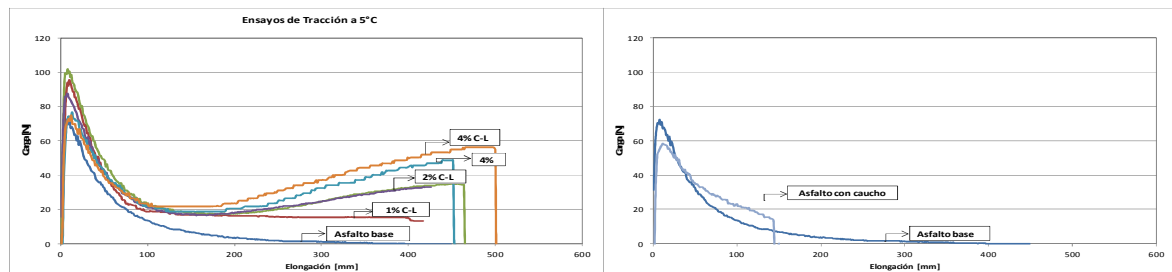


Figura 3. Ensayo de tracción a 5 °C. Ligantes con polímeros (arriba) y con caucho (abajo)

A 5°C, el asfalto base rompe prácticamente en las proximidades de los 200 mm de estiramiento. Todos los casos evaluados con polímeros, con o sin C-L, rompieron con estiramientos entre 400 y 470 mm. Si bien la energía convencional para el asfalto con un 1% de polímero es mayor que la del asfalto base, no desarrolla el segundo pico de carga.

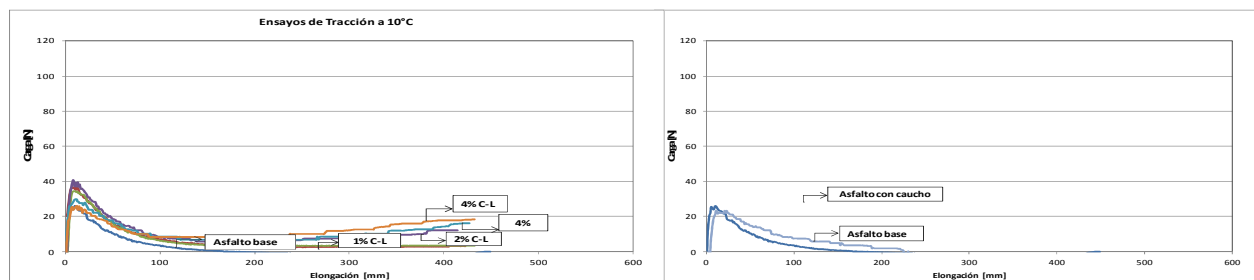


Figura 4. Ensayo de tracción a 10 °C. Ligantes con polímeros (arriba) y con caucho (abajo)

Las conclusiones anteriores se extienden al ensayo realizado a 10 °C. El asfalto base rompe también con una elongación de aproximadamente 200 mm pero con una carga del orden de la tercera parte de la máxima alcanzada a 5 °C. El segundo pico de carga se manifiesta para contenidos de polímeros superior al 2%.

No se manifiesta una mejora en las propiedades de tracción a 5 o a 10 °C de los ligantes con la incorporación de caucho.

En la siguiente tabla se presentan los parámetros obtenidos en el ensayo para las temperaturas de ensayo de 5 °C y 10 °C (Tabla 2).

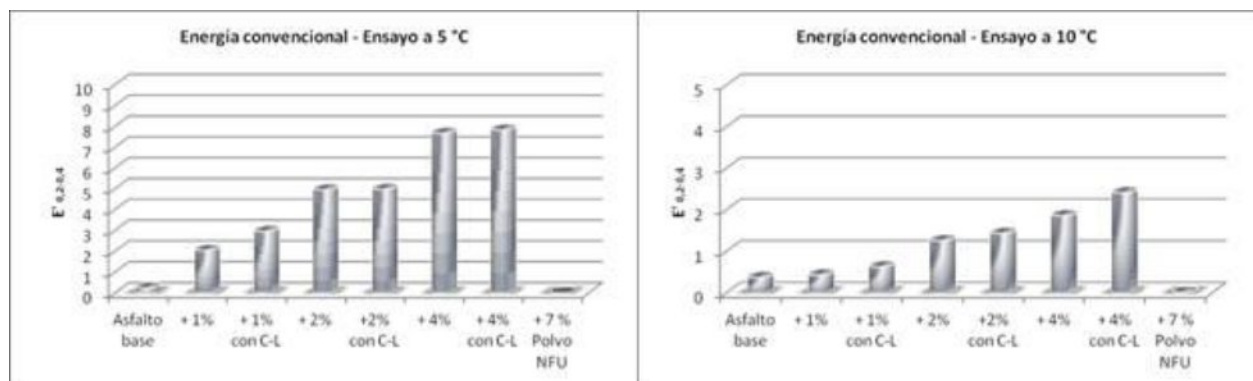
Tabla 2. Propiedades de tracción de los asfaltos evaluados

	Unidad	Asfalto base	+1% SBS		+2% SBS		+4% SBS		+7% NFU
			sin C-L	con C-L	sin C-L	con C-L	sin C-L	con C-L	
TEMPERATURA DE ENSAYO 5 °C									
E <sub>Rotura</sub>	J	4,43	7,74	9,55	14,59	11,10	18,50	18,74	4,41
E' <sub>0.2</sub>	J/cm <sup>2</sup>	4,19	5,42	6,10	6,97	5,75	7,80	6,71	4,41
E' <sub>0.2-0.4</sub>	J/cm <sup>2</sup>	0,24	2,05	2,96	4,96	4,98	7,67	7,83	0,00
f <sub>2</sub> /f <sub>1</sub>	---	---	----	----	0,32	0,37	0,60	0,61	----
P <sub>máx</sub>	N	71,7	84,9	92,5	96,1	82,1	83,3	77,1	59,7
E	m	0,096	0,122	0,101	0,107	0,088	0,126	0,103	0,088
σ <sub>tracción</sub>	MPa	0,72	0,85	0,92	0,96	0,82	0,83	0,77	0,60
TEMPERATURA DE ENSAYO 10 °C									
E' <sub>0.2</sub>	J/cm <sup>2</sup>	1,27	1,99	2,03	2,40	2,36	2,22	2,27	1,88
E' <sub>0.2-0.4</sub>	J/cm <sup>2</sup>	0,37	0,43	0,63	1,26	1,43	1,86	2,41	0,01
f <sub>2</sub> /f <sub>1</sub>	---	---	----	----	0,26	0,29	0,52	0,68	----
P <sub>máx</sub>	N	26,6	34,6	33,8	37,3	35,6	30,1	25,0	23,9
e	m	11,6	9,9	10,1	9,9	9,2	10,9	12,1	10,3
σ <sub>tracción</sub>	MPa	0,27	0,35	0,34	0,37	0,36	0,30	0,25	0,24

El ensayo de fuerza ductilidad está basado en la teoría de que un asfalto debe ser capaz de relajar cuando es solicitado pero debe ser suficientemente tenaz para mantener la integridad (Anderson y Wiley, 1976). Cuanto mayor sea la tensión en la película delgada, mayor será la posibilidad de rotura. Vemos en la Tabla 2 que la resistencia a tracción se incrementa al incorporar polímero hasta un cierto porcentaje donde empieza a disminuir, lo que puede indicar un parámetro para el contenido mínimo de polímero para el cual el material se comporta como material compuesto, mostrando un carácter más flexible.

Un valor máximo del parámetro Relación de fuerzas puede ser un indicativo del contenido máximo de polímero bajo un punto de vista costoefectivo, hipótesis que retomaremos en la etapa de evaluación de comportamiento en mezclas asfálticas.

La Figura 5 muestra la capacidad de deformación del ligante a medida que aumenta el contenido del modificador. Puede verse en algunos casos una mejora con la utilización del C-L.



**Figura 5. Energía convencional. Fuerza ductilidad**

## Resultados de ensayos en el DSR

En la Figura 6 se presentan los diagramas de Black de los asfaltos base y de los mismos con la incorporación de diferentes porcentajes de polímero con y sin Cross-Linker (C-L), izquierda y derecha, respectivamente. Se observa que los asfaltos sin C-L presentan comportamiento tipo Newtoniano. Por otra parte, una vez que se incorpora el C-L se observa un comportamiento típico de los asfaltos modificados en los que las curvas retornan hacia los valores bajos de ángulo de fase (comportamiento elástico) para los menores valores de  $G^*$  (relativo a las altas temperaturas). Esto permite poner en evidencia la presencia de la red polimérica. Además se observa que cuanto mayor el porcentaje de polímero, las curvas se desplazan más a la izquierda.

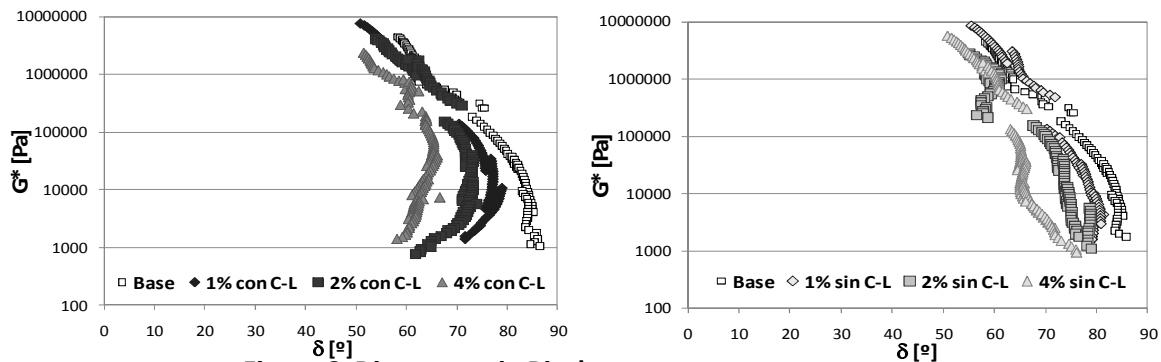


Figura 6. Diagramas de Black de los asfaltos modificados

En la Figura 7 se observan los resultados de MSCR de los diferentes asfaltos modificados luego de la incorporación del C-L para las tres temperaturas estudiadas. A mayor porcentaje de polímero se obtiene un mejor comportamiento con menores deformaciones acumuladas. Esto se puede relacionar con mezclas menos susceptibles al ahuellamiento.

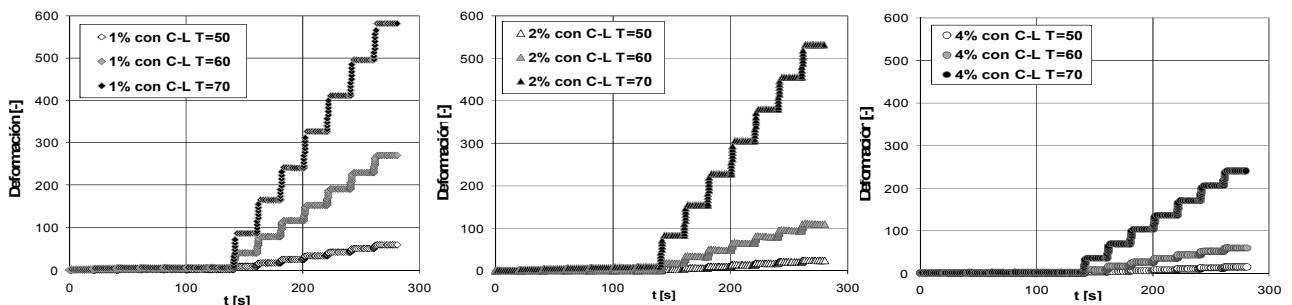


Figura 7. Ensayos de MSCR de los asfaltos con polímero con C-L.

Los valores obtenidos de  $J_{nr}$  se volcaron en la Tabla 3. Mientras más grande es  $J_{nr}$ , más débil el asfalto para resistir las deformaciones inducidas en ciclos de carga y descarga, es decir baja resistencia al ahuellamiento. En todos los casos estudiados aquí los  $J_{nr}$  van de moderados a bastante importantes salvo el caso del asfalto de 4% con C-L para la temperatura de 50 °C. Se observa también en la Tabla 3 que el comportamiento de los asfaltos modificados con C-L fue mejor que el de sus similares sin él, con la excepción del asfalto con 1% de polímero.

Tabla 3. Valores de  $J_{nr}$  de los ensayos de MSCR



Jnr [1/kPa]						
	1%		2%		4%	
T [°C]	con C-L	sin C-L	con C-L	sin C-L	con C-L	sin C-L
50	18.6	11.8	7.3	10.0	4.3	6.7
60	84.3	45.5	34.2	46.8	18.4	23.7
70	181.8	196.2	138.6	166.4	75.1	77.7

Se observan en general menores deformaciones acumuladas al final del ensayo en los asfaltos con C-L como se ve a modo de ejemplo en la Figura 8 para la temperatura de 50 °C. En la figura se observa que para el asfalto con 1% de polímero el comportamiento fue contrario al esperable. El comportamiento sin C-L fue mejor que con la adición C-L.

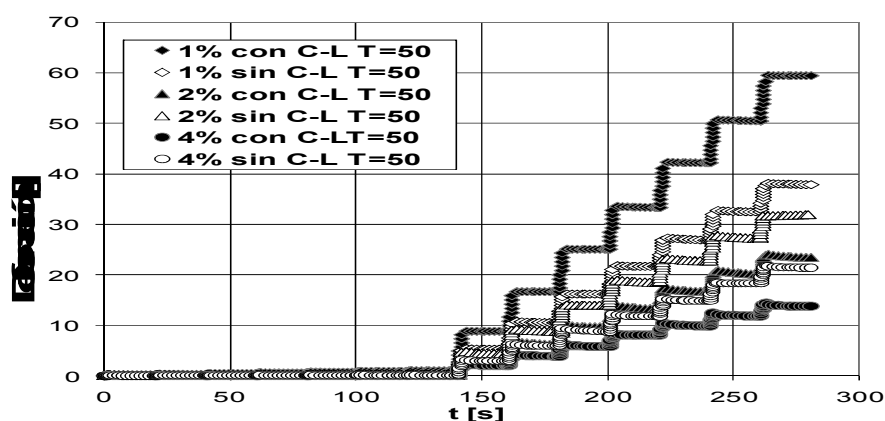


Figura 8. Ensayos de MSCR, asfalto con 1% de polímero con y sin C-L - T= 50°C

En la Figura 9 se observa el resultado del barrido de frecuencias en forma de diagrama de Black y de los ensayos de MSCR del asfalto con caucho. Se observa que presenta un comportamiento similar al mostrado por el asfalto modificado con 1% de polímero. Bajo el ensayo de MSCR el asfalto con caucho no mejora el comportamiento en lo que respecta a acumulación de deformaciones permanentes. Los resultados de Jnr para este asfalto resultaron en 15,3; 70,3 y 192,3 a 50, 60 y 70 °C de temperatura de ensayo respectivamente.

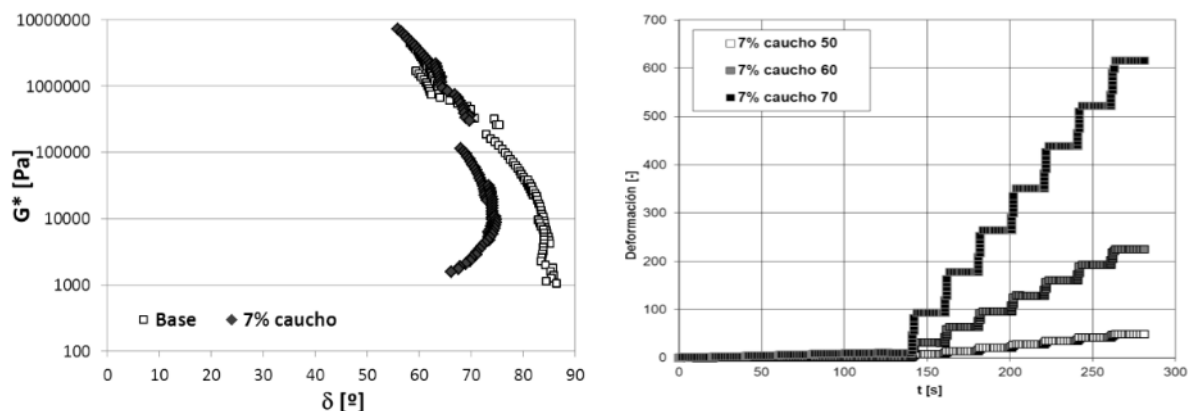


Figura 9. Diagramas de Black y ensayos de MSCR del asfalto con caucho

## CONCLUSIONES

El uso de asfaltos modificados con diferentes polímeros o con la incorporación de caucho ha incrementado su uso notablemente en los últimos años y prácticamente es obligatorio su uso en autopistas o rutas principales debido a su durabilidad y altas prestaciones.

Las especificaciones sobre estos ligantes son suficientes para controlar la calidad de asfaltos fabricados en planta, pero no permiten caracterizar su comportamiento bajo las sollicitaciones de tránsito.

Entre las propiedades evaluadas que manifiestan cambios más significativos se encuentran la recuperación elástica torsional y la viscosidad a 135 °C (ensayo fundamental), con grandes incrementos en ambas propiedades con la incorporación de los polímeros.

Puede considerarse que el comportamiento del asfalto con caucho es similar a un material fillerizado, dado su gran incremento en la viscosidad.

En el ensayo de fuerza-ductilidad a 5°C todos los asfaltos con polímeros rompen con estiramientos mayores a los 400 mm, si bien no desarrollan el característico segundo pico de carga hasta que el contenido de polímero fue superior a 2%. Las conclusiones anteriores se extienden al ensayo realizado a 10 °C, salvo que las cargas máximas son del orden de la tercera parte de las obtenidas a 5 °C. El segundo pico de carga también se manifiesta para contenidos de polímeros superior al 2%.

No se manifiesta una mejora en las propiedades de tracción a 5 o a 10 °C de los ligantes con la incorporación de caucho.

La resistencia a tracción puede indicar un parámetro para el contenido mínimo de polímero para el cual el material se comporta como material compuesto. Un valor máximo del parámetro Relación de fuerzas puede ser un indicativo del contenido máximo de polímero bajo un punto de vista costoefectivo.

De los ensayos con el DSR se concluye que la incorporación de polímero mejora la respuesta elástica del asfalto base. Los resultados también permiten observar un cambio cuando se adiciona un generador de la red polimérica.

Los resultados presentados corresponden a la fase preliminar del proyecto, el cual contempla evaluación de polímeros y propiedades de las mezclas asfálticas que los utilicen como ligantes.

## REFERENCIAS

AASHTO T300, 2012. Force Ductility Test of Asphalt Materials. 32nd Edition of Standard Specifications and Methods of Sampling and Testing

Agnusdei, J. Iosco, O. Jair, M. Morea F. (2007). Correlación entre medidas de Ahuellamiento in situ y ensayos de laboratorio 2ª parte. XIV Congreso Ibero Americano del Asfalto.

Anderson, D.I., Wiley, M.L. (1976). Force ductility. An asphalt performance indicator. Chemical Abstracts, Volumen 45.

EN 13703, 2004. Determinación de la energía de deformación.

EN 13589, 2004. Determinación de las propiedades de tracción de betunes modificados por el método de fuerza-ductilidad.