

Evaluación de las propiedades reológicas durante el envejecimiento de un material bituminoso
ligante obtenido a partir de residuos aceitosos del proceso de producción de crudo.

Juan Diego Duque Santana

Trabajo de Grado para optar el título de Ingeniero Químico

Modalidad Investigación

Director

Yuly Fernanda López Contreras

Ingeniera Química, PhD.

Codirector

Ramiro Martínez Rey

Ingeniera Química, PhD.

Universidad Industrial de Santander

Facultad de Ingenierías Físicoquímicas

Escuela de Ingeniería Química

Bucaramanga

2024

Dedicatoria

A mi valiente madre Patricia. Esta tesis es el resultado de tu incondicional apoyo y animo a perseguir mis sueños. Tu amor, sabiduría y paciencia me ayudaron a alcanzar este hito. Este trabajo es un homenaje a su apoyo incondicional y amor infinito. Gracias por creer siempre en mí.

A mis incansables abuelos Luis y Ofelia. Tu cariño y apoyo me han acompañado durante toda mi vida. Tu sabiduría y tus historias me han dado forma y me han convertido en quien soy hoy.

Este trabajo también es tu mérito, porque tus valores y herencia están anclados en cada palabra. Gracias por su amor incondicional y su aliento inquebrantable.

A mis familiares y amigos. Por su presencia en todo momento, sus consejos y su apoyo incondicional en cada etapa de mi vida.

Tabla de contenido

	Pág.
Introducción	10
1.Objetivos	12
1.1. Objetivo general	12
1.2. Objetivos específicos	12
2.Marco conceptual.....	13
2.1. Lodo de petróleo	13
2.2. Ligante bituminoso	13
2.3. Asfalto.....	14
2.4. Mezclas asfálticas	14
2.5. Reología de ligantes bituminosos	15
2.6. Fenómeno de envejecimiento en ligantes.	16
2.6.1. Envejecimiento a corto plazo.....	17
2.6.2. Envejecimiento a largo plazo.....	18
3.Estado del Arte.....	19
4.Metodología	21
4.1. Revisión documental de estudios sobre caracterización y envejecimiento de materiales ligantes empleados en pavimentos flexibles.....	22
4.2. Caracterización fisicoquímica y reológica del MBL	22
4.2.1. Cromatografía SARA.....	24
4.2.2. Ensayo de corte dinámico DSR, norma INV-E-750-13.....	25

Envejecimiento de Materiales Bituminosos Ligantes

	4
4.2.2.1. Factor de ahuellamiento y Factor de agrietamiento por fatiga	25
4.2.2.2. Multi-Stress (MSCR), norma ASTM D7405	25
4.2.3. Extracción y recuperación de ligantes provenientes del MBL.	26
4.2.3.1. Método de extracción para obtener el ligante bituminoso, norma INV E-732-13.	26
4.2.3.2. Método de recuperación de ligantes, norma INV E-759-13.	27
4.3. Simulaciones de envejecimiento acelerado en laboratorio.	28
4.4. Evaluación del envejecimiento del MBL.....	29
5.Resultados	30
5.1. Caracterización fisicoquímica del MBL	30
5.2. Caracterización reológica del MBL	36
5.2.1. Multi-Stress (MSCR)	42
6.Conclusiones	45
Referencias bibliográficas	46

Lista de tablas

Tabla 1 Muestras de MBL	23
Tabla 2 Ensayos de caracterización fisicoquímica y reológica a muestras de MBL.	24
Tabla 3 Caracterización fisicoquímica del MBL original.....	30
Tabla 4 Caracterización fisicoquímica del ligante extraído de la mezcla y trenes de prueba.....	31
Tabla 5 Resultados de envejecimiento en Horno Rotatorio de Película Delgada RTFOT	32
Tabla 6 Caracterización fisicoquímica del ligante extraído del MBL envejecido a corto y largo plazo.....	33
Tabla 7 Fracciones SARA de ligantes extraídos.....	34
Tabla 8 Resultados del módulo complejo (G^*) y el ángulo de fase (δ) del MBL original.....	39
Tabla 9 Resultados del módulo complejo (G^*) y el ángulo de fase (δ) de los MBLs sometidos a envejecimiento a corto plazo.	40
Tabla 10 Resultados del módulo complejo (G^*) y el ángulo de fase (δ) de los MBLs sometidos a envejecimiento a largo plazo.	42
Tabla 11 Porcentaje de recuperación del MBL envejecido en el ensayo MSCR.	44

Lista de figuras

Figura 1 Equipo de horno rotatorio de película delgada.....	17
Figura 2 Equipo de recipiente de envejecimiento a presión.	18
Figura 3 Diagrama de flujo del proceso de evaluación de las propiedades reológicas durante el envejecimiento del MBL.....	21
Figura 4 Maquina centrifuga.....	26
Figura 5 Evaporador rotatorio.....	28
Figura 6 Análisis termogravimétrico TGA de los ligantes extraídos	35
Figura 7 Viscosidad de los ligantes extraídos envejecidos a corto y largo plazo	37
Figura 8 Viscosidad del MBL envejecido a corto y largo plazo.....	38
Figura 9 Deformación respecto al tiempo de ejecución del ensayo MSCR a 28 °C, MBL envejecido.	43
Figura 10 Deformación respecto al tiempo de ejecución del ensayo MSCR a 40 °C, MBL envejecido.	43

Lista de apéndices

Apéndice A. Muestra de MBL original	49
Apéndice B. Muestras provenientes del campo de prueba	49
Apéndice C. Filtros de caracterización fisicoquímica.....	50
Apéndice D. Ensayo de densidad.....	50
Apéndice E. Ensayo de contenido de cenizas.	51
Apéndice F. Sólidos del MBL.....	51
Apéndice G. Roto evaporador.....	52
Apéndice H. Viscosímetro brookfield.....	52
Apéndice I. DSR.	53

Resumen

Título: Evaluación de las propiedades reológicas durante el envejecimiento de un material bituminoso ligante obtenido a partir de residuos aceitosos del proceso de producción de crudo*

Autor: Juan Diego Duque Santana**

Palabras clave: Material Bituminoso Ligante, Envejecimiento, mezcla en frío, sólidos inorgánicos, ligante extraído.

El presente trabajo fue desarrollado con el fin de estudiar las propiedades reológicas y la caracterización fisicoquímica de un material bituminoso ligante (MBL), así como los cambios que se dan en el material a la hora de ser sometido ensayos de envejecimiento acelerado utilizando el horno rotatorio de película delgada RTFO (Rolling Thin Film Oven), el recipiente de envejecimiento a presión PAV (Pressure Aging Vessel) y envejecimiento producido en pruebas de campo por fenómenos constructivos. Para la caracterización fisicoquímica del material se destinaron pruebas como la determinación de insolubles en n-heptano, cenizas, densidad y solubles en tricloroetileno, proporcionando estos ensayos una visión completa de las propiedades fisicoquímicas del MBL, también se realizó fraccionamiento SARA, para determinar los cambios en los componentes fundamentales del MBL, análisis termogravimétrico (TGA), viscosidad mediante un viscosímetro Brookfield y ensayo de corte dinámico (DSR), este último con el fin de determinar el ángulo de fase (δ) y modulo complejo (G^*) del MBL envejecido. Con los resultados del fraccionamiento SARA se estimó el aumento de las fracciones de asfáltenos que se forman durante el fenómeno de envejecimiento debido a los procesos oxidativos, y, como la presencia de los sólidos inorgánicos que hacen parte de la matriz del MBL estabilizan el material y mejoran el comportamiento reológico respecto a la fase oleosa.

*Trabajo de Grado.

**Facultad de Ingenierías Fisicoquímica. Escuela de Ingeniería Química. Directora: Ph.D Yuly Fernanda López Contreras. Co-director: Ph.D Ramiro Martínez Rey.

Abstract

Title: Evaluation of rheological properties during aging of a bituminous binder material obtained from oily residues in crude oil production process*

Author: Juan Diego Duque Santana**

Keywords: Bituminous Binder Material, Aging, cold mixing, inorganic solids, extracted binder.

The present work was developed to study the rheological properties and the physicochemical characterization of a bituminous binder material (MBL), as well as the changes that occur in the material when subjected to accelerated aging tests using the oven. thin film TFOT (Thin Film Oven Test), the pressure aging vessel PAV (Pressure Aging Vessel) and aging produced in field tests by construction phenomena. For the physicochemical characterization of the material, tests were used such as the determination of insoluble in n-heptane, ash, density and soluble in trichloroethylene, these tests providing a complete view of the physicochemical properties of the MBL, SARA fractionation was also carried out to determine the changes on the fundamental components of the MBL, thermogravimetric analysis (TGA), viscosity using a Brookfield viscometer and dynamic shear test (DSR), the latter in order to determine the phase angle (δ) and complex modulus (G^*) of the MBL aged. The results of SARA fractionation allowed us to estimate the increase in asphaltene fractions that are formed during the aging phenomenon due to oxidative processes, and, how the presence of inorganic solids that are part of the MBL matrix stabilize the material and improve the rheological behavior with respect to the oil phase.

*Bachelor Thesis.

**Faculty of Physical Chemical Engineering. Chemical Engineering Department. Director: Ph.D Yuly Fernanda López Contreras. Co-director: Ph.D Ramiro Martínez Rey.

Introducción

La producción de crudo genera una diversidad de desechos, entre los cuales destacan los residuos pesados conocidos como 'oil sludge' (Egazar'yants et al., 2015). Estos desechos presentan un desafío en términos de gestión y disposición (Murungi & Sulaimon, 2022). Ante esto, la industria ha explorado nuevas alternativas de aprovechamiento para estos residuos, y uno de los campos en desarrollo es su uso para la producción de materiales ligantes a emplear en aplicaciones viales (Kowalski et al., 2022).

Frente a esto, se crea un punto de convergencia entre la necesidad de gestionar los residuos pesados y la búsqueda de materiales sustentables para ser empleados en la construcción de infraestructura vial (Mintransporte, 2018). Es por ello que la Universidad Industrial de Santander de la mano con Ecopetrol ha estado trabajando en el desarrollo de un nuevo material con propiedades aglutinantes a partir de estos residuos aceitosos, Material Bituminoso Ligante (MBL). Sin embargo, al construir un nuevo material surgen incógnitas y desafíos sobre su desempeño y respuesta ante diferentes factores.

La caracterización integral de materiales ligantes empleados en la infraestructura vial como el asfalto, abarca un análisis profundo de sus propiedades fisicoquímicas y reológicas, permitiendo comprender su composición molecular y su comportamiento viscoelástico (García, 2016). En paralelo, la evaluación del envejecimiento desempeña un papel crucial, ya que proporciona información sobre cómo el ligante cambia en el tiempo y cómo estas transformaciones afectan su cohesión y elasticidad, aspectos fundamentales en la capacidad de desempeñar el rol de aglutinante en la construcción y mantenimiento de vías (Guerrero & Pabón, 2020).

Teniendo en cuenta lo anterior, es importante estudiar el efecto de la temperatura sobre las propiedades del MBL y las transformaciones que puede experimentar con el tiempo de servicio.

Es importante resaltar que, aunque este nuevo material cumple la función de ligante, similar al asfalto, sus propiedades son desconocidas más aún cuando presenta un contenido considerable de sólidos. Por ende, es primordial estudiar el efecto de la temperatura a través de la caracterización y envejecimiento de muestras de MBL sometidas a diferentes procesos de tratamiento térmico, para lograr comprender su desempeño en aplicaciones para estabilización de vías terciarias.

1. Objetivos

1.1. Objetivo general

Evaluar el efecto de la temperatura sobre el fenómeno de envejecimiento de materiales bituminosos ligantes (MBL) obtenidos a partir de residuos del proceso de producción de crudo.

1.2. Objetivos específicos

- Determinar las propiedades fisicoquímicas y reológicas del material bituminoso ligante que podrían verse afectadas por el fenómeno de envejecimiento.
- Simular el envejecimiento del material bituminoso ligante en laboratorio empleando ensayos de envejecimiento acelerado a corto y largo plazo.
- Establecer el grado de envejecimiento del material bituminoso ligante a través de los cambios en las propiedades fisicoquímicas y reológicas.

2. Marco conceptual

2.1. Lodo de petróleo

Los lodos de petróleo o ‘oil sludge’ son un tipo de residuo sólido emulsionado proveniente de la industria petrolera, su composición química está conformada de hidrocarburos, asfáltenos, parafina, agua y sólidos inorgánicos como arena, sulfuros de hierro y óxidos de hierro (Egazar'yants et al., 2015). No obstante, debido a su naturaleza, contiene grandes cantidades de cicloalcanos, series de benceno, hidrocarburos aromáticos policíclicos y otras sustancias tóxicas y nocivas que representan una amenaza sustancial para la salud humana y el medio ambiente circundante. Si bien plantean riesgos para el entorno, estos lodos también tienen valor de reciclaje en forma de petróleo crudo. Se han desarrollado diversas tecnologías, como extracción por solventes, pirólisis, centrifugación y más, para la recuperación de petróleo crudo a partir de lodos aceitosos. El desafío radica en equilibrar la necesidad de un tratamiento para reducir la toxicidad con el potencial de un reciclaje valioso (Johnson & Affam, 2019).

2.2. Ligante bituminoso

Los ligantes bituminosos son sustancias cohesivas formadas a partir de mezclas complejas de hidrocarburos que son relativamente viscosas a temperatura ambiente (Miró Recasens & Pérez Jiménez, 1994). Generalmente tienen un tono negro o muy oscuro y son uno de los componentes principales de las mezclas asfálticas ya que poseen gran poder aglutinante. Entre sus principales propiedades se encuentran la termoplasticidad y susceptibilidad al envejecimiento (López Maldonado, 2020).

2.3. Asfalto

El asfalto es un material ligante de origen natural producto residual de la destilación del petróleo, está constituido de componentes no volátiles y de alto peso molecular que le otorga una consistencia que varía de líquido viscoso a solido vitreo (Yela Jaramillo, 2022). Su estructura química se caracteriza por una compleja mezcla de moléculas orgánicas de hidrocarburos saturados no polares, aromáticos condensados, radicales libres, aldehídos y cetonas, que pueden estar en composición variable según el origen del asfalto. (Yela Jaramillo, 2022).

2.4. Mezclas asfálticas

Se definen como una combinación de agregados pétreos aglomerados mediante un ligante asfáltico, esta mezcla se integra por medio de un aumento de temperatura de tal manera que el agregado mineral quede cubierto por una capa homogénea de ligante. Las proporciones de estos componentes determinan las propiedades físicas de la mezcla y, por ende, el comportamiento y desempeño del pavimento a las condiciones de uso (Anguas et al., 2005).

Según lo anterior, se resaltan los distintos tipos de mezclas asfálticas según su temperatura de producción descritas por (Garavito Arevalo, 2021).

- Mezclas asfálticas en frío (MAF/CMA): Son producidas generalmente a temperatura ambiente.
- Mezclas asfálticas semitibias (MAST/HWMA): Elaboradas a temperaturas cercanas al punto de ebullición del agua (100 °C)
- Mezclas asfálticas tibias (MAT o WMA): Su producción de da a temperaturas que oscilan el rango de 120 y 140 °C.

- Mezclas asfálticas en caliente (MAC o HMA): La temperatura de producción se dan en el rango de 150 y 180 °C, esto depende de la dureza del ligante asfáltico utilizado.

2.5. Reología de ligantes bituminosos

La reología de los aglutinantes bituminosos es un campo de estudio complejo que investiga el comportamiento del flujo y la deformación en función de la temperatura, la carga y el tiempo. Estas características reológicas a cierta temperatura están determinadas por su composición química y disposición física de las moléculas del ligante, por ende, un cambio en su estructura y organización generará cambios reológicos (Lopez Ramirez & Reyes Lizcano, 2020).

A continuación, se abordarán los conceptos relacionados con las propiedades reológicas de tal manera que se pueda comprender ese fenómeno definido por (Lopez Ramirez & Reyes Lizcano, 2020).

- Módulo Complejo de Corte (G^*): es la relación entre el valor absoluto de la tensión de corte en oscilación aplicada (τ), sobre la deformación angular obtenida (γ), consecuencia de esa carga en valor absoluto y es una medida de la resistencia total de un material para deformarse cuando es repetidamente sometido a esfuerzos constantes. Por tratarse de una carga sinusoidal se relaciona con un ángulo de fase (δ). El módulo complejo consiste en dos partes: elástica (recuperable) y viscosa (no recuperable).
- Ángulo de Fase (δ): es el ángulo entre la deformación sinusoidal aplicada y el esfuerzo sinusoidal resultante en una prueba de deformación controlada; o entre el esfuerzo aplicado y la resultante en una prueba de esfuerzo controlado. Es un indicador de las cantidades relativas de deformación recuperable y no recuperable. Toma el valor de 90° cuando el material se comporta como viscoso puro y cero cuando es un material elástico puro.

- Componente Viscosa, G'' : es el producto del módulo complejo por el seno del ángulo de fase. Esta componente representa una medida de la pérdida de energía (disipada durante el ciclo de carga) en forma de calor durante el proceso de deformación.
- Componente Elástica, G' : es el producto del módulo complejo por el coseno del ángulo de fase. Esta componente es una medida de la energía almacenada durante el ciclo de carga.

2.6. Fenómeno de envejecimiento en ligantes.

Los ligantes bituminosos están constituidos por moléculas orgánicas que tienden a reaccionar con el oxígeno del ambiente. Esta reacción de oxidación cambia la estructura y composición de las moléculas presentes en el ligante, el resultado de este proceso le otorga una composición rígida y es la respuesta de envejecimiento en el material (Muñiz, 2022).

El fenómeno de envejecimiento está ampliamente estudiado a tal punto que se han desarrollado ensayos en laboratorio que permiten simularlo bajo distintos escenarios y condiciones, tales como la temperatura, radiación UV y tiempo de exposición, donde determinan el comportamiento del material el cual es crucial a la hora de formular pavimentos que resistan cargas y se mantengan en el tiempo. En el estudio del envejecimiento se han identificado dos etapas relevantes a la hora de hablar de este fenómeno. La primera etapa corresponde al periodo de tiempo destinado a la producción de la mezcla, esta se define como ‘envejecimiento a corto plazo’ y, la segunda etapa pertenece al periodo de tiempo de vida útil del pavimento, definida como ‘envejecimiento a largo plazo’(Delgado, 2011).

2.6.1. Envejecimiento a corto plazo

Se conoce como envejecimiento a corto plazo a la transformación que sufre el ligante al momento de la mezcla, el transporte y la construcción. Dicha etapa se caracteriza porque se produce en cuestión de horas y depende del tipo de mezcla que se esté produciendo, ya sea una mezcla fría (CMA) o mezcla caliente (HMA). Las condiciones descritas anteriormente conllevan a la oxidación de sus componentes y volatilización de fracciones livianas, produciendo un aumento en la vejez del ligante.

El ensayo en laboratorio destinado a la simulación de este fenómeno se denomina RTFOT por sus siglas en inglés (Rolling Thin Film Oven Test), el equipo visto en la Figura 1 está diseñado para evaluar la susceptibilidad del ligante al envejecimiento. Durante la ejecución la prueba, el material es sometido a altas temperaturas por un periodo prolongado de tiempo de la misma forma que podría ocurrir durante el proceso de mezclado, compactación y curado. (Muñiz, 2022).

Figura 1

Equipo de horno rotatorio de película delgada



2.6.2. Envejecimiento a largo plazo

El envejecimiento secundario está definido por los cambios que sufre el ligante durante un periodo de servicio hasta de 10 años. Durante este tiempo el ligante está sometido a cargas y factores ambientales que cambian su composición y estructura, así como un proceso oxidativo sostenido en el tiempo de servicio.

El ensayo destinado a la simulación acelerada de este fenómeno se denomina PAV por sus siglas en inglés (*Pressure Aging Vessel*), en la Figura 2 se puede observar el equipo utilizado para la ejecución de las pruebas, para una correcta ejecución del ensayo el material debe someterse a un envejecimiento inicial con RTFOT (Muñiz, 2022).

Figura 2

Equipo de recipiente de envejecimiento a presión.



3. Estado del Arte

El estudio del fenómeno de envejecimiento en asfaltos es crucial para comprender los cambios tanto reológicos como fisicoquímicos que ocurren en el material a lo largo del tiempo y de manera complementaria ayuda al entendimiento de nuevos materiales con fines similares.

Los autores (Kleiziené et al., 2019); llevaron a cabo un estudio reológico del asfalto donde se explora la relación entre la micromecánica, la composición química y el comportamiento mecánico del asfalto envejecido. Para ello realizaron pruebas para estudiar el envejecimiento a corto plazo en RTFO y a largo plazo en PAV simulando el envejecimiento de 3 tipos de betún para posteriormente evaluar sus propiedades mediante espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR) y empleando un Reómetro de Corte Dinámico (DSR). Los investigadores encontraron que el envejecimiento aumenta la rugosidad micro superficial y se observaron cambios químicos como un aumento de grupos carbonilo y anillos aromáticos. Además, el asfalto envejecido muestra un comportamiento más rígido y menos viscoso debido a la transformación de fracciones viscosas a elásticas. La relación entre micromecánica y comportamiento reológico ofrece perspectivas prometedoras para predecir el desempeño macroscópico del pavimento. Enfoques multidisciplinarios como estos prometen mejorar la durabilidad y sostenibilidad de las carreteras en el futuro.

Por otra parte (Al Zubaidy & Al-Tamimi, 2014); investigaron el uso potencial de lodos de aceite (OS) como reemplazo parcial del aglomerante asfáltico tradicional. El objetivo fue encontrar alternativas más sostenibles para los materiales de las carreteras. Los investigadores estudiaron tres porcentajes de lodos mezclados con ligante asfáltico donde realizaron diversas pruebas a las muestras de asfalto modificado con lodos, y a mezclas de este con agregados pétreos, tales como la prueba de Marshall, penetración, punto de inflamación, punto de ablandamiento, estabilidad y

flujo y pérdida de estabilidad. La experimentación realizada arrojó resultados prometedores de las pruebas realizadas con el ligante asfáltico mezclado con 4% de lodos. Esto abre posibilidades para la producción de asfalto ecológico, aunque los investigadores enfatizan la necesidad de una mayor investigación para abordar la eliminación incompleta del aceite y los posibles impactos ambientales asociados con el uso de lodos en este contexto. (Memon et al., 2023) hicieron algo similar al anterior estudiando el uso de lodos de petróleo (PS) como aditivo alternativo del asfalto en las industrias petroleras, esto ha llamado la atención debido a su potencial para reducir la acumulación de desechos. El estudio investigó los efectos del contenido de los lodos en el asfalto a través de varias técnicas de caracterización, lo que confirmó una buena compatibilidad y una mejor resistencia a la fatiga con un contenido de lodos del 8 %. Se atribuye la mejora en el rendimiento a presencia de hidrocarburos livianos como lo indica el análisis químico y topográfico de la superficie. Esta investigación sugiere que los lodos del petróleo se pueden utilizar de manera efectiva como aditivo en el asfalto, lo que ofrece un enfoque sostenible para abordar los desafíos de la gestión de desechos en el sector del petróleo.

Como caso a nivel nacional, (Garzón et al., 2017); centraron sus estudios en suelos de la región de Tunja, caracterizando un material granular y un suelo arcilloso de subrasante, que luego se mezcló con porcentajes variables de lodo aceitoso. A través de varias pruebas, incluido el análisis de Californian Bearing Ratio (CBR) y módulos resilientes, se evaluaron las propiedades y el comportamiento en campo de cada mezcla. El estudio encontró que la adición de un 6 % de lodo aceitoso arrojó los mejores resultados en términos de mejorar las propiedades de resistencia y plasticidad del material granular, mientras que un 4 % de contenido de lodo fue óptimo para la subrasante, con períodos de curado de 26 días. Estos hallazgos demuestran el potencial de la estabilización de suelos con lodos aceitosos para mejorar los materiales de construcción de

carreteras y reducir los impactos ambientales. Según lo anterior, existe información sobre el desempeño mecánico a través de pruebas fisicoquímicas sobre lodos en materiales ligantes (Memon et al., 2023), pero no se encuentran estudios sobre los factores a los que están expuestos estos materiales, ya sea asfalto modificado con lodos, lodos o materiales cercanos al MBL. Es por ello la importancia de estudiar a fondo las transformaciones ocasionadas por la temperatura y el paso del tiempo, que nos permita determinar su desempeño mecánico durante el tiempo de servicio.

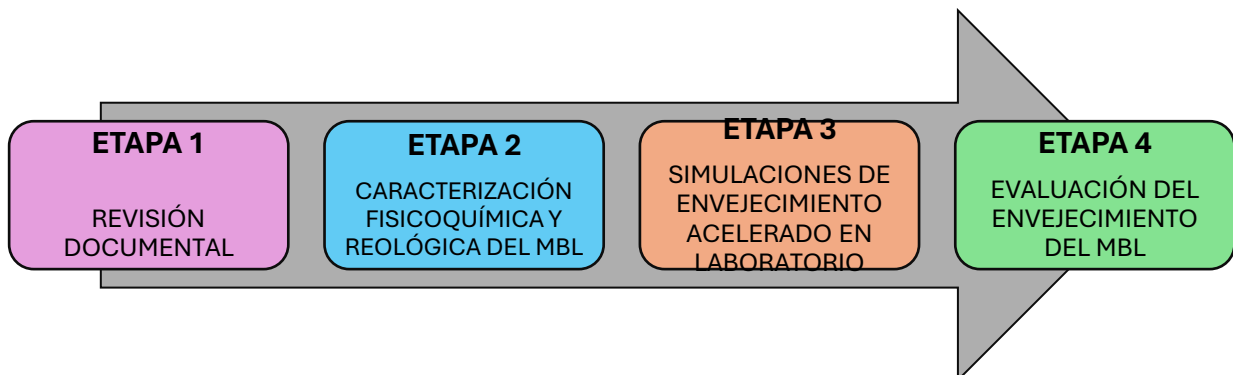
Mediante este trabajo se pretende evaluar el fenómeno de envejecimiento que ocurre en el MBL obtenido a partir de residuos aceitosos del proceso de producción de crudo a través de los cambios en sus propiedades reológicas.

4. Metodología

Para la ejecución del proyecto de investigación se exponen 4 etapas como se muestra en la Figura 3 donde, a través de los siguientes procedimientos se llevó a cabo satisfactoriamente los objetivos específicos propuestos.

Figura 3

Diagrama de flujo del proceso de evaluación de las propiedades reológicas durante el envejecimiento del MBL.



4.1. Revisión documental de estudios sobre caracterización y envejecimiento de materiales ligantes empleados en pavimentos flexibles.

En la fase inicial del proyecto, se realizó una revisión profunda de la literatura con el fin de recopilar y analizar ensayos previos que nos permitan llevar a cabo las pruebas a satisfacción. De igual manera, con esta revisión se buscó comprender los fundamentos teóricos respecto al fenómeno de envejecimiento y como este afecta las propiedades del material como agente aglutinante.

Durante el proceso se identificaron las normas que permitieron una correcta caracterización del MBL y se adaptaran a las particularidades del material, también se establecieron las condiciones de operación y ensayo de manera tal que los resultados de la caracterización fisicoquímica y reológica se asemejen a las condiciones que evidencia el MBL utilizado en campo.

Asimismo, se establecieron las normas para determinar la influencia de los sólidos inorgánicos presentes en el material, así como el comportamiento y desempeño del ligante bituminoso con y sin los sólidos durante los procesos de envejecimiento del material.

4.2. Caracterización fisicoquímica y reológica del MBL

El MBL por su naturaleza particular, es un material ligante orientado a la estabilización de vías de bajo flujo, además, su viscosidad a temperatura ambiente permite que sea maniobrable sin la necesidad de maquinaria especializada. Bajo esta premisa, la base granular estabilizadora fabricada en campo con MBL es mezclado a condiciones de mezcla asfáltica en frío (MAF) ya que la temperatura de calentamiento es de 60°C, esto representa una ventaja constructiva importante a la

hora de pavimentar vías de difícil acceso ya que abarata costos de transporte de maquinaria sumado a una eficiencia energética.

Según lo anterior, es importante determinar en qué condiciones se encuentra el MBL inicial, que características fisicoquímicas y reológicas manifiesta, y, como se evidencian los cambios en el ligante al ser sometido a procesos constructivos realizados en campo, teniendo en cuenta que las pruebas en campo son muestra real de envejecimiento a corto plazo.

Tabla 1

Muestras de MBL

Muestra	Descripción
MBL original	MBL a ser usado como aglutinante en tratamiento de vías terciarias.
Ligante original extraído	Proveniente del MBL original al cual se le extrajeron los sólidos presentes con el fin de evaluar la influencia de estos durante el envejecimiento.
Muestra extraída de la mezcla parcialmente curada	MBL de la mezcla suelta parcialmente curada que evaluó el envejecimiento por calentamiento durante el mezclado en campo.
Muestra extraída de trenes de prueba	MBL de la mezcla compactada y curada en campo que evaluó el envejecimiento por proceso constructivo durante la aplicación para vías terciarias.

Una vez fijadas las muestras a estudiar vistas en la Tabla 1, se procedió a la formulación de los ensayos de caracterización fisicoquímica y reológica que mejor se orientan a la naturaleza del ligante, teniendo en cuenta que el MBL es constituido por una fase aceitosa que le confiere su propiedad aglutinante y una fracción de sólidos inorgánicos propios de la procedencia de los componentes del material. En la Tabla 2 se presentan los ensayos y su normativa nacional que permite definir las propiedades del material.

Tabla 2*Ensayos de caracterización fisicoquímica y reológica a muestras de MBL.*

Ensayo	Método	Objetivo
Insolubles en n-Heptano	ASTM D3279-19	Cuantificar el contenido de asfáltenos de material bituminoso
Contenido de agua	INV-E-704	Determinar el contenido de agua en el rango de 0 a 25%, en materiales asfálticos en general.
Cenizas	INV-E-705	Determinar las cenizas presentes en los productos bituminosos, correspondiente a sólidos inorgánicos.
Densidad	INV-E-707	Determinar la densidad y densidad relativa de materiales bituminosos semisólidos empleando un picnómetro.
Solubles en TCE	INV-E-713	Determinar el grado de solubilidad en tricloroetileno de materiales asfálticos con poco o ningún material mineral.
Viscosidad (Brookfield DV2T)	INV-E-717	Determinar la viscosidad de un ligante asfáltico usando un viscosímetro rotacional.
Ensayo de corte dinámico	INV-E-750-13	Determinar el módulo de corte complejo (G^*) y el ángulo de fase (δ) de un ligante asfáltico.
Análisis termogravimétrico	ASTM 1131	E Determinar la estabilidad térmica del material como su fracción de compuestos volátiles al monitorear su cambio de peso.
Caracterización S.A.R. A	ASTM D-4124	Establecer la composición química del betún determinando los porcentajes de saturados, aromáticos, resinas y asfáltenos.

4.2.1. Cromatografía SARA

Mediante el ensayo de cromatografía SARA, se determinó la composición de las fracciones de la fase aceitosa del MBL y se evaluó el comportamiento de las fracciones de saturados, aromáticos, resinas y asfáltenos durante el fenómeno de envejecimiento.

4.2.2. Ensayo de corte dinámico DSR, norma INV-E-750-13

El método de ensayo cubre la determinación del ángulo de fase δ y modulo complejo G^* del MBL envejecido y ligantes extraídos. El ángulo de fase δ permitió determinar el comportamiento viscoelástico del material. Para materiales puramente elásticos, el ángulo de fase es 0° , mientras que, para materiales puramente viscosos el ángulo de fase es 90° . Esto permitió definir la respuesta elástica y los valores de deformación del material. El módulo complejo G^* define la resistencia del material a las deformaciones permanentes, el resultado describió si el material es más o menos rígido (Guevara Franco, 2021).

4.2.2.1. Factor de ahuellamiento y Factor de agrietamiento por fatiga

Es un criterio para determinar el grado de desempeño de asfaltos, se aplicó al MBL con sus respectivos ligantes extraídos y se evaluó respecto a deformaciones permanentes para rangos de temperaturas medias y altas. (Guevara Franco, 2021). El factor de ahuellamiento fue utilizado para medir la susceptibilidad del MBL a deformarse bajo repetidas cargas de tráfico y el ligante debió cumplir con el criterio de $G^*/\text{sen}\delta$ de 1kPa para muestras originales y 2,2kPa para muestras envejecidas en RTFOT. De manera similar, el factor de agrietamiento por fatiga es un criterio que nos permitió identificar si el MBL presentó problemas de fatiga en el suelo estabilizado. Este criterio se aplicó a las muestras salidas de PAV y deben cumplir con la especificación de un valor máximo de 5000kPa para el producto $G^* \cdot \text{sen}\delta$.

4.2.2.2. Multi-Stress (MSCR), norma ASTM D7405

Con de este ensayo se evaluó la recuperación a las deformaciones permanentes del MBL bajo distintos niveles de carga y temperatura. La prueba consistió en la aplicación de una carga

constante de 1 segundo de duración con el fin de generar deformación para posteriormente eliminar la carga durante 9 segundos para permitir la recuperación del MBL. La prueba se efectuó a niveles de carga de 100Pa y 2000Pa y a temperaturas que van de 28 a 40°C (González, 2018).

4.2.3. Extracción y recuperación de ligantes provenientes del MBL.

La extracción y recuperación de ligantes bituminosos es un método práctico para obtener muestras de aglutinantes para pavimentación proveniente de mezclas con agregados pétreos, de esta manera se puede conocer como los procesos constructivos afectan la estructura y composición del ligante sin que hayan agentes externos ajenos a la composición del material aglutinante (Morales, 2018).

4.2.3.1. Método de extracción para obtener el ligante bituminoso, norma INV E-732-13.

Esta norma describe el procedimiento que se siguió a la hora de obtener la fase aceitosa del MBL y las mezclas envejecidas en campo.

Implementos.

- Centrifugadora; Consiste en un bol como se muestra en la Figura 4 y una máquina que permita rotar el bol a una velocidad variable y controlada hasta de 3600 rpm. Este equipo está provisto de un recipiente para recoger el solvente que escapa del bol y con un desagüe adaptado para remover dicho solvente.
- Filtros; fieltro de papel
- Horno; capaz de mantener una temperatura de 60 ± 5 °C.

Figura 4

Maquina centrifuga



Reactivos.

- Cloruro de metileno (diclorometano), químicamente puro.
- Tolueno, químicamente puro.

Para la extracción del ligante del MBL se utilizó un filtro de 1,5 micras, esto se realizó con el fin de retirar la mayor cantidad de sólidos inorgánicos y material pétreo de las muestras y no hubiese sólidos que alteraran los resultados de la fase oleosa. La extracción del ligante del MBL original, envejecido en RTFOT y RTFOT+PAV fue realizada con tolueno, las mezclas provenientes de las pruebas de campo se extrajeron con cloruro de metileno.

4.2.3.2. Método de recuperación de ligantes, norma INV E-759-13.

Esta norma de ensayo detalla la recuperación del ligante de un solvente utilizando un evaporador rotatorio (rotovapor) como se ve en la Figura 5, este garantiza que los cambios en las propiedades del ligante durante el proceso de recuperación sean mínimas.

Figura 5*Evaporador rotatorio*

De manera complementaria se empleó la norma ASTM D7906-14, este método está basado bajo los mismos principios básicos del INV-E-759-13 pero este nos estipula las pautas a la hora de separar el ligante del disolvente en el caso particular de utilizar tolueno.

4.3. Simulaciones de envejecimiento acelerado en laboratorio.***4.3.1. Envejecimiento a corto plazo, norma INV-E-720-13***

Los ensayos de envejecimiento en RTFOT se rigieron bajo la norma nacional INV-E-720-13, las condiciones de operación se adaptaron a la naturaleza del material y se fijó la temperatura de realización del ensayo es de 60°C, se emplea esta temperatura por las condiciones de mezclado que tuvo el material en las pruebas de campo y el enfoque que tiene el MBL al ser utilizado en mezclas en frío (MAF). Se establecieron tiempos de ensayo decrecientes de tal manera que el envejecimiento del ligante a corto plazo tuviera el mismo comportamiento que el ligante obtenido

de la mezcla de los trenes de prueba, y de esta manera obtener una respuesta correcta del envejecimiento simulado relacionada al envejecimiento en campo.

4.3.2. Envejecimiento a largo plazo, norma INV-E-751-13

El ensayo PAV se rigió bajo la norma nacional INV-E-751-13, esta norma describe el procedimiento para realizar la simulación de envejecimiento a largo plazo. El ensayo provee un envejecimiento simulado del pavimento en un tiempo de 5 a 10 años posterior al mezclado y curado, el MBL para ejecutar la prueba provenía del RTFOT siguiendo la norma INV-E-720-13. Las condiciones de operación del PAV se adaptaron a la naturaleza y fines del MBL, por ello se optó por fijar la temperatura de la simulación a $60 \pm 5^\circ\text{C}$ y tomar el periodo de 20 horas como estipula la norma.

Los MBLs envejecidos en RTFOT y RTFOT+PAV fueron sometidos posteriormente a la extracción y recuperación de su fase oleosa con el fin de determinar los cambios que sufre el ligante en los procesos de envejecimiento acelerado, especificar su comportamiento reológico y establecer el efecto de los sólidos inorgánicos presentes en el MBL en el proceso de envejecimiento.

4.4. Evaluación del envejecimiento del MBL

Una vez obtenidos los resultados de la caracterización fisicoquímica y reológica de las muestras originales y envejecidas, se evaluó el comportamiento y los cambios que experimentó el material. Se determinó que grado de influencia tenían los sólidos inorgánicos presentes en el MBL sobre el envejecimiento y como afectan al MBL al ser utilizado como aglutinante para estabilización de vías.

5. Resultados

5.1. Caracterización fisicoquímica del MBL

En esta sección se detallan los resultados que permitieron la caracterización fisicoquímica del MBL como de su fase oleosa. De igual manera se exponen los resultados de los ligantes extraídos de mezclas con agregados pétreos, esto con el fin de estimar las condiciones de envejecimiento en campo y obtener los parámetros en función de temperatura y tiempo que permita replicar el envejecimiento del material en RTFOT, para su posterior envejecimiento a largo plazo en PAV.

En la Tabla 3, se presentan los resultados obtenidos mediante distintos ensayos para caracterización del MBL original el cual nos permite tener un punto de partida a la hora de interpretar el efecto de los sólidos inorgánicos presentes en el material y su influencia en la fase aceitosa durante el proceso de envejecimiento del MBL. Además, se presentan los resultados de la caracterización del ligante extraído de MBL original nos contextualiza sobre los aspectos que tiene la fracción oleosa compuesta por hidrocarburos que compone el MBL original. Con los resultados de cenizas se puede deducir que un 0,18% de los sólidos presentes en el material presentan un diámetro inferior al que puede retener el filtro y es definido como material muy fino. Los cambios de densidad apreciados en la Tabla 3 se explica por la extracción de los sólidos inorgánicos respecto a la fase aceitosa, los resultados de densidad del MBL original lo catalogan como un petróleo crudo extrapesado mientras que la fase aceitosa es definida como un petróleo crudo pesado según la clasificación de crudos según su grado API.

Tabla 3

Caracterización fisicoquímica del MBL original y extraído.

Muestra	Ensayo	Insolubles en n-heptano %	Cenizas %p/p	Densidad kg/m ³ a 25 °C	Solubles en TCE %
MBL original		18,89	13,37	1100,93	87,24
Ligante extraído de MBL original		13,16	0,18	979,93	99,60

Los resultados obtenidos en la Tabla 4 sobre caracterización fisicoquímica de ligante proveniente de las mezclas realizadas en campo fue posible mediante la extracción y separación de los agregados pétreos. Esta extracción determinó como fue el cambio en la fase oleosa del MBL durante el proceso de envejecimiento a corto plazo de manera real. En el ensayo de insolubles en n-heptano se aprecia un aumento que corresponde al incremento de asfáltenos debido a los procesos de calentamiento a los cuales fue sometido durante el proceso de mezclado y compactación. También es de apreciar los altos resultados de cenizas y densidad respecto al ligante extraído de MBL original de la Tabla 3, esta respuesta puede ser explicada por la presencia de sólidos muy finos que componen en los agregados pétreos, haciendo que no queden retenidos en el proceso de extracción y aumente los resultados de los ensayos.

Tabla 4

Caracterización fisicoquímica del ligante extraído de la mezcla y trenes de prueba.

Muestra	Ensayo	Insolubles en n-heptano %	Cenizas %p/p	Densidad kg/m ³ a 25 °C	Solubles en TCE %
Muestra extraída de la mezcla parcialmente curada		14,18	0,88	1002,0	99,998
Muestra extraída de los trenes de prueba		15,43	0,28	995,8	98,972

En la Tabla 5, se observa como el MBL original va perdiendo masa a medida que es sometido a mayor tiempo de envejecimiento, esto se explica por la volatilización de componentes ligeros, fenómeno que ocurre durante la etapa de mezclado y construcción. De igual manera durante el calentamiento se desarrollan fenómenos oxidativos y que aportan mayor dureza al MBL cuando la temperatura del material se estabiliza. Por consiguiente, se espera un aumento en la viscosidad del material (Beltrán Vásquez & Aponte Cuitiva, 2013). Teniendo en cuenta esto, la viscosidad dinámica puede servir como parámetro a la hora de seleccionar las condiciones de envejecimiento simulado en laboratorio (RTFOT) que reproduzcan el envejecimiento del MBL en campo (trenes de prueba).

Tabla 5

Resultados de envejecimiento en Horno Rotatorio de Película Delgada RTFOT

Muestra	Ensayo		
	RTFOT (Horno rotatorio de película delgada)		
	Temperatura (°C)	Tiempo (h)	Pérdida de masa (%)
MBL original	60	24	1,76
	60	48	3,17

En la Tabla 6 se presentan los resultados de la caracterización fisicoquímica del ligante envejecido en RTFOT y su posterior envejecimiento en PAV.

Las muestras envejecidas en RTFOT evidencia un aumento esperado en los insolubles en n-heptano, esto sugiere que durante el proceso se formaron compuestos de alto peso molecular propios del fenómeno de oxidación, también es de señalar que los resultados de n-heptano van

creciendo a medida que se va incrementando la duración del ensayo. También se destaca un leve aumento en la densidad del material, $0,8 \text{ kg/m}^3$, entre la muestra envejecida 24 horas y 48 horas, los cambios en el ensayo demuestran una mayor pérdida de volátiles y mayor compactación de la fase aceitosa, respuesta propia de un tiempo de ensayo más prolongado.

La muestra envejecida en PAV detalla un aumento en los insolubles en n-heptano propios de un proceso de envejecimiento a presión, generándose mayores productos de oxidación respecto a las muestras envejecidas a corto plazo. De igual manera, se evidencia un aumento en la densidad de la fase oleosa sacada de PAV explicado por la disminución de componentes volátiles en la matriz de MBL envejecida.

Tabla 6

Caracterización fisicoquímica del ligante extraído del MBL envejecido a corto y largo plazo.

Ensayo	Insolubles en n-heptano	Cenizas	Densidad	Solubles en TCE
Muestra	%	%p/p	kg/m³ a 25 °C	%
Ligante extraído de RTFOT a 24h 60°C	13,36	0,16	987,9	99,74
Ligante extraído de RTFOT a 48h 60°C	13,86	0,08	988,7	99,93
Ligante extraído de RTFOT+PAV (20h 60°C)	15,49	0,28	989,6	99,83

En la Tabla 7 se exponen los resultados de las fracciones SARA del ligante extraído de MBL original y las extracciones de los ligantes envejecidos en campo y RTFOT. Los resultados de la fracción de asfaltenos refleja un aumento después de los procesos de envejecimiento a corto plazo respecto al ligante original, este comportamiento se explica por los fenómenos oxidativos que conlleva el calentamiento en la elaboración de los trenes de prueba, y la inyección de aire caliente

al interior del RTFOT, para las muestras respectivas. Además, esta tendencia es soportada por el aumento del porcentaje de insolubles en n-heptano de las Tablas 3, 4 y 6. También se aprecia una disminución en el porcentaje de resinas del ligante extraído de MBL original respecto al ligante extraído de RTFOT, siendo dicho componente el más susceptible a la volatilización debido al incremento de la temperatura, el resultado se ve apoyado en el ensayo de RTFOT de la Tabla 5.

Tabla 7

Fracciones SARA de ligantes extraídos

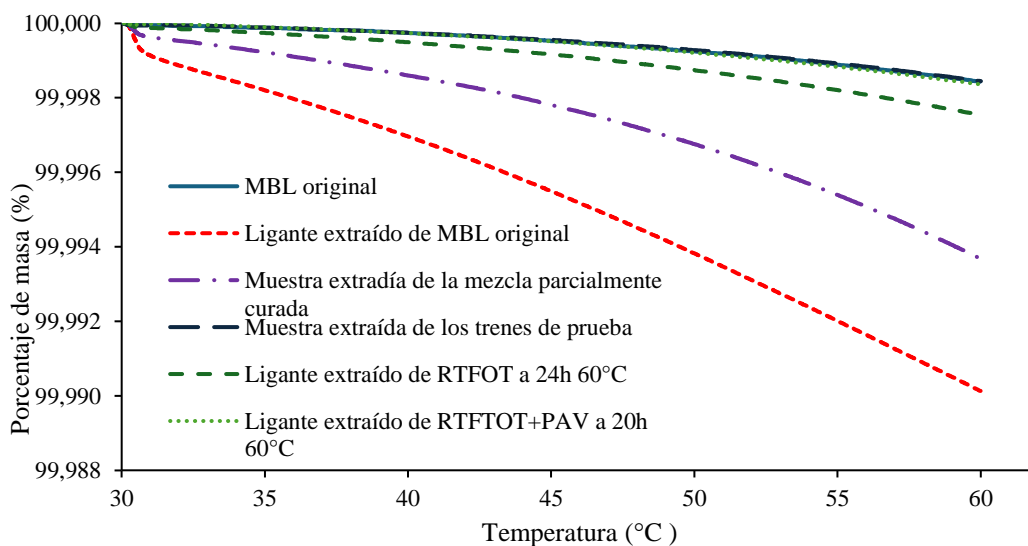
Muestra	Ensayo			
	Fracciones SARA			
	Fracciones			
	% Saturados	% Aromáticos	% Resinas	% Asfáltenos
Ligante extraído de MBL original	33,39 ± 0,55	30,02 ± 0,64	21,88 ± 0,78	14,71 ± 0,80
Muestra Extraída de los trenes de prueba	31 ± 0,55	22,4 ± 0,64	29,87 ± 0,78	16,73 ± 0,80
Ligante extraído de RTFOT a 24h 60°C	31,76 ± 0,55	34,8 ± 0,64	15,18 ± 0,78	18,26 ± 0,80

En la Figura 6 se muestran los termogramas obtenidos del ensayo de TGA para el material original, los ligantes extraídos de las pruebas en campo y los ligantes provenientes del envejecimiento en RTFOT para las temperaturas comprendidas entre 30°C (ambiente promedio) y 60°C (elaboración de mezclas en frío). En la figura se observa un decrecimiento en el porcentaje de pérdida de peso a medida que el ligante avanza en los procesos de envejecimiento, esta respuesta está definida por la disminución de componentes volátiles presentes los ligantes envejecidos, definidos en la Tabla 7 con el porcentaje de aromáticos, ocasionado por la etapa de calentamiento para mezclado con agregados petreos, y posterior compactación que conlleva el proceso

constructivo. Para el caso del ligante extraído de MBL original, en el rango de temperaturas de ensayo presenta la mayor pérdida de masa de 0.01%, sin embargo, dicho porcentaje es muy bajo, por ende, se estima que la fase oleosa que compone el material presenta escasos compuestos que se volatilicen en el rango de temperaturas. De manera complementaria, el termograma obtenido del MBL original arroja un bajo porcentaje de pérdida de masa, este comportamiento se explica por la presencia de los sólidos inorgánicos que conforman el material, dichos sólidos aportan resistencia a la volatilización de los componentes que conforman la fase oleosa, haciendo que estos no escapen tan fácil de la matriz de MBL. El comportamiento mencionado anteriormente se puede extrapolar al MBL envejecido en laboratorio, haciendo que el material cuente con una alta estabilidad térmica a la hora de ser sometido a calentamientos propios del proceso de envejecimiento a corto y largo plazo.

Figura 6

Análisis termogravimétrico TGA de los ligantes extraídos



5.2. Caracterización reológica del MBL

En este apartado se complementa la caracterización fisicoquímica de los materiales con el análisis de la respuesta reológica, evaluando el comportamiento del MBL en términos de flujo y deformación, frente a los procesos de envejecimiento a los cuales fue sometido el material.

En la Figura 7 y Figura 8 se muestran los resultados de la curva de viscosidad para el MBL original, MBL envejecido a corto y largo plazo mediante simulaciones de envejecimiento acelerado y las fases aceitosas provenientes de la extracción del MBL envejecido en laboratorio y en campos de prueba, con el fin de analizar el comportamiento viscoso del material y el aporte de los sólidos inorgánicos que componen el MBL.

En la Figura 7 se aprecia como los procesos de envejecimiento alteran la fase aceitosa del MBL viéndose reflejado en el aumento del comportamiento viscoso. Esta conducta se explica por los fenómenos de volatilización y oxidativos que cambian la composición química del material, donde este último incluye la formación de grupos carbonilo y sulfoxido según Siddiqui (Siddiqui & Ali, 1999), incrementando los asfáltenos del MBL salido de RTFOT y PAV, respuesta que se evidencia en la Tabla 7 con un aumento en los asfáltenos de las muestras envejecidas. En la Figura 8 se aprecia una respuesta viscosa elevada del MBL envejecido en RTFOT a 48h 60°C, este comportamiento se explica por un sobre envejecimiento orientado en la pérdida de volátiles debido al elevado tiempo de prueba visto en la Tabla 5, como complemento, al contrastar este resultado con el ligante extraído de RTFOT a 48h 60°C de la Figura 7, se aprecia que la fase aceitosa asume un menor comportamiento viscoso respecto al ligante extraído de RTFOT+PAV y se infiere que es debido a un menor envejecimiento oxidativo, esta respuesta se ve representada en la concentración de asfáltenos definida por los insolubles de n-heptano de la Tabla 6.

De manera complementaria, en la Figura 7 y Figura 8, se puede apreciar todas las muestras de MBL y ligantes extraídos presentan un comportamiento viscoso propio de un fluido no newtoniano a temperatura ambiente (25°C) ya que la viscosidad del material varía junto a la temperatura y la tensión de corte aplicada, esto implica que sus valores no están definidos y pueden ser caracterizadas a diferentes condiciones de flujo, sin embargo, a temperaturas más altas (40°C), el MBL es menos viscoso y más fluido, adquiriendo una viscosidad constante y lineal las cualidades de un fluido newtoniano.

Figura 7

Viscosidad de los ligantes extraídos envejecidos a corto y largo plazo

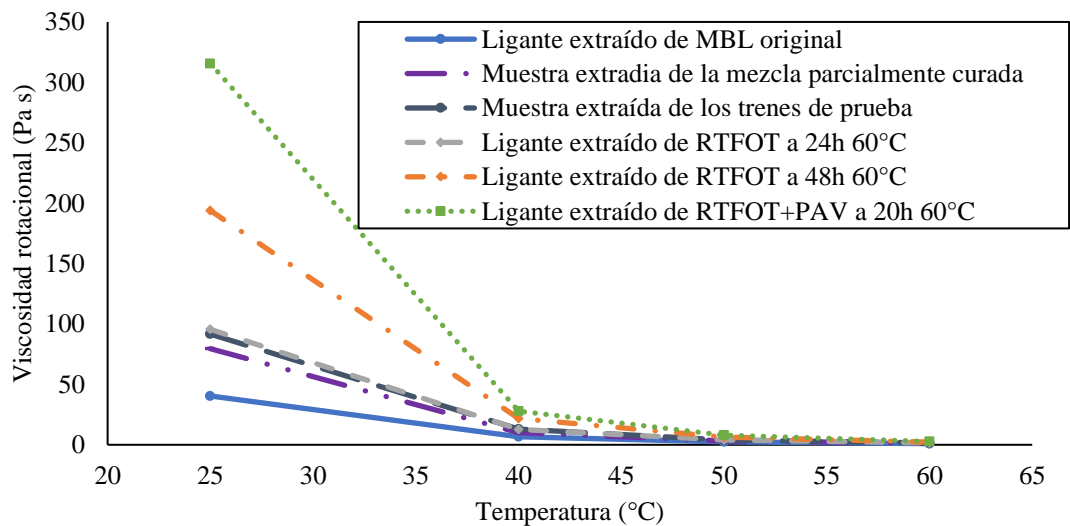
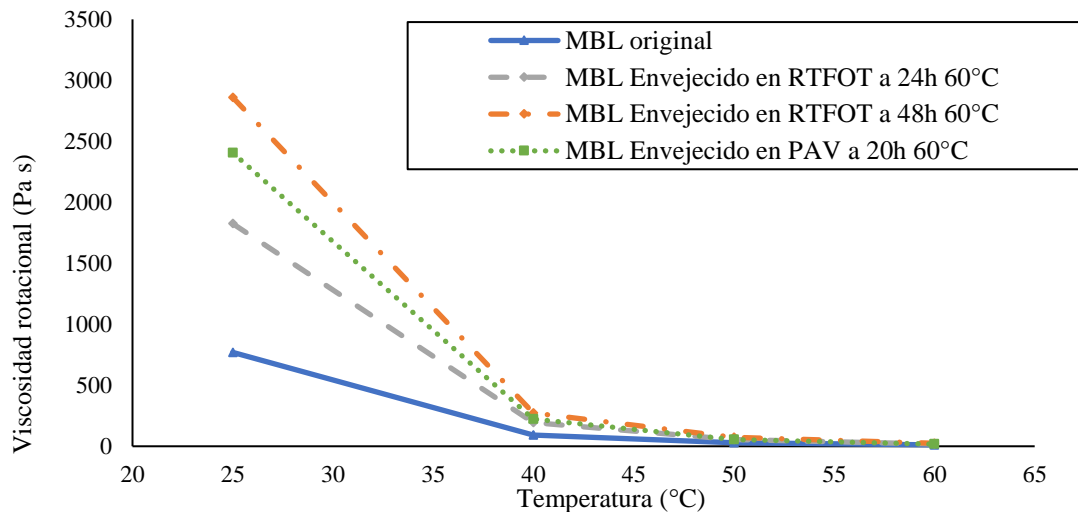


Figura 8

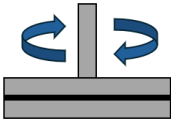
Viscosidad del MBL envejecido a corto y largo plazo



Para los resultados de DSR se emplearon los criterios para determinar el grado de desempeño definidos por el factor de ahuellamiento y el factor de fatiga destinados para asfaltos convencionales con penetración 60/70. Sin embargo, cabe resaltar que el MBL está formulado para aplicaciones en estabilización de bases y subbases granulares, o tratamientos superficiales para vías terciarias, por lo que se esperaría contar con criterios de aceptación menos exigentes, se hace de esta manera ya que al ser un material nuevo no se dispone de información alguna que nos lleve a establecer criterios propios según el fin conferido al MBL.

En la Tabla 8 se muestra los resultados sobre el comportamiento del MBL original respecto a su ligante extraído, el MBL original exhibe un mejor comportamiento en su módulo complejo G^* que el ligante extraído, demostrando que los sólidos inorgánicos presentes en el material aportan resistencia a la deformación.

Tabla 8*Resultados del módulo complejo (G^*) y el ángulo de fase (δ) del MBL original*

Muestra	Ensayo				Resultados $G^* / \text{Sen } \delta$ (kPa)	Criterio de aceptación
	Ensayo de Corte Dinámico (DSR)					
	Temperatura (°C)	% Deformación	δ (grados)	G^* (kPa)		
MBL original	28	9%	81,520	2,093	2,116	
		12%	81,656	1,936	1,956	
		15%	81,816	1,833	1,852	
	34	9%	83,754	0,922	0,927	
		12%	83,893	0,893	0,898	
		15%	84,023	0,868	0,873	
	40	9%	85,530	0,435	0,437	
		12%	85,593	0,451	0,453	
		15%	85,695	0,447	0,448	
Ligante extraído de MBL original	28	9%	80,084	0,614	0,624	$G^*/\text{Sen } \delta \geq 1,0 \text{ kPa}$
		12%	80,128	0,613	0,622	
		15%	80,194	0,611	0,620	
	34	9%	82,578	0,288	0,291	
		12%	82,593	0,287	0,290	
		15%	82,639	0,286	0,289	
	40	9%	84,570	0,140	0,141	
		12%	84,621	0,140	0,141	
		15%	84,631	0,140	0,140	

Los resultados de la Tabla 9 que describen el comportamiento reológico del material sometido a condiciones de envejecimiento a corto plazo tanto simulado como ejecutado en campo. De manera similar que la respuesta reológica del MBL original, el MBL envejecido en RTFOT presenta un mejor comportamiento del módulo G^* respecto a los ligantes extraídos, también presenta un mejor comportamiento elástico definido por el ángulo de fase δ respecto al MBL sin envejecer, esto le otorga una mayor recuperación al ser sometido a cargas. Esto se explica porque

durante el envejecimiento a corto plazo los asfáltenos (Vargas & Reyes, 2010) presentes en el MBL se oxidan, otorgándole cierta rigidez el material. Sin embargo, a temperaturas superiores de 36 °C, el MBL deja de cumplir con el criterio de aceptación y su pavimento puede fallar por ahuellamiento.

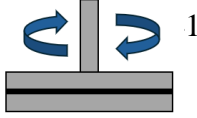
También se pudo evidenciar como el ligante extraído de RTFOT y el ligante extraído de los trenes de prueba presentan el mismo comportamiento reológico, esto evidencia un resultado acertado en la ejecución del envejecimiento simulado a corto plazo.

Tabla 9

Resultados del módulo complejo (G^) y el ángulo de fase (δ) de los MBLs sometidos a envejecimiento a corto plazo.*

Muestra	Ensayo				Resultados $G^* / \text{Sen } \delta$ (kPa)	Criterio de aceptación
	Ensayo de Corte Dinámico (DSR)					
	Temperatura (°C)	% Deformación	δ (grados)	G^* (kPa)		
MBL Envejecido en RTFOT a 24h 60°C	28	8%	75,623	7,137	7,368	
		10%	75,798	6,588	6,796	
		12%	75,970	6,242	6,434	
	34	8%	78,562	2,986	3,046	
		10%	78,719	2,908	2,966	
		12%	78,856	2,835	2,890	
	40	8%	81,379	1,398	1,414	
		10%	81,476	1,368	1,384	
		12%	81,569	1,332	1,347	
Ligante extraído de RTFOT a 24h 60°C	28	8%	79,421	0,912	0,927	
		10%	79,358	0,928	0,944	
		12%	79,320	0,939	0,955	
	34	8%	82,342	0,421	0,425	
		10%	82,342	0,421	0,424	

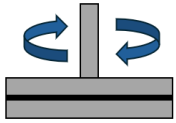
Envejecimiento de Materiales Bituminosos Ligantes

		12%	82,348	0,420	0,424	 $G^*/\text{Sen } \delta \geq 2,2 \text{ kPa}$
		8%	84,509	0,198	0,199	
	40	10%	84,501	0,198	0,199	
		12%	84,501	0,197	0,198	
Muestra Extraída de los trenes de prueba	28	8%	79,228	0,929	0,946	
		10%	79,151	0,955	0,972	
		12%	79,101	0,973	0,990	
	34	8%	82,059	0,436	0,441	
		10%	82,083	0,436	0,440	
		12%	82,056	0,435	0,440	
	40	8%	84,084	0,205	0,206	
		10%	84,102	0,205	0,206	
12%		84,133	0,205	0,206		

En la Tabla 10 se evidencia que el MBL envejecido a largo plazo está en el rango del criterio de aceptación, esto significa que el material puede ser usado a temperaturas de experimentación sin manifestar fallas por fisuración térmica o por fatiga, es decir, este tipo de deterioro no se verá evidenciado en los próximos 10 años en el pavimento. Por otra parte, el MBL envejecido a largo plazo presenta una mejor respuesta elástica y rigidez lo que le puede dar cierta resistencia al ahuellamiento y mayor capacidad de recuperarse con el tiempo.

Tabla 10

Resultados del módulo complejo (G^) y el ángulo de fase (δ) de los MBLs sometidos a envejecimiento a largo plazo.*

Muestra	Ensayo				Resultados $G^* \times \text{Sen } \delta$ (kPa)	Criterio de aceptación
	Ensayo de Corte Dinámico (DSR)					
	Temperatura (°C)	% Deformación	δ (grados)	G^* (kPa)		
MBL Envejecido en RTFOT+PAV a 20h 60°C	28	0,8%	68,795	13,160	12,269	
		1,0%	68,778	13,099	12,211	
		1,2%	68,700	13,211	12,309	
	34	0,8%	72,348	6,360	6,061	
		1,0%	72,403	6,279	5,985	
		1,2%	72,437	6,223	5,933	
	40	0,8%	76,206	2,954	2,869	
		1,0%	76,274	2,914	2,831	
		1,2%	76,328	2,884	2,802	
Ligante extraído de RTFOT+PAV a 20h 60°C	28	0,8%	73,303	2,144	2,054	$G^* \cdot \text{Sen } \delta \leq$ 5000 kPa
		1,0%	73,309	2,142	2,052	
		1,2%	73,290	2,150	2,059	
	34	0,8%	77,318	0,958	0,935	
		1,0%	77,332	0,955	0,932	
		1,2%	77,336	0,954	0,930	
	40	0,8%	80,940	0,432	0,426	
		1,0%	80,945	0,428	0,423	
		1,2%	80,941	0,426	0,421	

5.2.1. Multi-Stress (MSCR)

El ensayo reológico “Multi Stress Creep Recovery” se realizó de tal manera que evidenciara la respuesta elástica del material a esfuerzos con una magnitud de 100 Pa y 2000 Pa. En la Figura 9 y Figura 10 se muestra la deformación que presenta el MBL y las condiciones de ensayo.

Figura 9

Deformación respecto al tiempo de ejecución del ensayo MSCR a 28 °C, MBL envejecido.

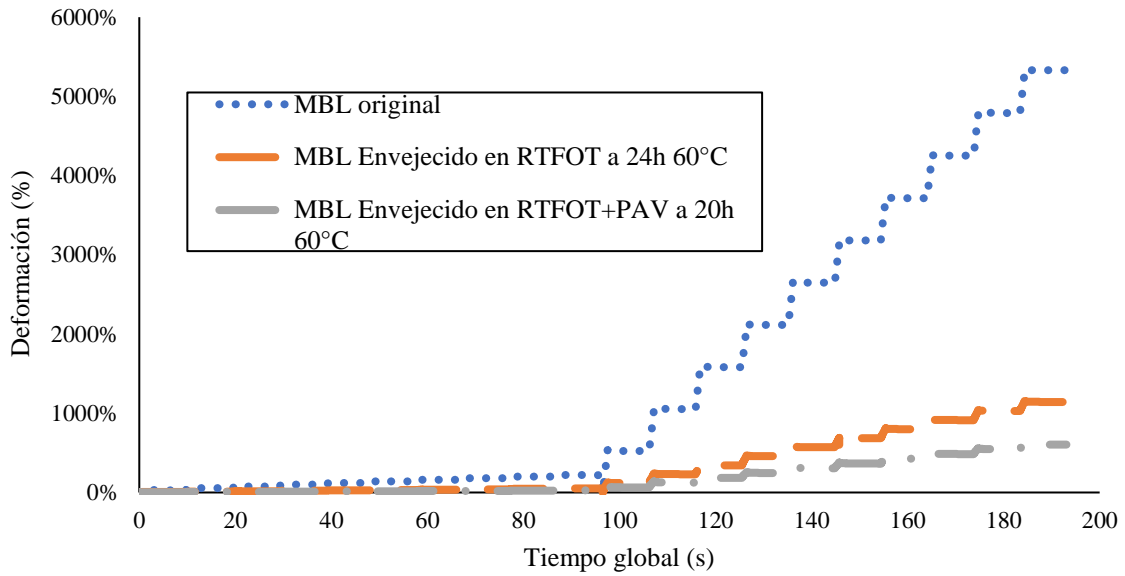
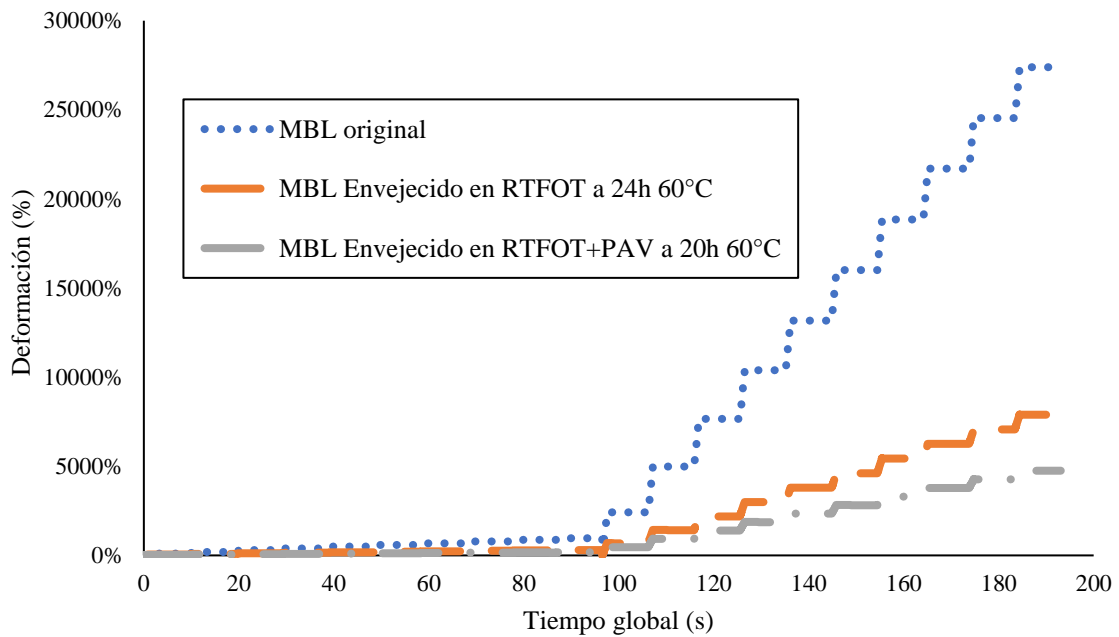


Figura 10

Deformación respecto al tiempo de ejecución del ensayo MSCR a 40 °C, MBL envejecido.



En la Tabla 11 se evidencia la capacidad de recuperación del MBL original y envejecido, se aprecia que bajos y altos esfuerzos el material presenta una respuesta positiva a la recuperación y esta tendencia aumenta conforme el pavimento es envejecido, sin embargo, su capacidad de recuperación se puede ver afectada conforme aumenta la temperatura, tanto es su influencia que el material pierde la capacidad de recuperarse, la respuesta sugiere que el material tiene una alta susceptibilidad a la deformación viscosa al someterse a cargas repetidas y el pavimento exprese daño acumulativo.

Tabla 11

Porcentaje de Recuperación del MBL envejecido en el ensayo MSCR.

Muestra	Temperatura (°C)	% Recuperación	
		R_{0,1}	R_{2,0}
MBL original		1,8%	0%
MBL Envejecido en RTFOT a 24h 60°C	28	6,4%	1,7%
MBL Envejecido en RTFOT+PAV a 20h 60°C		11,4%	4,9%
MBL original		0%	0%
MBL Envejecido en RTFOT a 24h 60°C	40	2,1%	0%
MBL Envejecido en RTFOT+PAV a 20h 60°C		4,4%	0%

6. Conclusiones

A medida que se avanzó en los procesos de envejecimiento se evidenciaron cambios en la composición química de la fase aceitosa, esto se debe a la volatilización y oxidación progresiva de componentes, este último fenómeno conduce a la formación de productos de mayor peso molecular como grupos carbonilo y sulfoxido.

Los sólidos inorgánicos presentes en la matriz MBL tienen un impacto significativo en la respuesta reológica y química. La presencia de los sólidos mejora el comportamiento viscoelástico respecto a la fase oleosa definido por los ensayos de DSR, además, le confiere estabilidad térmica al material evitando que los componentes más livianos se volatilicen con facilidad.

La simulación del envejecimiento arrojó que el ensayo orientado a envejecer el MBL a largo plazo (PAV) prevaleció un mayor fenómeno de oxidación, esto se explica por la elevada formación de compuestos de alto peso molecular que se ven reflejado en los resultados de n-heptano del ligante extraído original (13,36%) respecto al ligante extraído de PAV (15,49%).

El MBL como aglutinante arrojó que a temperaturas superiores a 34°C el material tiene susceptibilidad a deformaciones permanentes por ahuellamiento evaluado según los criterios de aceptación $G^*/\text{Sen } \delta \geq 1,0 \text{ kPa}$ y $G^*/\text{Sen } \delta \geq 2,2 \text{ kPa}$ utilizado para asfalto 60/70, sin embargo, es importante señalar que las vías estabilizadas con MBL no tendrán las mismas cargas ni esfuerzos a las cuales se somete un pavimento convencional.

Referencias bibliográficas

- Al Zubaidy, I. A. H., & Al-Tamimi, A. K. (2014). Production of sustainable pavement with oil sludge. *Road Materials and Pavement Design*, 15(3), 691-700. <https://doi.org/10.1080/14680629.2014.908139>
- Anguas, P. G., Flores, M. F., López, J. A. G., & Alamilla, H. D. (2005). *CARACTERIZACIÓN GEOMECÁNICA DE MEZCLAS ASFÁLTICAS*.
- Beltrán Vásquez, P. A., & Aponte Cuitiva, M. F. (2013). *Caracterización física y reológica de un ligante asfáltico 60-70 modificado para mezcla asfáltica tibia*. <http://repository.javeriana.edu.co/handle/10554/21403>
- Delgado, J. S. (2011). Guía para la realización de ensayos y clasificación de asfaltos, emulsiones asfálticas y asfaltos rebajados según el Reglamento Técnico Centroamericano (RTCA 75.01.22:047). *Métodos y Materiales*, 1, 25-38. <https://doi.org/10.15517/mym.v1i1.8392>
- Egazar'yants, S. V., Vinokurov, V. A., Vutolkina, A. V., Talanova, M. Yu., Frolov, V. I., & Karakhanov, E. A. (2015). Oil Sludge Treatment Processes. *Chemistry and Technology of Fuels and Oils*, 51(5), 506-515. <https://doi.org/10.1007/s10553-015-0632-7>
- Garavito Arevalo, V. (2021). *Asfaltita: Introducción a la Asfaltita*. <http://hdl.handle.net/1992/54587>
- Garzón, J. M., Rodríguez-Miranda, J. P., Hernández-Gómez, C., Garzón, J. M., Rodríguez-Miranda, J. P., & Hernández-Gómez, C. (2017). Aporte de la biorremediación para solucionar problemas de contaminación y su relación con el desarrollo sostenible. *Universidad y Salud*, 19(2), 309-318. <https://doi.org/10.22267/rus.171902.93>

González, F. I. P. (2018). *MODIFICACIÓN DE ASFALTO CA-24 CON POLÍMERO ESTIRENO-BUTADIENO-ESTIRENO PARA EVALUACIÓN POR DESEMPEÑO EN BASE AL ENSAYO MULTI STRESS CREEP AND RECOVERY.*

Guevara Franco, C. S. (2021). *Caracterización fisicoquímica y determinación del grado de desempeño de asfalto de la Refinería Esmeraldas modificado con polipropileno.*
<https://www.dspace.uce.edu.ec/entities/publication/www.dspace.uce.edu.ec>

Johnson, O. A., & Affam, A. C. (2019). Petroleum sludge treatment and disposal: A review. *Environmental Engineering Research*, 24(2), 191-201.
<https://doi.org/10.4491/eer.2018.134>

Kleizienė, R., Panasenkienė, M., & Vaitkus, A. (2019). Effect of Aging on Chemical Composition and Rheological Properties of Neat and Modified Bitumen. *Materials*, 12(24), 4066.
<https://doi.org/10.3390/ma12244066>

López Maldonado, G. (2020). *Características de los ligantes y conglomerantes en los firmes de carreteras.* <https://riunet.upv.es/handle/10251/142218>

Lopez Ramirez, S. P., & Reyes Lizcano, F. A. (2020). *Caracterización de asfaltos colombianos sometidos a procesos de envejecimiento en RTFOT y UV entre las 100 y 200 horas* [Pontificia Universidad Javeriana]. <https://doi.org/10.11144/Javeriana.10554.12672>

Memon, A. M., Sutanto, M. H., Yusoff, N. I. M., Memon, R. A., Khan, M. I., & Al-Sabaei, A. M. (2023). Rheological modeling and microstructural evaluation of oily sludge modified bitumen. *Case Studies in Construction Materials*, 18, e02039.
<https://doi.org/10.1016/j.cscm.2023.e02039>

- Miró Recasens, J. R., & Pérez Jiménez, F. E. (1994). *Metodología para la caracterización de ligantes asfálticos mediante el empleo del ensayo cántabro* [Universitat Politècnica de Catalunya]. <https://doi.org/10.5821/dissertation-2117-93934>
- Morales, L. O. T. (2018). “*RECUPERACIÓN DEL LIGANTE ASFÁLTICO DE UNA MUESTRA DE RAP UTILIZANDO EVAPORADOR ROTATORIO, TOLUENO Y CLORURO DE METILENO*”.
- Muñiz, Á. G. (2022). *Como reducir la rigidez y fragilidad del asfalto debida a la oxidación del mismo*.
- Siddiqui, M. N., & Ali, M. F. (1999). Studies on the aging behavior of the Arabian asphalts. *Fuel*, 78(9), 1005-1015. [https://doi.org/10.1016/S0016-2361\(99\)00018-6](https://doi.org/10.1016/S0016-2361(99)00018-6)
- Vargas, X., & Reyes, F. (2010). *El fenómeno de envejecimiento de los asfaltos*. <https://repositorio.unal.edu.co/handle/unal/31596>
- Yela Jaramillo, D. J. (2022). *Desarrollo de una nueva tecnología a partir de un asfalto natural para su aplicación en infraestructura vial*. <https://bibliotecadigital.udea.edu.co/handle/10495/30091>

Apéndices

Apéndice A.

Muestra de MBL original.



Apéndice B

Muestras provenientes del campo de prueba.



Nota: la imagen de la izquierda corresponde a la muestra mezclada parcialmente curada y en la derecha la muestra de trenes de prueba.

Apéndice C

Filtros de caracterización fisicoquímica



Nota: la imagen de la izquierda corresponde al ensayo de n-heptano y la derecha al ensayo de TCE.

Apéndice D

Ensayo de densidad



Apéndice E

Ensayo de contenido de cenizas.



Apéndice F

Solidos del MBL.



Apéndice G

Roto evaporador.



Apéndice H

Viscosímetro brookfield.



Apéndice I

DSR.

