

Evaluación De Las Propiedades Reológicas De Materiales Bituminosos Ligantes Obtenidos A
Partir De Subproductos Del Proceso De Refinación Del Petróleo

Juan Felipe Peralta Vásquez

Trabajo de Grado para Optar al Título de Ingeniero Químico

Modalidad Trabajo De Investigación

Directora

Yuly Fernanda López Contreras

Ingeniera Química, Ph. D.

Codirector

Ramiro Martínez Rey

Ingeniero Químico, Ph.D

Universidad Industrial de Santander

Facultad de Ingenierías Físicoquímicas

Escuela de Ingeniería Química

Bucaramanga

2024

Agradecimientos

Quiero expresar mi agradecimiento a Dios por ser mi fuente de inspiración y fortaleza durante la realización de este proyecto de grado.

A mi amada madre, Denis Vásquez Martínez que le estoy profundamente agradecido por ser mi pilar de apoyo y por impulsarme a alcanzar mis metas.

A mi padre, James Augusto Peralta Mendoza, al cual le doy gracias por educarme y formarme desde pequeño. A pesar de todo, espero que en algún lugar te sientas orgulloso de tu hijo.

A mis hermanos, James Augusto Peralta y Mayerlis Margarita Peralta, les agradezco de corazón su constante aliento y respaldo en cada paso que he dado en la vida.

A mi amada novia, Magda Castilla, le agradezco profundamente por su amor incondicional, su infinita paciencia y su constante inspiración. Su presencia ha sido mi apoyo inquebrantable. Sin ella, nada de esto hubiera sido posible. Agradezco infinitamente su presencia en mi vida y el amor que comparte conmigo.

A mi directora Yuly Fernanda López, por su dedicación, sabiduría y orientación experta.

A mi gran amiga y compinche Yenny Patricia Ostos, conocida afectuosamente como "La Profe Patri", le agradezco por su amistad y su apoyo constante.

A mi apreciada universidad, la Universidad Industrial de Santander, le expreso mi sincero agradecimiento por proporcionarme oportunidades invaluable de crecimiento tanto a nivel personal como profesional.

Tabla de Contenido

	Pág.
Introducción	9
1. Objetivos	11
1.1 Objetivo General	11
1.2 Objetivos Específicos	11
2. Marco conceptual	11
2.1 Materiales bituminosos	11
2.1.1 Ligantes bituminosos	11
2.2 Propiedades reológicas de ligantes	12
2.3 Mezclas asfálticas	13
2.4 Fenómeno de envejecimiento	13
2.4.1 Envejecimiento de corto plazo (Ensayo RTFO)	13
2.4.2 Envejecimiento de largo plazo (Ensayo PAV)	15
3. Estado del arte	17
4. Metodología	20
4.1 Descripción de cada una de las fases realizadas durante la ejecución del proyecto.	20
4.1.1 Identificación de las propiedades reológicas del MBL	20
4.1.1.1 Caracterización fisicoquímica y reológica del MBL	21
4.1.1.2 Extracción de los ligantes en las mezclas.	22
4.1.2 Simulación del envejecimiento del MBL	23
4.1.3 Evaluación del envejecimiento del MBL	26
5. Resultados	26

5.1	Caracterización fisicoquímica y reológica del MBL	27
5.2	Envejecimiento del MBL.....	29
5.3	Análisis de las propiedades fisicoquímicas y reológicas de las muestras envejecidas	30
5.3.1	S.A.R.A.....	32
5.3.2	Viscosidad.....	34
5.3.3	Análisis Termogravimétrico	36
5.3.4	Evaluación de propiedades reológicas	38
6.	Conclusiones	46
	Referencias Bibliográficas	48

Lista de Tablas

	Pág.
Tabla 1 Ensayos de caracterización fisicoquímica y reológica	21
Tabla 2 Resultados de caracterización del MBL original.....	27
Tabla 3 Resultados de pérdida de masa en RTFO.....	29
Tabla 4 Resultados de caracterización de las muestras envejecidas.....	30
Tabla 5 Resultados del análisis SARA	32
Tabla 6 Ensayo de DSR a muestra original y sin sólidos inorgánicos.....	38
Tabla 7 Ensayo de DSR a muestras envejecidas en RTFO y compactada y curada.....	39
Tabla 8 Ensayo de DSR a muestras envejecidas en PAV.....	40

Lista de Figuras

	Pág.
Figura 1 Horno rotatorio de película delgada.	14
Figura 2 Esquema frontal de flujo de aire.....	15
Figura 3 <i>Equipo PAV</i>	16
Figura 4 Esquema de la configuración del sistema de ensayo PAV.	17
Figura 5 Diagrama de flujo del proceso de la evaluación de las propiedades reológicas de materiales bituminosos ligantes	20
Figura 6 Portamuestra con MBL compactado y curado aun sin extraer.	23
Figura 7 Recipientes con muestra obtenida del RTFO.	24
Figura 8 Bandejas con muestra obtenida del equipo PAV.	25
Figura 9 Curva de viscosidad del MBL original.....	29
Figura 10 Curvas de viscosidad de todas las muestras de MBL.....	34
Figura 11 Pérdida de masa del MBL vs temperatura.....	37
Figura 12 Creep-Recovery 28°C y 100Pa.....	43
Figura 13 Creep-Recovery 28°C y 2000Pa.....	44
Figura 14 Creep-Recovery 40°C y 100Pa.....	45
Figura 15 Creep-Recovery 40°C y 2000Pa.....	45

Resumen

Título: Evaluación de las propiedades reológicas de materiales bituminosos ligantes obtenidos a partir de subproductos del proceso de refinación del petróleo *

Autor: Juan Felipe Peralta Vásquez**

Palabras Clave: Modulo complejo, ángulo de fase, asfaltenos, resinas, residuos aceitosos, ligantes bituminosos, propiedades reológicas.

Descripción: El estudio se centró en la evaluación de las propiedades reológicas de un material bituminoso ligante (MBL) obtenido a partir de residuos y subproductos del proceso de refinación del petróleo. La metodología abarcó varias etapas: en primer lugar, se realizó una revisión bibliográfica para encontrar las normativas de los ensayos necesarios; luego se llevaron a cabo ensayos de envejecimiento a corto y largo plazo para comprender la respuesta del MBL a condiciones simuladas y reales, evidenciada a través del cambio en sus propiedades reológicas; finalmente, se evaluaron las propiedades de las muestras envejecidas mediante su caracterización. Los resultados revelaron un incremento en la rigidez del ligante después del proceso de envejecimiento, lo que sugiere una mayor resistencia a deformaciones elásticas. Los ensayos de DSR demostraron una disminución en la rigidez al aumentar la temperatura, lo que sugiere una mejor capacidad de recuperación de deformación con el envejecimiento. Este estudio es relevante para la aplicación del MBL en procesos de estabilización de bases granulares y tratamientos superficiales de vías terciarias, contribuyendo a un profundo entendimiento del desempeño del material en la aplicación final.

* Trabajo de investigación.

** Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. Ingeniería Química. Director: Yuly Fernanda López Contreras. Ingeniera Química, PhD. Codirector: Ramiro Martínez Rey. Ingeniero Químico, PhD.

Abstract

Title: Evaluation of the rheological properties of bituminous binder materials obtained from by-products of the petroleum refining process. *

Author(s): Juan Felipe Peralta Vásquez **

Key Words: Complex modulus, phase angle, asphaltenes, resins, oily residues, bituminous binders, rheological properties.

Description: The study focused on the evaluation of the rheological properties of a bituminous binder material (MBL) obtained from residues and by-products of the petroleum refining process. The methodology involved several stages: first, a literature review was conducted to find the necessary test regulations; then, short- and long-term aging tests were carried out to understand the response of the MBL to simulated and real conditions, evidenced through the change in its rheological properties; finally, the properties of the aged samples were evaluated through their characterization. The results revealed an increase in the stiffness of the binder after the aging process, suggesting an increased resistance to elastic deformations. DSR tests showed a decrease in stiffness with increasing temperature, suggesting an improved strain recovery capability with aging. This study is relevant to the application of MBL in granular base stabilization processes and tertiary road surface treatments, contributing to a deeper understanding of the material's performance in the final application.

* Research work.

** Faculty of Physicochemical Engineering. School of Chemical Engineering Chemical Engineer. Directora: Yuly Fernanda López Contreras. Chemical Engineer, PhD. Codirector: Ramiro Martínez Rey. Chemical Engineer, PhD

Introducción

En la actualidad, la contaminación generada por la población y por los procesos industriales asociados al entorno económico de la sociedad ha impactado de manera negativa el medio ambiente, deteriorando el planeta (“Cambio Climático” 2021). Asimismo, el proceso de refinación del petróleo genera una gran cantidad de subproductos cada año, algunos de los cuales son considerados residuos ya que por sus complejas propiedades no pueden ser alimentados en etapas posteriores (*Generación y Manejo de Residuos*, 2023). Estos residuos presentan características que permiten mediante tratamientos térmicos y químicos obtener materiales bituminosos ligantes (MBL).

Los materiales bituminosos son empleados en la fabricación de vías y se caracterizan por sus propiedades reológicas, que se refieren a la manera en que fluyen y se deforman cuando se le somete a una fuerza. La comprensión de estas propiedades es esencial para el diseño y construcción de pavimentos flexibles seguros y duraderos (Lagos-Varas & Quesada, 2019).

Así mismo, los MBL pueden sufrir cambios en sus propiedades reológicas debido a la exposición a factores ambientales, como la temperatura y la humedad. Esto puede afectar la capacidad del material para adherirse a la superficie del agregado pétreo y su resistencia a la deformación, lo que puede aumentar el riesgo de accidentes y reducir la vida útil del pavimento (Loor, 2021).

Dada la importancia de lo expuesto anteriormente, se logró desarrollar un material bituminoso ligante mediante la transformación termoquímica de residuos aceitosos generados durante el proceso de refinación del petróleo. El innovador material se obtuvo combinando dos subproductos y un residuo de los tanques de almacenamiento de crudo de refinería.

Con base en lo anterior, el propósito principal de este trabajo de grado fue evaluar las propiedades del Material Bituminoso Ligante (MBL) obtenido. Para lograr esto, se llevaron a cabo ensayos de envejecimiento, así como caracterizaciones fisicoquímicas y reológicas del MBL.

1. Objetivos

1.1 Objetivo General

Estudiar las propiedades reológicas de un material bituminoso ligante obtenido a partir de subproductos del proceso de refinación del petróleo.

1.2 Objetivos Específicos

Identificar las propiedades reológicas y ensayos de caracterización de materiales bituminosos ligantes empleados para el estudio del fenómeno de envejecimiento.

Simular el envejecimiento del material bituminoso ligante a corto plazo empleando un horno de película delgada rotatorio (RTFO) y a largo plazo mediante una cámara de envejecimiento a presión (PAV).

Evaluar el envejecimiento del material bituminoso ligante a través de los cambios en las propiedades fisicoquímicas y reológicas.

2. Marco conceptual

2.1 Materiales bituminosos

Los materiales bituminosos son sólidos o viscosos, de tonalidad negra, poseen ductilidad y experimentan ablandamiento bajo la influencia del calor. Estos materiales incluyen aquellos que se derivan de crudos petrolíferos, así como los obtenidos mediante la destilación destructiva de sustancias de origen carbonoso (Otero, 2011).

2.1.1 Ligantes bituminosos

Los ligantes bituminosos se caracterizan como materiales viscoelásticos que presentan un comportamiento reológico complejo. Esta complejidad surge de la combinación única de propiedades viscosas y elásticas que poseen. Cuando se enfrentan a fuerzas externas, estos materiales pueden fluir y cambiar lentamente bajo esfuerzos constantes, pero al mismo tiempo,

pueden recuperar su forma original, un aspecto esencial para su rendimiento en aplicaciones como la construcción de carreteras (Fransesqui & Giuliani, 2007).

2.2 Propiedades reológicas de ligantes

Las propiedades reológicas de los ligantes bituminosos son esenciales para describir su comportamiento frente a esfuerzos mecánicos y cambios de temperatura, lo que desempeña un papel fundamental en la formulación y aplicación de materiales asfálticos. Estas propiedades incluyen la viscosidad, elasticidad, módulo de corte dinámico (G^*) y desfase entre tensiones y deformaciones. Son clave para comprender y optimizar el rendimiento de los ligantes, evaluadas mediante técnicas avanzadas como el reómetro de corte dinámico (DSR), que proporciona una comprensión detallada de la respuesta reológica de los ligantes asfálticos (Angelone et al., 2000).

El módulo de corte dinámico (G^*) evalúa la rigidez del material asfáltico y su capacidad para resistir deformaciones bajo diferentes condiciones de carga y temperatura. Esta medida es importante para comprender la respuesta viscoelástica del ligante y su comportamiento ante el tráfico vehicular y las variaciones climáticas. Por otro lado, el ángulo de fase proporciona información sobre la capacidad del ligante para recuperar su forma después de ser sometido a cargas cíclicas, siendo una medida de su elasticidad y capacidad para recuperar deformaciones elásticas. Un ángulo de fase más bajo indica una mayor capacidad de recuperación elástica del ligante (Leiva, 2004).

Para el asfalto original, se espera que el valor de G^* se encuentre entre 10 y 100 MPa, indicando su rigidez. En cuanto al ángulo de fase, este suele estar en un rango de 30 a 70 grados, reflejando su capacidad de recuperación elástica. Sin embargo, con el envejecimiento en RTFO y PAV, se espera que los valores de G^* disminuyan y los del ángulo de fase aumenten, reflejando la pérdida de rigidez y la disminución de la capacidad elástica del ligante (Ardila, 2012).

2.3 Mezclas asfálticas

Las mezclas asfálticas es la combinación de agregados pétreos y ligantes asfálticos distribuidos en proporciones exactas para que dicha combinación forme una película uniforme, la cual puede ser usada en capas de rodadura o inferiores (Multinsa, 2019). Los componentes de las mezclas asfálticas se dividen en dos categorías principales, los primeros, los ligantes asfálticos que se destacan por su excelente rendimiento mecánico frente a factores como la temperatura, la frecuencia de carga, la susceptibilidad térmica y la termoplasticidad; los segundos, los áridos que son materiales granulares obtenidos de rocas de diversas naturalezas y sometidos a procesos industriales básicos, como clasificación por tamaño, molienda o lavado (Lagos-Varas et al., 2019).

2.4 Fenómeno de envejecimiento

El envejecimiento de las mezclas asfálticas es un proceso complejo que tiene lugar durante el mezclado en la planta, la construcción de la carretera y a lo largo de su vida útil. A nivel mundial, se reconoce que existen dos tipos principales de mecanismos que gobiernan este envejecimiento: a corto y a largo plazo. El envejecimiento a corto plazo se atribuye principalmente a la oxidación y volatilización del ligante presente en la mezcla asfáltica, que ocurre desde su producción en la planta de asfaltos hasta su aplicación en obra, abarcando el almacenamiento, transporte, extensión y compactación. Por otro lado, el envejecimiento a largo plazo se origina debido a la oxidación y endurecimiento in situ que experimenta la mezcla a lo largo de su vida en servicio en la infraestructura vial (Fernández-Gómez et al., 2011).

2.4.1 Envejecimiento de corto plazo (Ensayo RTFO)

Se denomina envejecimiento a corto plazo al procedimiento estandarizado de película o lámina delgada, conforme a la normativa INV E-720-13, llevado a cabo mediante el uso del

equipo denominado horno rotatorio RTFO (Rolling Thin Film Oven, por sus siglas en inglés). Este horno fue diseñado para llevar a cabo el ensayo de película delgada, que simula las alteraciones en las propiedades del asfalto destinado a mezclas convencionales. La figura 1 muestra el equipo RTFO utilizado.

Figura 1

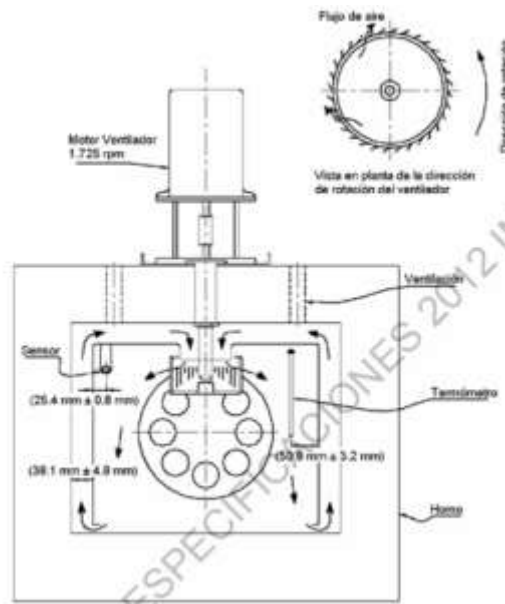
Horno rotatorio de película delgada.



Para llevar a cabo este ensayo, se necesitan 8 recipientes cilíndricos de vidrio, cada uno con un promedio de 35 g de muestra. Estos recipientes se introducen horizontalmente en los orificios del carro o rueda interna del horno rotatorio. Una vez realizada esta acción, se procede a cerrar la compuerta de protección y se establece en el equipo un control de tiempo y temperatura. La Figura 2 muestra el esquema frontal del flujo de aire del equipo.

Figura 2

Esquema frontal de flujo de aire.



Nota: Tomado de (INVIAS E-720-13, 2012).

Durante el tiempo y la temperatura establecidos, la rueda realizará un movimiento horizontal, tal como se muestra en la Figura 2, gracias a un flujo de aire caliente que mantiene una presión y velocidad constantes.

Este proceso se realiza con el fin de simular situaciones específicas que ayudan a entender cómo se comporta el asfalto dentro de los recipientes cilíndricos. Los efectos del calor y del aire sobre el material se determinan a partir de los cambios en los valores de los ensayos físicos efectuados antes y después del tratamiento en el horno, permitiendo así una evaluación detallada de las transformaciones experimentadas por el asfalto durante el proceso de horno rotatorio (INVIAS E-720-13, 2012).

2.4.2 Envejecimiento de largo plazo (Ensayo PAV)

El envejecimiento a largo plazo se refiere al desgaste gradual de la capa de asfalto a lo largo de su vida útil, influenciado por diversos factores como el tiempo, las condiciones

climáticas, la temperatura y la carga de tráfico. En relación con el ensayo PAV (Pressure Aging Vessel, por sus siglas en inglés), se establece que, para llevar a cabo dicho ensayo, las muestras deben haber pasado previamente por el proceso de RTFO (INVIAS E-751-13, 2012). La Figura 3 muestra el equipo PAV utilizado para la prueba.

Figura 3

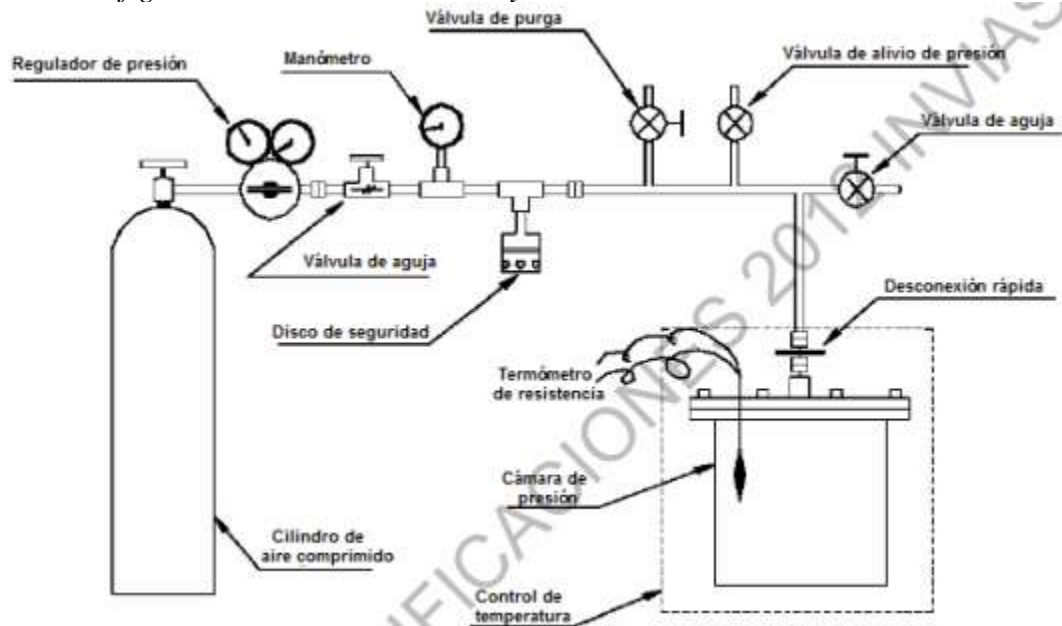
Equipo PAV.



En una primera fase, el ligante asfáltico a examinar experimenta un proceso de envejecimiento en un horno utilizando la prueba de película delgada rotatoria, conforme a la norma INV E-720-13. Posteriormente, el residuo proveniente del ensayo anterior se dispone en bandejas de acero y se somete a un envejecimiento adicional a la temperatura específica, durante un período de 20 horas, dentro de una cámara presurizada con aire a 2.10 MPa. La elección de la temperatura de envejecimiento se determina de acuerdo con el tipo de ligante asfáltico (INVIAS E-751-13, 2012). La Figura 4 muestra el esquema de la configuración del sistema del ensayo.

Figura 4

Esquema de la configuración del sistema de ensayo PAV.



Nota: Tomado de (INVIAS E-751-13, 2012).

La prueba de PAV simula el envejecimiento prolongado debido a la oxidación de los ligantes asfálticos en una mezcla convencional, replicando un período de servicio estimado entre 5 y 10 años, de acuerdo con las directrices establecidas en la normativa INV E – 751-07.

3. Estado del arte

El asfalto juega un papel importante en el beneficio de la sociedad en términos de infraestructura, por lo cual es ampliamente usado en el mundo y puede aplicarse para variados usos, tales como construcción de vías, productos impermeabilizantes y materiales de construcción (Navarro, 2019) El procedimiento habitual de la producción de concreto asfáltico consiste en la mezcla de arena, grava y rocas con asfalto, el cual actúa como agente ligante (Razali et al., 2019).

El demex es un subproducto sólido residual que se produce durante el proceso de refinamiento del petróleo. Se obtiene mediante un proceso de desasfaltado con solvente,

utilizando como alimentación fondo de vacío (Parkash, 2003). Por otro lado, el slurry, un subproducto generado durante el proceso de refinación del petróleo se obtiene al combinar asfaltenos, que son componentes residuales del petróleo, con disolventes y otros aditivos. Este material se ha empleado principalmente en labores de mantenimiento y tratamientos superficiales de carreteras, teniendo como enfoque la supresión de polvo (Herrera San Román, 2007).

Una alternativa novedosa para el mejoramiento de los materiales tradicionales utilizados en las capas granulares y por consiguiente la subrasante de las estructuras del pavimento, implica el aprovechamiento de residuos generados durante el proceso de extracción del petróleo. Anteriormente, se ha logrado estabilizar materiales granulares y suelo arcilloso con diversos porcentajes de lodos aceitosos. Se observó que al agregar un 6% de lodo, se logra mejorar las propiedades de resistencia y plasticidad tanto del material granular como de la subrasante (Alarcón et al., 2020).

Leda y colaboradores (2013), realizaron un estudio sobre la incorporación de lodos de depuración de aguas residuales en las capas base de carreteras, utilizando un contenido del 10 % en peso. Emplearon el proceso de estabilización del suelo para adecuar el material a los estándares necesarios. Se evaluó la resistencia del suelo después de la estabilización, para lo cual se elaboraron distintas mezclas de lodo-suelo con diversos aditivos. Estas mezclas se compactaron y sometieron a ensayos. A través de pruebas mecánicas, se determinó la composición óptima de la mezcla. Los resultados indican que la estabilización de suelos mediante lodos de depuración de agua residuales posee potencial para su aplicación en la construcción de carretera (Johnson et al., 2014).

Zubaidy y Tamimi (2014), llevaron a cabo investigaciones ambientales para evaluar la viabilidad de los lodos reciclados, incluyendo análisis físicos, químicos y de propiedades

mecánicas en mezclas con porcentajes variables de lodo aceitoso (0%, 5%, 22% y 50%). Estas mezclas se sometieron a pruebas especiales como la prueba de Marshall, así como a análisis de estabilidad y fluidez. Los resultados experimentales demostraron que las mezclas con hasta un 22% de lodo aceitoso cumplían los estándares requeridos para su uso tanto como capa de rodadura específica en hormigón asfáltico, así como en capas de base bituminosa (Al Zubaidy & Al-Tamimi, 2014).

Por otro lado, los ligantes bituminosos están sujetos a cambios en su estructura debido a las condiciones ambientales como temperatura y humedad, lo que puede afectar negativamente su desempeño a lo largo del tiempo. Este envejecimiento es particularmente importante de estudiar en el caso del MBL, un material nuevo, ya que la falta de información en la literatura requiere investigaciones específicas para comprender cómo estas condiciones afectan su durabilidad y rendimiento en pavimentos (Jimenez, n.d.)(Fernandez, 1983).

El envejecimiento de mezclas asfálticas ha sido objeto de varias investigaciones, donde se trata de simular en forma acelerada algunos mecanismos que influyen en este proceso de deterioro, como la oxidación (Ardila, 2012).

La utilización de los métodos RTFO (Horno de envejecimiento en película delgada rotacional) y PAV (Cámara de envejecimiento por presión) se basa en la idea de simular el envejecimiento de carreteras y pavimentos en condiciones de campo. Esto se debe a la necesidad de evaluar el comportamiento del ligante bituminoso de manera que se asemeje a las condiciones reales y, así, estudiar el fenómeno de envejecimiento bajo condiciones reales. No obstante, es importante reconocer que existen numerosos factores que no pueden ser perfectamente replicados en un ensayo de laboratorio diseñado para estudiar las condiciones de campo (Rondón, 2021).

Se concluye que es de suma importancia comprender el comportamiento relacionado al envejecimiento del material bituminoso ligante obtenido a partir de subproductos del proceso de refinación del petróleo, a través de los cambios en sus propiedades reológicas cuando es sometido a tratamientos térmicos, dado que el fenómeno de envejecimiento juega un papel fundamental en el campo de aplicación del MBL. Las propiedades del MBL no son comparables con las del asfalto debido a que es un material nuevo, por lo que su aplicación no sería adecuada para vías primarias.

4. Metodología

El desarrollo del proyecto se llevó a cabo en 3 etapas, tal como se muestra en la Figura 5.

Figura 5

Diagrama de flujo del proceso de la evaluación de las propiedades reológicas de materiales bituminosos ligantes



4.1 Descripción de cada una de las fases realizadas durante la ejecución del proyecto.

4.1.1 Identificación de las propiedades reológicas del MBL

De la revisión preliminar realizada, se infiere que las propiedades más afectadas en el material por los efectos del envejecimiento eran las propiedades viscoelásticas y la composición química. Estas afectaciones son determinantes para entender la evolución del material frente a las condiciones ambientales adversas. Las propiedades viscoelásticas, tales como la rigidez y la elasticidad, se ven afectadas por la pérdida gradual de los componentes volátiles y la oxidación de los ligantes bituminosos. Este proceso conlleva a una disminución en la flexibilidad del MBL

y un incremento en su fragilidad, lo que puede comprometer su capacidad para resistir cargas y deformaciones bajo condiciones de tráfico y cambios climáticos. Además, la composición química del MBL experimenta transformaciones debido a la degradación de sus componentes orgánicos, lo que puede alterar su capacidad adhesiva, resistencia al agua y susceptibilidad a la fatiga.

En contraste con los ligantes convencionales, este nuevo ligante demostró tener una composición única al incorporar sólidos dentro de su estructura. Estos componentes sólidos presentaron una perspectiva innovadora en términos de su posible influencia en el proceso de envejecimiento del material.

4.1.1.1 Caracterización fisicoquímica y reológica del MBL. Habiendo considerado que los MBL estaban constituidos por hidrocarburos y llenante mineral, se llevó a cabo la caracterización de las propiedades fisicoquímicas y reológicas del MBL original a partir de 2 muestras, una con sólidos inorgánicos y otra a la que se le extrajeron los sólidos. En la Tabla 1 se presentan los ensayos propuestos para la caracterización de los materiales.

Tabla 1

Ensayos de caracterización fisicoquímica y reológica

ENSAYO	MÉTODO	FINALIDAD
Insoluble en n-Heptano	INV-E	Medir el contenido de asfaltenos del material bituminoso.
Solubilidad en tricloroetileno	INV E-713	Determinar el grado de solubilidad en tricloroetileno de materiales asfálticos que tengan algo o nada de material mineral.
Contenido de agua	INV E-704	Determinar el contenido de agua, en el rango de 0 a 25%, en los materiales asfálticos
Cenizas	INV E-705	Identificar las cenizas presentes en los productos bituminosos, utilizados en la construcción de carreteras
Composición S.A.R.A	ASTM D2007-03	Establecer la composición química del betún en estudio mediante su clasificación en saturados,

		aromáticos, resinas y asfaltenos.
Viscosidad	INV E-717	Determinar la curva reológica y el comportamiento viscoso del ligante.
Densidad	INV-E-707	Determinará la calidad y características del ligante.
Análisis Termogravimétrico	ASTM E1131	Determinar la estabilidad térmica de un material y su fracción de componentes volátiles.
Reómetro de corte dinámico	INV E-750-13	Determinar las propiedades viscoelásticas del ligante, módulo de corte dinámico y el ángulo de fase.

4.1.1.2 Extracción de los ligantes en las mezclas. Para estudiar el envejecimiento del ligante a corto plazo en campo, que comprendía los efectos de calentamiento durante el proceso de mezclado con agregados pétreos y para el proceso de curado, se llevó a cabo la extracción del ligante residual de una mezcla suelta con agregado que había sido parcialmente curada y de una mezcla compactada y curada. Estas muestras fueron tomadas de un tren de prueba en un ambiente controlado fabricado con MBL. Es importante destacar que el término "curado" se refiere al proceso de endurecimiento o estabilización del material bituminoso ligante después de la mezcla y compactación, mediante la exposición a condiciones controladas de temperatura y humedad.

La extracción se realizó empleando una centrífuga y utilizando cloruro de metileno como solvente. Para recuperar el ligante, se destiló la solución de ligante con solvente obtenida de la extracción, de esta manera, se obtuvo la fase aceitosa de cada mezcla. En la Tabla 1 se presentaron los ensayos realizados para identificar las características de los ligantes extraídos.

Dado que el MBL era un nuevo producto para aplicación en pavimentos flexibles que estaba siendo evaluado en trenes de prueba, no se disponía de muestras de envejecimiento a largo plazo en campo. No obstante, era esencial considerar este envejecimiento en la evaluación del producto, por lo que se planificó simular estas condiciones mediante tratamiento térmico. Esto

proporcionó información valiosa sobre el comportamiento futuro del producto y su influencia en la durabilidad y desempeño.

4.1.2 Simulación del envejecimiento del MBL

En la evaluación de la resistencia y durabilidad de los materiales bituminosos, los ensayos de envejecimiento RTFO y PAV tienen como objetivo simular el envejecimiento y la oxidación de los ligantes asfálticos. En particular, el ensayo PAV simula las condiciones reales a las que el pavimento se expone a lo largo de su vida útil.

En este estudio, se llevó a cabo una investigación sobre el envejecimiento del material bituminoso ligante, tanto en condiciones reales como a través de simulaciones en laboratorio, con el propósito de profundizar en este proceso y sus posibles implicaciones en la estabilización de vías terciarias. En la Figura 6 se muestra el MBL compactado y curado sin extraer.

Figura 6

Portamuestra con MBL compactado y curado aun sin extraer.



El envejecimiento en condiciones reales del MBL se logró mediante la realización de trenes de pruebas, donde el material fue expuesto al sol y la humedad. Durante este proceso, se

llevó a cabo la compactación y curado del material. Esta fase del estudio permitió obtener datos sobre cómo el MBL se degrada y cambia bajo la influencia de los elementos naturales y el tráfico vehicular. En la Figura 7 se observa la muestra que sale del RTFO.

Figura 7

Recipientes con muestra obtenida del RTFO.

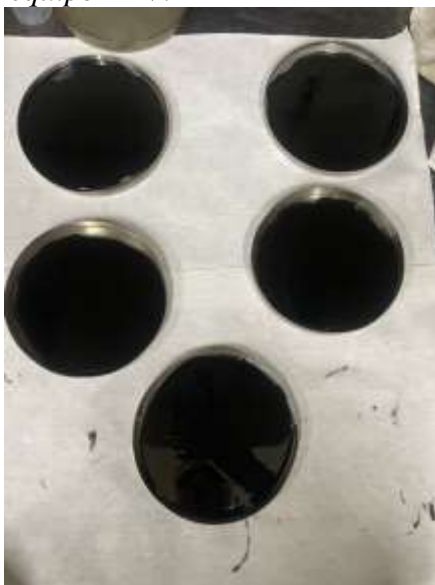


Además, se empleó el método RTFO para simular el envejecimiento a corto plazo del MBL. A través de numerosos ensayos realizados a diferentes condiciones de tiempo y temperatura, se determinó que el proceso de envejecimiento más representativo sería someter el MBL al RTFO durante 16 horas. Este hallazgo fue importante, ya que proporcionó una forma de simular el envejecimiento del MBL de manera más eficiente y controlada en el laboratorio, permitiendo lograr establecer una correspondencia significativa entre el MBL envejecido en condiciones reales y el MBL envejecido en el RTFO durante 16 horas. Esta relación se basó en análisis de la curva reológica del MBL, que reveló similitudes sorprendentes entre ambos tipos de envejecimiento. Esta alineación entre los resultados obtenidos en el campo y en laboratorio es un logro importante en la investigación de materiales bituminosos, ya que valida la utilidad y la

relevancia de las simulaciones en el estudio del envejecimiento del MBL. En la Figura 8 se observa la muestra obtenida del PAV.

Figura 8

Bandejas con muestra obtenida del equipo PAV.



El envejecimiento a largo plazo del MBL se abordó a través del método PAV. Después de envejecer el MBL en el RTFO durante 16 horas, se sometió a un proceso adicional de envejecimiento en el PAV para simular condiciones más extremas y prolongadas. Los resultados obtenidos de esta fase del estudio proporcionaron una visión más completa y detallada de cómo el MBL evoluciona y se deteriora con el tiempo.

En resumen, esta parte del estudio ha destacado la importancia de combinar métodos de envejecimiento del MBL en condiciones reales y simulaciones en laboratorio para obtener una comprensión integral del comportamiento de este material novedoso en las estabilizaciones granulares para vías terciarias. La capacidad de reproducir de manera confiable y controlada el envejecimiento del MBL en el laboratorio, especialmente a través del método RTFO, representa un avance significativo en la ingeniería y sienta las bases para futuras investigaciones. Las

muestras envejecidas en RTFO y PAV fueron caracterizadas mediante la ejecución de los ensayos detallados en la Tabla 1.

4.1.3 Evaluación del envejecimiento del MBL

Una vez que se obtuvieron los resultados de caracterización, se evaluó el comportamiento de las muestras de MBL antes y después de someterlas a los ensayos de envejecimiento, analizando los cambios en las propiedades fisicoquímicas y reológicas de todas las muestras analizadas. Como en el caso de la rigidez y la deformación elástica que son propiedades que se evalúan a través del equipo DSR aplicando fuerzas repetidas a muestras de ligante y registrando su rigidez como su capacidad de recuperación elástica.

Al analizar la rigidez, podemos evaluar la resistencia del ligante a deformaciones bajo carga, lo que nos ayuda a comprender cómo el ligante resiste la formación de grietas y deformaciones permanentes. Por otro lado, la capacidad de recuperación elástica muestra la habilidad del ligante para mantener su estructura después de la aplicación de esfuerzos asegurando la estabilidad de la capa asfáltica a lo largo del tiempo y en condiciones variables, como cambios de temperatura y tráfico.

5. Resultados

Teniendo en cuenta que en este trabajo se abordaron diferentes muestras, cada una con características y condiciones de tratamiento específicos, con el fin de lograr una comprensión clara y precisa de los resultados obtenidos, es necesario definir de manera explícita el nombre asignado a cada una y los tratamientos a los que fueron sometidas.

El término "MBL original" se refiere a la muestra en su estado inicial, sin alteraciones. "original sin sólidos" indica que se le extrajeron los sólidos inorgánicos de la muestra original. Por otro lado, "mezcla residual" describe una muestra parcialmente curada de la mezcla de MBL

con agregados pétreos de la cual se ha extraído el ligante. También se incluyen muestras "compactadas y curadas", sujetas a compactación y curado antes de la extracción del ligante.

Además, se estudian muestras originales envejecidas mediante el método RTFO y aquellas donde se han eliminado previamente los sólidos inorgánicos. Por último, se analizan muestras originales (previamente envejecidas en RTFO) envejecidas mediante el método PAV, tanto con y sin la presencia de sólidos inorgánicos.

5.1 Caracterización fisicoquímica y reológica del MBL

La tabla 2 presenta los resultados de la caracterización tanto del material base MBL original como de la muestra original a la que se le extrajeron los sólidos inorgánicos.

Tabla 2

Resultados de caracterización del MBL original

ENSAYO	MÉTODO	MBL ORIGINAL	ORIGINAL SIN SÓLIDOS
Insoluble en n-Heptano [% NHI]	INV-E	18,2%	13,4%
Solubilidad en tricloroetileno [% TCE]	INV E-713	89,4%	96,9%
Contenido de agua	INV E-704	-	-
% Cenizas	INV E-705	10,08%	0,63%
Densidad [g/ml]	INV-E-707	1,10	1,03

Los resultados del ensayo insolubles en n-heptano se presentan expresados como el porcentaje de NHI, que generalmente representa la fracción de asfaltenos. Sin embargo, es importante destacar que, en este caso específico, el porcentaje de NHI incluye tanto los asfaltenos como los sólidos inorgánicos quedando estos retenidos en la muestra de insolubles. Se

observa para la muestra original un mayor nivel de material insoluble, del 18,2%, y para la muestra evaluada retirando los sólidos inorgánicos se obtuvo un valor de 13,4%, Esta diferencia sugiere que una parte del material insoluble en la muestra original puede estar compuesta por sólidos inorgánicos, los cuales fueron removidos en la muestra original sin sólidos.

Por otro lado, los resultados para el ensayo de solubilidad en tricloroetileno (TCE) muestran que la cantidad de MBL soluble en TCE varía. La muestra original tuvo un 89,4% de solubilidad, mientras que la muestra sin sólidos dio como resultado 96,9% sugiriendo que las diferencias reflejadas hacen parte a la extracción de los sólidos inorgánicos.

La prueba de contenido de cenizas en el MBL revela variaciones significativas en los porcentajes. La muestra original exhibe un contenido notablemente alto de cenizas, relacionado a la presencia de materiales inorgánicos. Sin embargo, el proceso de eliminación de sólidos en la muestra original sin sólidos demuestra ser efectivo, evidenciando una reducción en el contenido de cenizas.

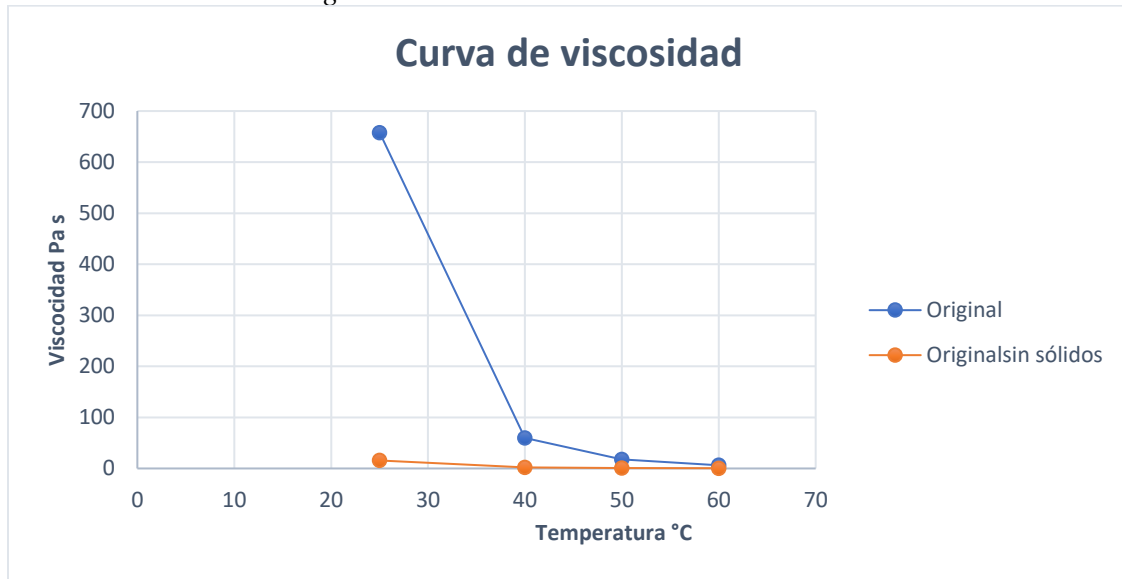
Los resultados de la prueba de densidad en el MBL revelan una muestra original con una densidad de 1,10 g/ml, indicando una mayor presencia de sólidos. La muestra original sin sólidos presenta una densidad de 1,03 g/ml, sugiriendo la afectación de los sólidos inorgánicos en la densidad del material. Por otra parte, no hay presencia de agua ya que el MBL es obtenido de un proceso en donde se somete a tratamiento térmico a temperaturas que pueden alcanzar los 180°C por varias horas.

Las curvas de viscosidad para las muestras originales se presentan en la Figura 9. Los resultados de la prueba de viscosidad a 25°C en el MBL revelan variaciones significativas en la consistencia del material bajo diferentes condiciones y tratamientos. La muestra original exhibe una viscosidad sustancialmente alta de 657,93 Pa s, indicando una resistencia al flujo

considerable. En contraste, la eliminación de sólidos en la muestra original sin sólidos resulta en una drástica disminución de la viscosidad a 15,16 Pa s. lo que sugiere una influencia significativa de los sólidos sobre la viscosidad del material.

Figura 9

Curva de viscosidad del MBL original.



5.2 Envejecimiento del MBL

Se realizó la simulación del envejecimiento mediante los ensayos de RTFO al MBL original a una temperatura de 60°C, ya que esta sería la máxima temperatura que podría alcanzar el material en la aplicación final por la radiación solar. Se realizaron varios ensayos variando el tiempo empleado para evaluar su influencia sobre el envejecimiento del MBL y poder determinar unas condiciones de envejecimiento similares a las que experimentaría en campo. A continuación, se presenta la pérdida de masa en cada ensayo realizado (Tabla 3).

Tabla 3

Resultados de pérdida de masa en RTFO.

TIEMPO [horas]	% PERDIDA DE MASA
-------------------	-------------------

16	1,1
24	1,3
48	1,7

Se observó una pérdida de masa baja en los ensayos, pero se destacan aumentos significativos del 30% y 70% entre las mediciones de 16 a 24 horas y de 24 a 48 horas respectivamente, indicando un envejecimiento notable del MBL. Esta pérdida de masa limitada puede ser considerada positiva, ya que, al aplicar un material muy susceptible a la temperatura, podría resultar en una mayor liberación de hidrocarburos durante el servicio.

Por otro lado, para la realización del envejecimiento a largo plazo en PAV se escogió una muestra que tuviera una similitud en su viscosidad con la muestra envejecida en campo (curada y compactada), esto se logró mediante curvas de viscosidades a las muestras envejecidas por RTFO (Figura 10). Para la realización del ensayo PAV la muestra debe estar previamente envejecida en RTFO. El ensayo se realizó durante 20 horas con una presión de 2,10 MPa.

5.3 Análisis de las propiedades fisicoquímicas y reológicas de las muestras envejecidas

Para analizar los cambios que presentó el MBL con el envejecimiento, se llevó a cabo la caracterización de todas las muestras (Tabla 4).

Tabla 4

Resultados de caracterización de las muestras envejecidas.

ENSAYO	MÉTODO	Mezcla residual	Compactado y curado	RTFO 48h sin sólidos	RTFO 24h sin sólidos	RTFO 16h sin sólidos	PAV 20h sin sólidos
Insoluble en n-Heptano [%NHI]	INV-E	12,2	10,7	14,8	13,0	13,3	15,4

Solubilidad en tricloroetileno [%TCE]	INV E-713	99,9	99,7	97,4	98,3	99,7	97,2
% Cenizas	INV E-705	0,43	0,18	0,73	0,98	0,27	0,41

Los resultados del ensayo insoluble en n-heptano, al ser comparados con los de las muestras originales, revelan que la cantidad de asfaltenos no experimenta un incremento significativo. Este hallazgo es relevante, dado que, en teoría, con el proceso de envejecimiento se esperaría un aumento de asfaltenos por la pérdida de masa. Sin embargo, es importante destacar que, a pesar de la pérdida de masa esta se mantiene en niveles bajos en la simulación de envejecimiento (RTFO), lo que podría impedir el aumento de los asfaltenos.

Petersen y Harnsberger (1998) descubrieron que la oxidación del asfalto sigue un proceso bifásico. Durante la primera fase, se produce una rápida reacción inicial, seguida por una segunda etapa con reacciones más lentas. En la primera fase, el oxígeno interactúa con perhidroaromáticos, formando hidroperóxidos que pueden reaccionar con sulfuros o descomponerse en radicales libres. Durante la fase más lenta, se forman principalmente cetonas y grupos funcionales sulfóxido. La presencia de cetonas durante la oxidación del asfalto está relacionada con un aumento en la concentración de asfaltenos y en la viscosidad del asfalto (Camargo et al., 2020).

Por otro lado, tanto las muestras residuales compactadas y curadas como las sometidas a procesos de envejecimiento, exhibieron niveles significativos de solubilidad en tricloroetileno (%TCE), alcanzando aproximadamente el 99%. Estas variaciones sugieren la presencia de sólidos remanentes en cada muestra, aunque todas extracciones de sólidos se realizaron

utilizando un filtro con diámetro de poro de 1,5 micras no se alcanzaron a retirar todos los sólidos presentes en el material notándose en los resultados de contenido de cenizas. Además, parte de los asfáltenos pueden haber quedado adsorbidos sobre estos sólidos lo que contribuye a las diferencias observadas en la solubilidad entre las muestras.

Las densidades dieron muy similares entre sí, con valores generalmente alrededor de 1,04 g/ml para todas las muestras menos para la muestra original que tenía sólidos inorgánicos y dio 1,10 g/ml un poco más alto, ya que la presencia de sólidos inorgánicos afecta la densidad del material.

5.3.1 S.A.R.A

El análisis S.A.R.A. (saturados, aromáticos, resinas y asfáltenos) es una evaluación de la composición química diseñada para determinar, mediante la separación de grupos funcionales, la clasificación del MBL ya sea sólido o fluido (Tabla 5).

Tabla 5

Resultados del análisis SARA

MBL	SATURADOS	AROMÁTICOS	RESINAS	ASFALTENOS
Original	20,65	37,86	25,15	16,34
sin solidos				
RTFO	23,88	41,72	17,84	16,56
sin solidos				
Compactado	31,6	25,28	27,75	15,38
y curado				

Al analizar los resultados del análisis SARA, se observan diferencias en la composición química entre las muestras original, sometida al procedimiento RTFO y la compactada y curada.

En la muestra original, se observa una proporción relativamente mayor de aromáticos y resinas en comparación con los saturados y asfaltenos, indicando una posible influencia en la polaridad y el peso molecular del material, por lo tanto, esta muestra está en un punto intermedio entre la fluidez y la solidez. La presencia de asfaltenos y resinas podrían hacer el material más sólido ya que estos compuestos son de alto peso molecular y mayor polaridad que contribuyen a la rigidez del material (Camargo et al., 2020).

Por otro lado, la muestra envejecida en RTFO muestra un aumento en la proporción de aromáticos y una disminución de resinas en comparación con la muestra original. Este cambio podría hacer que el MBL sea más fluido ya que tienen propiedades que tienden a hacer que el material sea más fluido, debido a su menor peso molecular. Sin embargo, el aumento de los aromáticos puede ser debido a que estos componentes cuando se someten a temperatura pueden desplazarse a aromáticos (Sirin et al., 2018).

En contraste, la muestra compactada y curada muestra un aumento significativo en la proporción de saturados y las resinas en comparación con la muestra original. Este cambio sugiere un MBL más sólido, dado que estos compuestos son de alto peso molecular y mayor polaridad, lo que contribuye a la rigidez del material. (Camargo et al., 2020).

La elevada polaridad de los asfaltenos y resinas conduce a una intensa atracción intermolecular entre moléculas con características polares. Esta atracción más fuerte entre las moléculas resulta en una mayor rigidez del material. Además, el incremento de los asfaltenos y resinas durante el proceso de envejecimiento del ligante asfáltico promueve la aglomeración de las moléculas, lo que puede ocasionar el endurecimiento de los ligantes asfálticos (Camargo et al., 2020).

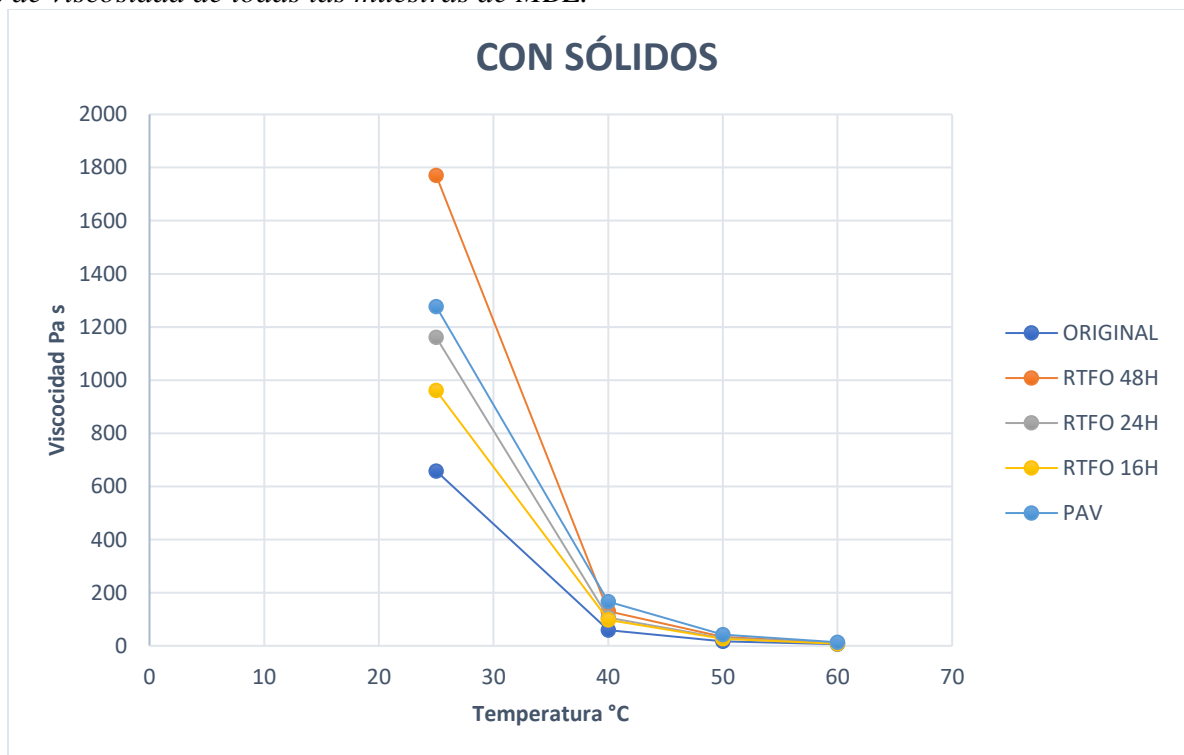
Los cambios en las composiciones pueden atribuirse a procesos de oxidación y pérdida de volátiles durante el envejecimiento, ya que estos procesos modifican la proporción de los componentes del MBL lo que afecta sus propiedades físicas y su comportamiento.

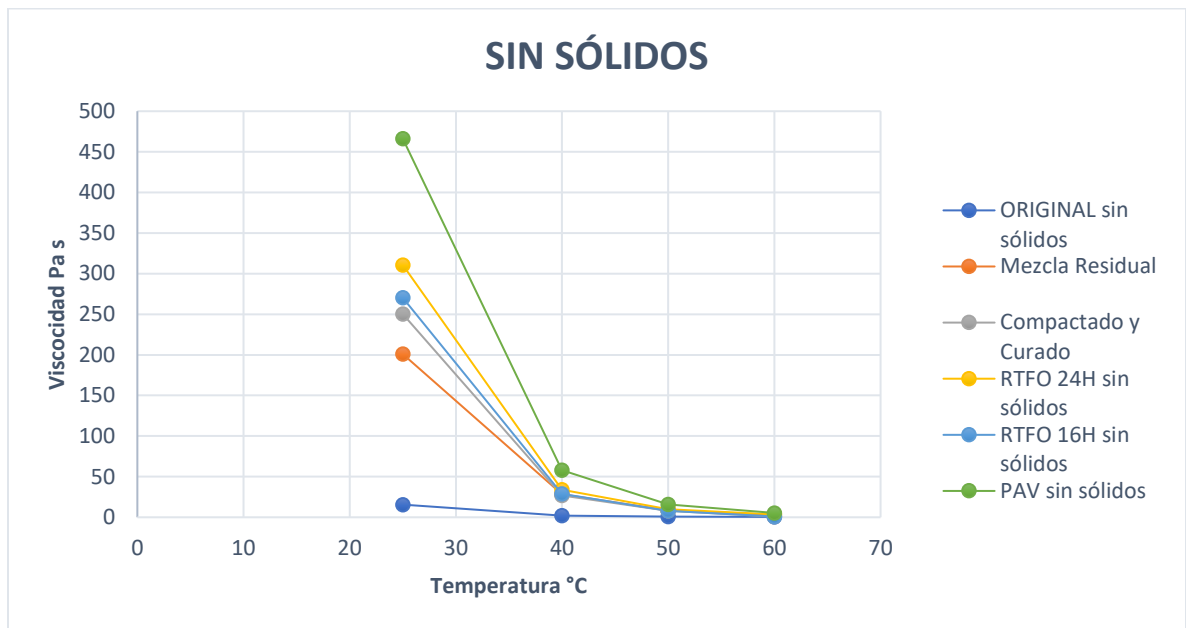
5.3.2 Viscosidad

Se llevó a cabo la prueba de la viscosidad en diversas muestras envejecidas de MBL, considerando la novedad de este material y la falta de información en la literatura. Las curvas de viscosidad se expresan en la Figura 10.

Figura 10

Curvas de viscosidad de todas las muestras de MBL.





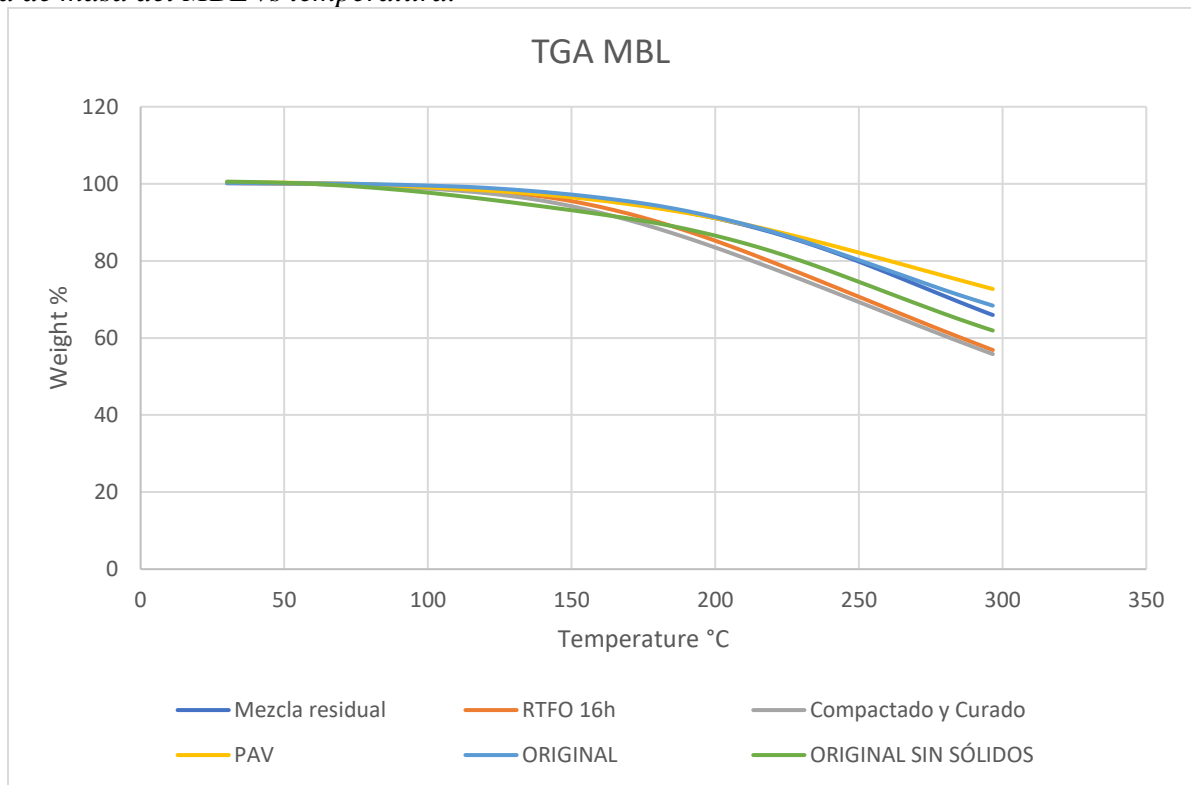
En las curvas de viscosidad de las muestras analizadas con sólidos y sin sólidos se evidencia el efecto que tienen los mismos sobre la viscosidad al disminuir más del 50% en los valores de las viscosidades. La presencia de sólidos inorgánicos en estas mezclas se destaca como un componente clave en el proceso de envejecimiento, contribuyendo a fortalecer la estructura molecular de la mezcla. La viscosidad es mayor para las muestras con sólidos inorgánicos debido a la interacción física entre estos sólidos y el ligante asfáltico. Esta interacción incrementa la cohesión de la mezcla y, en consecuencia, su rigidez y viscosidad.

Por otro lado, se evidencia un aumento en la viscosidad a medida que las muestras son envejecidas como el caso de las muestras que fueron envejecidas en el RTFO, a medida que se extiende el tiempo en el ensayo RTFO aumenta la viscosidad. Sin embargo, se pudo notar en las gráficas que a medida que aumenta la temperatura las diferencias entre las viscosidades se reduce notablemente, incluso al llegar a la máxima temperatura del MBL en servicio (60°C) las diferencias no son tan significativas, lo que sugiere una baja susceptibilidad a la temperatura y similitud en la composición incluso después de ser envejecidos.

Los resultados confirman la expectativa de que las muestras más envejecidas exhiben mayor viscosidad bajas temperaturas, específicamente a 25°C, respaldando así la idea de que el envejecimiento tiene un impacto en las propiedades viscosas de todos los materiales. Además, al comparar el envejecimiento simulado en campo (compactado y curado) con el envejecimiento simulado a corto plazo (RTFO a 16h sin sólidos), la similitud en los perfiles de viscosidad entre estas dos condiciones indica una robusta capacidad de replicación de las circunstancias de envejecimiento en un entorno controlado, subrayando la utilidad de las simulaciones para comprender y prever el comportamiento de las mezclas con agregados en condiciones reales.

5.3.3 Análisis Termogravimétrico

Se utilizó el método termogravimétrico para evaluar la estabilidad térmica del MBL. Los resultados revelaron detalles sobre la descomposición térmica del MBL, resaltando la pérdida de masa asociada con la eliminación de compuestos volátiles y la formación de residuos sólidos. Los resultados se presentan en las Figura 11.

Figura 11*Pérdida de masa del MBL vs temperatura.*

El análisis comparativo de las curvas de pérdida de masa respecto a la temperatura (°C) revela notables diferencias entre las muestras evaluadas. Se evidencia una pérdida de masa a medida que aumenta la temperatura con un máximo cercano al 35% en peso, en el intervalo térmico de 30 a 300 °C. Esta disminución sugiere la posible liberación de componentes volátiles o la descomposición de materiales orgánicos presentes en el material.

Por otro lado, tomando como referencia el asfalto convencional, de acuerdo con estudios previos y normativas establecidas, para el adecuado mezclado con los agregados se debe calentar hasta lograr una disminución en la viscosidad por debajo de los 150 Pa s. Para el MBL estos valores se alcanzarían en un intervalo de temperatura entre 35°C y 40°C. De acuerdo con los resultados presentados en la Figura 11, se observa que en este rango de temperatura el material

no presenta una disminución en la pérdida de masa, lo cual es muy positivo para la aplicación final. Además, analizando los intervalos de temperatura se evidencia que a la temperatura máxima a la cual el MBL podría estar en servicio (60 °C aproximadamente), el material es muy estable térmicamente, incluso solo se presenta una pérdida de masa significativa después de los 100 °C. Este comportamiento representa una ventaja significativa para su aplicación final, ya que al MBL no se presentará liberación de hidrocarburos al ambiente durante su aplicación y en servicio.

5.3.4 Evaluación de propiedades reológicas

Se evaluaron las propiedades reológicas para las diferentes muestras de ligante obtenidas, tanto originales como envejecidas, bajo diferentes condiciones empleando el DSR. El procedimiento se usó para medir el módulo complejo de corte (G^*) y el ángulo de fase (δ) del material bituminoso ligante. Los resultados de los ensayos se presentan de manera detallada en las Tablas 6, 7 y 8. Además se ejecutó el ensayo de Creep-Recovery para algunas muestras (Figuras 12, 13, 14, y 15). Los ensayos fueron ejecutados siguiendo la norma NTC 5340 (ICONTEC, 2019).

Tabla 6

Ensayo de DSR a muestra original y sin sólidos inorgánicos.

ORIGINAL			
Temperatura (°C)	G^* (kPa)	δ (grados)	$G^*/\text{Sen } \delta$ (kPa)
28	3,996	85,847	4,007
34	1,653	87,118	1,655
40	0,738	88,018	0,738
SIN SÓLIDOS			
Temperatura (°C)	G^* (kPa)	δ (grados)	$G^*/\text{Sen } \delta$ (kPa)

28	0,947	86,437	0,949
34	0,429	87,472	0,429
40	0,207	88,021	0,207

Se observa una disminución en el módulo elástico (G^*) a medida que la temperatura aumenta, indicando una reducción en la rigidez de todos los materiales. El ángulo de fase (δ) se mantiene relativamente constante para todas las temperaturas en ambas muestras, sugiriendo que la presencia de sólidos inorgánicos no ha tenido un impacto significativo en la relación entre la parte elástica y viscosa del comportamiento del ligante. Además, el módulo complejo ($G^*/\text{Sen } \delta$) también muestra una tendencia a disminuir con el aumento de la temperatura en ambas muestras, lo que sugiere una disminución en la rigidez global de los materiales. Por otro lado, los materiales deberían presentar susceptibilidad a deformaciones al tener un ángulo de fase muy alto cercanos al 90° .

Tabla 7

Ensayo de DSR a muestras envejecidas en RTFO y compactada y curada.

COMPACTADO Y CURADO			
Temperatura (°C)	G^* (kPa)	δ (grados)	$G^*/\text{Sen } \delta$ (kPa)
28	2,082	85,926	2,087
34	0,855	87,32	0,856
40	0,372	88,305	0,372
ENVEJECIDO RTFO			
Temperatura (°C)	G^* (kPa)	δ (grados)	$G^*/\text{Sen } \delta$ (kPa)
28	8,774	84,370	8,816
34	3,391	86,083	3,399

40	1,405	87,402	1,407
ENVEJECIDO RTFO SIN SÓLIDOS			
Temperatura (°C)	G* (kPa)	δ (grados)	G*/Sen δ (kPa)
28	4,031	85,225	4,045
34	1,592	86,688	1,594
40	0,673	87,831	0,673

Tabla 8

Ensayo de DSR a muestras envejecidas en PAV.

ENVEJECIDO PAV			
Temperatura (°C)	G* (kPa)	δ (grados)	G*/Sen δ (kPa)
28	8,922	83,423	8,981
34	3,487	85,324	3,499
40	1,456	86,775	1,458
ENVEJECIDO PAV SIN SÓLIDOS			
Temperatura (°C)	G* (kPa)	δ (grados)	G*/Sen δ (kPa)
28	4,686	84,199	4,711
34	1,860	85,901	1,864
40	0,783	87,237	0,784

En la literatura se presentan unos valores límites de estas propiedades para el asfalto convencional 60/70 empleando ampliamente a nivel mundial en pavimentos flexibles y para tratamientos superficiales. De acuerdo con los valores reportados, la relación $G^*/\text{Sen } \delta$ mínima a una temperatura determinada debe ser de 1,0 kPa, para envejecidos en película delgada RTFO el mínimo es de 2,2 kPa, y para el envejecimiento en PAV se reporta un valor máximo de 5000

kPa. Esto para asegurar un buen desempeño del material durante el tiempo de servicio y prevenir fallas por ahuellamiento o fatiga (ICONTEC, 2019). Sin embargo, al no disponer de información en la literatura para el MBL solo como ejercicio de análisis los valores obtenidos se compararán con los reportados para asfaltos convencionales, con la salvedad de que muy seguramente los valores límite para el MBL serán menores al ser un material de menor viscosidad y con solicitaciones del tráfico en servicio mucho menores que las de un asfalto convencional empleado para la fabricación de pavimentos flexibles.

Para las muestras envejecidas en RTFO y compactadas y curadas, se observa una tendencia hacia la disminución en el módulo elástico (G^*) a medida que la temperatura aumenta tanto en las muestras originales como en las muestras sin sólidos. Esto indica una reducción en la rigidez del material con el aumento de la temperatura. Además, el ángulo de fase (δ) parece mantenerse relativamente constante en todas las temperaturas para ambas condiciones de muestra. Asimismo, el módulo complejo ($G^*/\text{Sen } \delta$) también muestra una tendencia a disminuir con el aumento de la temperatura, indicando una disminución en la rigidez global del material. Observando los resultados a la temperatura máxima que estará en servicio el material, se puede inferir que el MBL envejecido RTFO sin sólidos es menos rígido en comparación con el MBL envejecido RTFO, lo que puede resultar en una mayor deformación permanente y una menor resistencia a las cargas de servicio.

Por otro lado, para las muestras envejecidas en PAV, se observa un patrón similar de disminución en el módulo elástico (G^*) con el aumento de la temperatura tanto en las muestras originales como en las muestras sin sólidos. Al igual que en el caso anterior, el ángulo de fase (δ) parece mantenerse constante en todas las temperaturas para ambas condiciones de muestra. El

módulo complejo ($G^*/\text{Sen } \delta$) muestra una tendencia a disminuir con el aumento de la temperatura, indicando una disminución en la rigidez global del material en estas condiciones.

Aunque ambos materiales envejecidos en PAV muestran una componente viscosa dominante en su comportamiento, lo que indica una susceptibilidad a la deformación permanente, la mayor rigidez del material envejecido en PAV con sólidos puede proporcionar una mejor resistencia estructural y una mayor capacidad para mantener la forma y la integridad del material durante su desempeño en servicio. En resumen, el envejecimiento a largo plazo simulado por el ensayo PAV puede tener diferentes efectos en el desempeño del MBL dependiendo de la presencia de los sólidos inorgánicos en su composición.

De otra parte, para las muestras envejecidas tanto en RTFO como en PAV, al evaluarlas mediante el ensayo de creep-recovery, se observó una recuperación de la deformación más rápida en comparación con la muestra original en todas las condiciones de temperatura y presión de carga como se observa en la Figuras 12, 13, 14, y 15. Las muestras ensayadas a 40°C presentan una recuperación de deformación más rápida que las muestras ensayadas a 28°C, independientemente de la presión de carga aplicada y el estado de envejecimiento. Sin embargo, la diferencia en la velocidad de recuperación entre las muestras envejecidas y originales es más pronunciada a 40°C que a 28°C. Este hallazgo indica que la temperatura puede influir significativamente en las propiedades de recuperación de deformación de las muestras de MBL. Estos resultados son importantes para comprender cómo diferentes condiciones de envejecimiento y temperatura pueden afectar las propiedades de los materiales en servicio y, por lo tanto, su desempeño en aplicaciones prácticas.

Figura 12

Creep-Recovery 28°C y 100Pa.

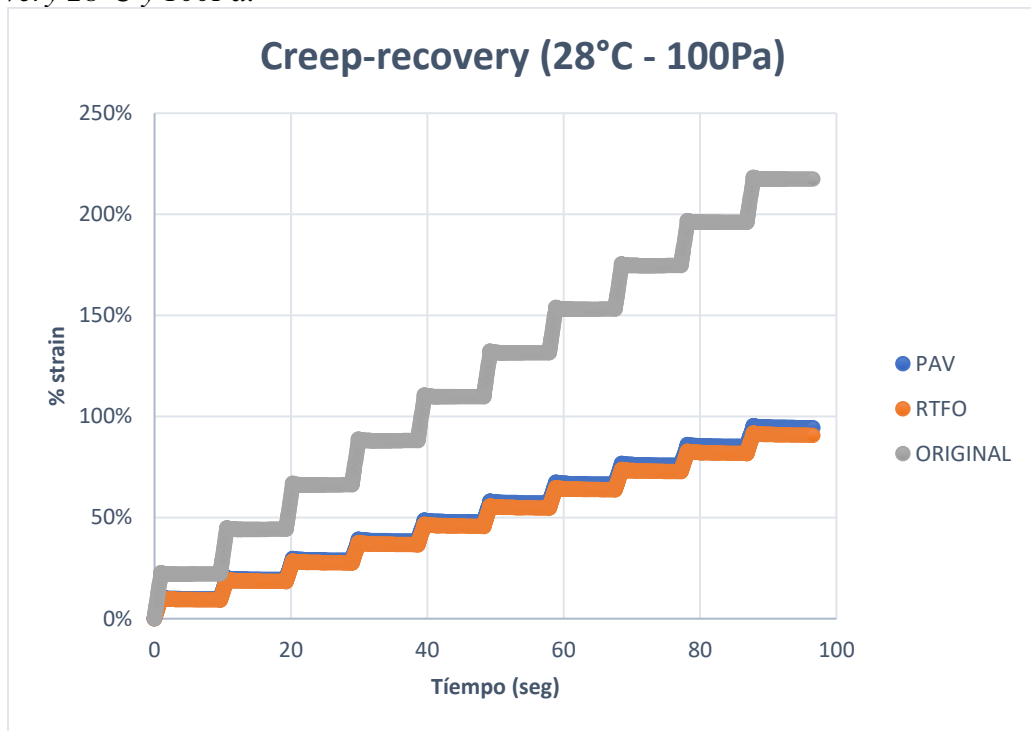


Figura 13

Creep-Recovery 28°C y 2000Pa.

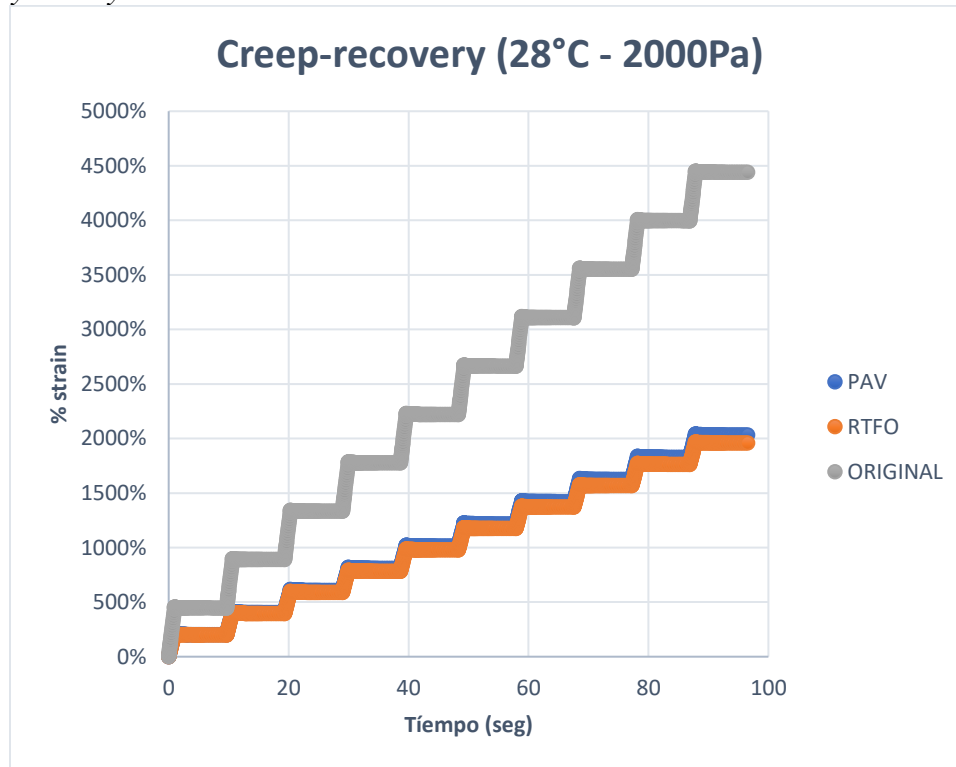


Figura 14

Creep-Recovery 40°C y 100Pa.

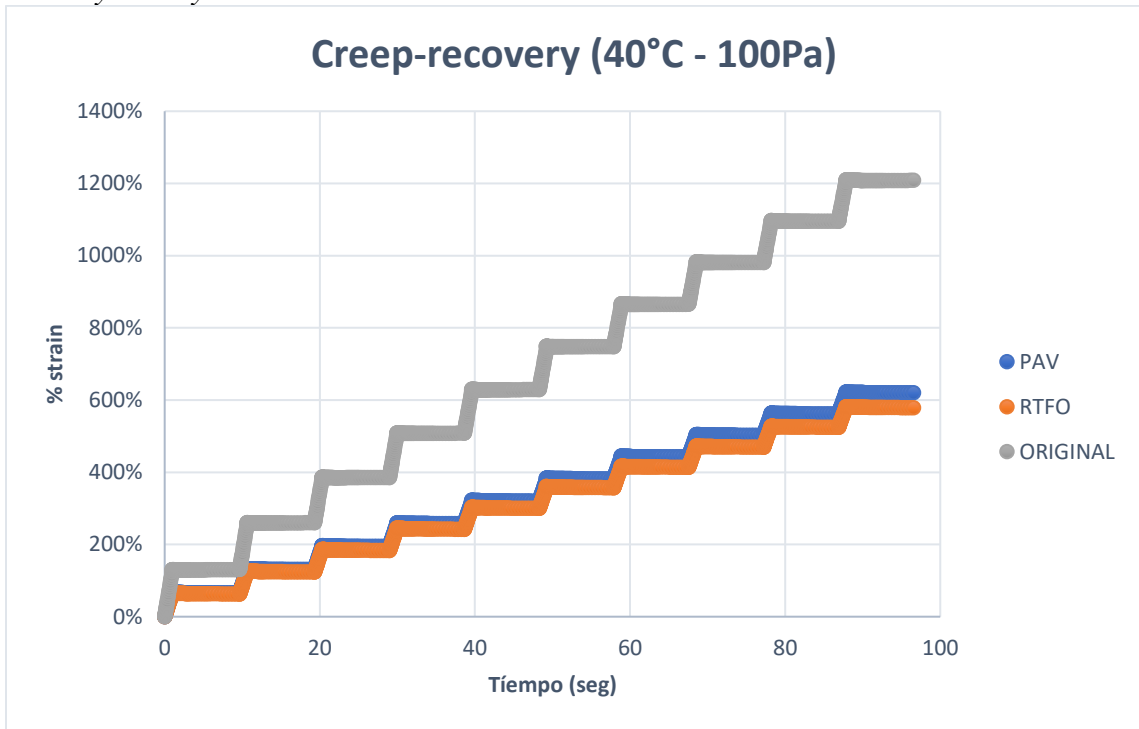
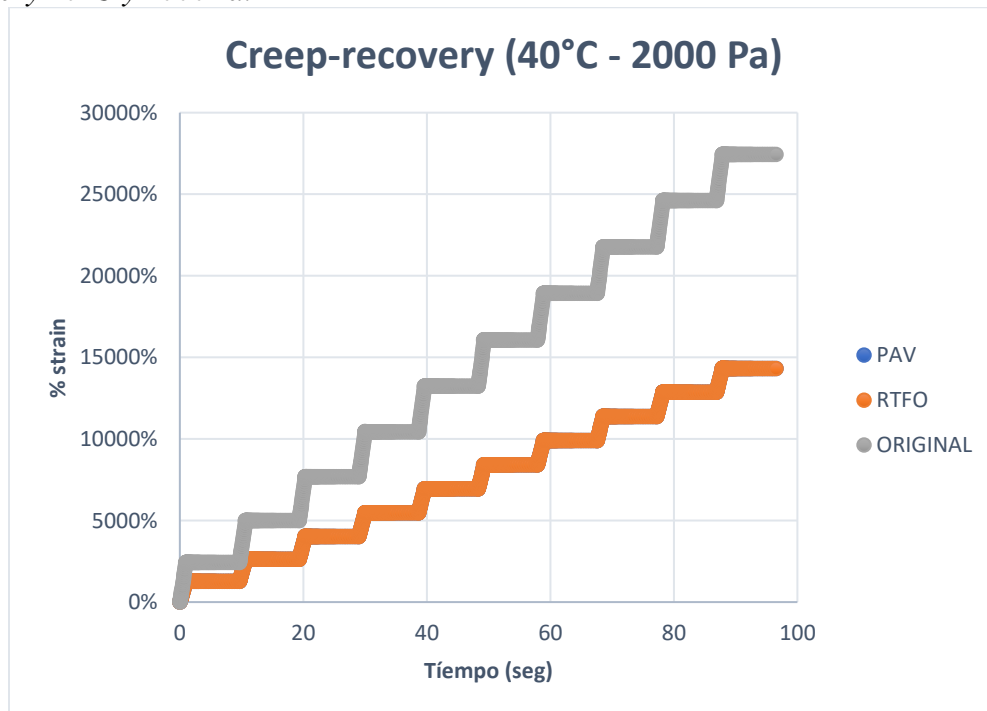


Figura 15

Creep-Recovery 40°C y 2000Pa.



6. Conclusiones

Al concluir el estudio de las propiedades reológicas y de caracterización del MBL se identificó que el contenido de asfaltenos, solubilidad en tricloroetileno, análisis SARA, densidad, modulo complejo y viscosidad son los factores que más influyen en su envejecimiento. Además, la composición química del MBL, especialmente la proporción SARA, afecta su comportamiento reológico y resistencia estructural. Por otro lado, la comparación de las curvas de viscosidad de los materiales con solidos inorgánicos y sin solidos inorgánicos evidenciaron una disminución significativa entre las viscosidades de las muestras antes de envejecer y después de envejecer resaltando el efecto que tienen los sólidos inorgánicos sobre la viscosidad.

Teniendo en cuenta la información presentada de caracterización para las diferentes muestras analizadas y las condiciones de envejecimiento evaluadas, al comparar los resultados obtenidos para las muestras envejecidas en laboratorio con los resultados de las muestras extraídas de campo, se evidencia que es posible alcanzar el mismo grado de envejecimiento sometiendo el MBL a tratamiento térmico en RTFO durante 16 horas. Se considera que bajo estas condiciones se logra simular las condiciones reales a las que estaría expuesto el ligante durante los procesos de calentamiento, mezclado, curado y compactación para su aplicación final para estabilización de bases granulares en vías terciarias.

En conclusión, el análisis de las propiedades fisicoquímicas del material bituminoso ligante (MBL) reveló cambios significativos durante el proceso de envejecimiento. La reducción en la cantidad de asfaltenos y el aumento en la proporción de componentes aromáticos y resinas sugieren una transformación en la composición química del MBL, lo que puede afectar su fluidez y estabilidad. Por otro lado, en términos de propiedades reológicas, se registró una disminución en la rigidez del material con el aumento de la temperatura en todas las muestras

envejecidas, lo que sugiere que el material será menos rígido a la temperatura de servicio y podría presentar problemas de ahuellamiento, lo que afectaría su desempeño.

Los resultados obtenidos en los ensayos de análisis termogravimétrico establecieron que el material a la temperatura de aplicación y la temperatura máxima que va a alcanzar durante el servicio el MBL va a ser estable térmicamente.

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>
- Alarcón, J., Jiménez, M., & Benítez, R. (2020). Estabilización de suelos mediante el uso de lodos aceitoso. *Revista Ingeniería de Construcción*, 35(1), 5–20. <https://doi.org/10.4067/S0718-50732020000100005>
- Ardila, A. (2012). *Envejecimiento de Mezclas Asfálticas 60-70 y 80-100 a largo plazo*.
- Camargo, I. G. D. N., Hofko, B., Mirwald, J., & Grothe, H. (2020). Effect of thermal and oxidative aging on asphalt binders rheology and chemical composition. *Materials*, 13(19), 1–21. <https://doi.org/10.3390/ma13194438>
- Cambio climático: El ser humano ha calentado el planeta a un nivel nunca visto en los últimos 2000 años. (2021, August 9). *Naciones Unidas*. <https://news.un.org/es/story/2021/08/1495262>
- Fernandez, J. A. (1983). *Pavimentos bituminosos en frío*. https://books.google.es/books?hl=es&lr&id=VvBi0Ap_DZ0C&oi=fnd&pg=PR16&dq=ligantes+bituminosos+&ots=RkT-GQf6Uz&sig=-WhEPBvM8SRbWJnMjf4_JIvwPuQ&pli=1#v=onepage&q&f=false
- Fernández-Gómez, W., Rondón, H., & Reyes, F. (2011). *Envejecimiento de asfaltos y mezclas asfálticas: estado del conocimiento*. <https://es.scribd.com/doc/112503071/Envejecimiento-de-asfaltos-y-mezclas-asfalticas>
- Fransesqui, M., & Giuliani, F. (2007). *Nuevas especificaciones europeas para la caracterización de betunes asfálticos frente a las deformaciones plásticas*.

Generación y Manejo de Residuos. (2023, February 10). ECOPETROL.

<https://www.ecopetrol.com.co/wps/portal/Home/sostecnibilidad/ambiental/gestion-de-residuos/resultados-2021>

Herrera San Román, T. I. (2007). *Método de diseño y construcción de la lechada asfáltica*

“*Slurry Seal*” [Universidad Andrés Bello].

<https://repositorio.unab.cl/xmlui/handle/ria/13914>

ICONTEC. (2019). *NTC 3540.*

INVIAS E-720-13. (2012). *EFFECTO DEL CALOR Y DEL AIRE SOBRE EL ASFALTO EN*

LÁMINA DELGADA Y ROTATORIA INV E-720-13.

INVIAS E-751-13. (2012). *MÉTODO DE ENVEJECIMIENTO ACELERADO DE LIGANTES*

ASFÁLTICOS UTILIZANDO UNA CÁMARA DE ENVEJECIMIENTO A PRESIÓN (PAV)

INV E-751-13.

Jimenez, P. (n.d.). *LIGANTES BITUMINOSOS: PROCEDENCIA, COMPOSICION,*

CARACTERISTICAS Y COMPORTAMIENTO.

Johnson, O. A., Napiyah, M., & Kamaruddin, I. (2014). Potential uses of Waste Sludge in

Construction Industry: A Review. *Research Journal of Applied Sciences, Engineering and*

Technology, 8(4), 565–570. <http://www.rmrc.unh.edu/Partners/User>

Lagos-Varas, M., & Quesada, D. M. (2019). *Estudio del comportamiento reológico de mezclas y*

ligantes asfálticos utilizando modelos de viscoelasticidad fraccionaria.

<https://www.researchgate.net/publication/352064561>

Lagos-Varas, M., Quesada, D. M., & Arenas, J. P. (2019). *Estudio del comportamiento reológico*

de mezclas y ligantes asfálticos utilizando modelos de viscoelasticidad fraccionaria.

<https://www.researchgate.net/publication/352064561>

Leiva, F. (2004). *LABORATORIO NACIONAL DE MATERIALES Y MODELOS ESTRUCTURALES MODULO DINAMICO DE MEZCLAS ASFALTICAS*.

Loor, M. (2021). *FACULTAD DE INGENIERÍA CARRERA DE INGENIERÍA CIVIL TEMA*.
Universidad Católica de Santiago de Guayaquil.

Multinsa. (2019). *¿Qué son mezclas asfálticas?* <https://www.multinsa.com/que-son-mezclas-asfalticas/>

Navarro, J. D. (2019). *FORMULACIÓN DE UNA MEZCLA PARA EL MANTENIMIENTO DE VÍAS Terciarias a partir de sedimentos con hidrocarburos, material granular e hidróxido de calcio* [Universidad Pontificia Bolivariana].
<https://repository.upb.edu.co/bitstream/handle/20.500.11912/8548/39273.pdf?sequence=1&isAllowed=y>

Otero, A. V. (2011). *CIENCIA Y TECNOLOGIA DE LOS MATERIALES*.

Parkash, S. (2003). Refining Processes Handbook. In *Refining Processes Handbook*. Elsevier.
<https://doi.org/10.1016/B978-0-7506-7721-9.X5000-2>

Razali, M. N., Isa, S. N. E. M., Salehan, N. A. M., Musa, M., Aziz, M. A. A., Nour, A. H., & Yunus, R. M. (2019). Formulation of Emulsified Modification Bitumen from Industrial Wastes. *Indonesian Journal of Chemistry*, 20(1), 96–104. <https://doi.org/10.22146/ijc.40888>

Rondón, J. (2021). *ENVEJECIMIENTO DE ASFALTOS Y MEZCLAS ASFÁLTICAS: REVISIÓN TEÓRICA*.

Sirin, O., Paul, D. K., & Kassem, E. (2018). State of the Art Study on Aging of Asphalt Mixtures and Use of Antioxidant Additives. In *Advances in Civil Engineering* (Vol. 2018). Hindawi Limited. <https://doi.org/10.1155/2018/3428961>