

Evaluación del envejecimiento a corto plazo de materiales ligantes de baja viscosidad

Merlin Estefani Santos Luna y Angie Juliana Sandoval Herrera

Trabajo de grado para optar el título de Ingeniero Químico

Modalidad de Trabajo de Investigación

Directora

Yuly Fernanda López Contreras

Doctora en Ingeniería Química

Codirector

Ramiro Martínez Rey

Doctor en Ingeniería Química

Universidad Industrial De Santander

Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas

Escuela de Ingeniería Química

Bucaramanga

2024

ENVEJECIMIENTO A CORTO PLAZO DE MATERIALES LIGANTES DE BAJA VISCOSIDAD

Dedicatoria

A Dios, por darme sabiduría y fortaleza para lograr una meta más. A mi familia, en especial a mis queridos padres, Alfredo Santos y Rosalba Luna, por ser mi mayor inspiración. Gracias por su sacrificio, su amor incondicional y por enseñarme el valor de la perseverancia. A mis hermanas, Karen, Ingrid y Danna, quienes, con sus palabras de ánimo y sonrisas, me han dado fuerzas en los momentos más difíciles. Cada paso que doy está lleno de su amor, y por eso, este logro es también de ustedes.

Merlin Estefani Santos Luna

A mis queridos padres, Pedro Sandoval y Flor Herrera, por su amor incondicional, sus sabias enseñanzas y por estar siempre a mi lado, dándome fortaleza para seguir adelante. A mis hermanos Andrés, Juan y Paula, cuya constante compañía, apoyo y motivación me impulsaron a alcanzar este objetivo. Su confianza en mí ha sido una fuente invaluable de inspiración. Este logro es tan suyo como mío, pues sin ustedes no habría sido posible.

Angie Juliana Sandoval Herrera

ENVEJECIMIENTO A CORTO PLAZO DE MATERIALES LIGANTES DE BAJA VISCOSIDAD

Agradecimientos

A Dios, por ser la luz que nos ha guiado en cada paso de este camino, por darnos la fortaleza en los momentos difíciles y por bendecirnos con la perseverancia necesaria para alcanzar este logro. A nuestras familias, por ser nuestra fuente inagotable de amor, apoyo y motivación. A nuestros amigos, que nos acompañaron a lo largo de estos años de carrera, especialmente Wilmer Reyes y Lucia Carrascal, compartiendo momentos inolvidables, apoyándonos en cada desafío y celebrando juntos cada logro. Al Ingeniero Diego Duque y la Ingeniera Cristina Rivero gracias por su valiosa orientación y enseñanza.

A mi compañera de tesis, Merlin Santos, mi más sincero agradecimiento por estar a mi lado en este desafío. Tu dedicación, compromiso y apoyo inquebrantable han sido fundamentales para superar cada obstáculo en este camino. No solo en este proyecto, sino a lo largo de toda la carrera, hemos compartido aprendizajes, esfuerzos y logros. Gracias por tu amistad y por las largas horas de trabajo compartido. Este logro es tanto tuyo como mío.

A mi compañera de tesis y amiga, Angie Sandoval, por compartir este reto conmigo, por su dedicación, esfuerzo y por las largas horas de trabajo conjunto. Este logro es el resultado de nuestra perseverancia y compromiso compartido. Me llevo el valioso regalo de tu amistad, que hizo este camino una experiencia inolvidable.

Finalmente, a la Universidad Industrial de Santander, nuestra segunda casa durante estos años, por brindarnos las herramientas, el conocimiento y el entorno en el que pudimos desarrollarnos como profesionales.

Angie Sandoval y Merlin Santos

ENVEJECIMIENTO A CORTO PLAZO DE MATERIALES LIGANTES DE BAJA VISCOSIDAD

Tabla de contenido

Introducción	11
1. Objetivos.....	13
1.1. Objetivo General	13
1.2. Objetivos Específicos.....	13
2. Marco conceptual.....	14
2.1. Asfalto	14
2.2. Material bituminoso	14
2.3. Lodos aceitosos	15
2.4. Mezclas asfálticas.....	15
2.5. Envejecimiento del asfalto	16
2.5.1. Envejecimiento a corto plazo	16
2.5.1.1. Oxidación.....	16
2.5.1.2. Volatilización	17
2.5.2. Envejecimiento a largo plazo	17
2.6. Módulo de corte dinámico.....	17
2.7. Fenómeno de ahuellamiento.....	18
2.8. Fallo por fatiga	18
2.9. Composición del material bituminoso.....	18
2.9.1. Máltenos	19
2.9.2. Asfaltenos	19
3. Estado del arte.....	19
4. Metodología	21
4.1. Etapa 1: Identificación de los parámetros más influyentes sobre el envejecimiento a corto plazo del MBL	22
4.2. Etapa 2: Envejecimiento del MBL	23
4.3. Etapa 3: Caracterización fisicoquímica y reológica del MBL	23
4.3.1. Determinación de las propiedades reológicas mediante el DSR	24
4.3.2. Viscosidad.....	24

ENVEJECIMIENTO A CORTO PLAZO DE MATERIALES LIGANTES DE BAJA VISCOSIDAD

4.3.3.	Análisis termogravimétrico.....	25
4.3.4.	Espectroscopia de infrarrojo con transformada de Fourier FTIR.....	25
4.3.5.	Cenizas.....	25
4.3.6.	Insolubles en N-heptano.....	26
4.3.7.	Procedimiento extracción de sólidos.....	26
4.3.8.	Método de recuperación de ligantes.....	26
4.4.	Etapas 4: Identificación del grado de envejecimiento.....	27
5.	Resultados.....	27
5.1.	Caracterización del MBL original.....	27
5.1.1.	Insolubles en n-heptano.....	27
5.1.2.	Viscosidad.....	28
5.1.3.	Análisis infrarrojo FTIR.....	29
5.2.	Envejecimiento del MBL.....	30
5.2.1.	Espectroscopia de infrarrojo.....	32
5.2.3.	Análisis termogravimétrico.....	34
5.2.4.	Viscosidad.....	36
5.2.5.	Propiedades reológicas.....	38
5.2.6.	Creep Recovery.....	42
5.2.7.	Índice de envejecimiento.....	44
	Conclusiones.....	46
	Referencias Bibliográficas.....	48

ENVEJECIMIENTO A CORTO PLAZO DE MATERIALES LIGANTES DE BAJA VISCOSIDAD

Lista de tablas

Tabla 1 Caracterización fisicoquímica del MBL original con y sin sólidos.	28
Tabla 2 Caracterización fisicoquímica de los materiales con sólidos envejecidos a corto plazo.	34
Tabla 3 Propiedades reológicas de los MBL originales con sólidos y sin sólidos.	38
Tabla 4 Propiedades reológicas del MBL 1 envejecido a corto plazo.	40
Tabla 5 Propiedades reológicas del MBL 2 envejecido a corto plazo.	41
Tabla 6 Porcentaje de recuperación del MBL 1 envejecido en el ensayo creep-recovery.	43
Tabla 7 Porcentaje de recuperación del MBL 2 envejecido en el ensayo creep-recovery.	44

ENVEJECIMIENTO A CORTO PLAZO DE MATERIALES LIGANTES DE BAJA VISCOSIDAD

Lista de figuras

Figura 1 Diagrama de flujo general de la metodología.....	22
Figura 2 Curva de viscosidad del MBL original.....	29
Figura 3 Espectro infrarrojo de MBL originales.....	30
Figura 4 Viscosidad del MBL 1 sin sólidos envejecido a corto plazo.	31
Figura 5 Viscosidad del MBL 2 sin sólidos envejecidos a corto plazo.....	32
Figura 6 Espectros de los materiales con sólidos previamente envejecidos.....	33
Figura 7 Análisis termogravimétrico del MBL 2.....	35
Figura 8 Análisis termogravimétrico del MBL 1.....	36
Figura 9 Viscosidad del MBL 1 sin sólidos envejecido a corto plazo.	37
Figura 10 Viscosidad del MBL 2 sin sólidos envejecido a corto plazo.	37
Figura 11 Viscosidad del MBL 1 con sólidos sin envejecer y envejecido.....	45
Figura 12 Viscosidad del MBL 2 con sólidos sin envejecer y envejecido.....	45

ENVEJECIMIENTO A CORTO PLAZO DE MATERIALES LIGANTES DE BAJA VISCOSIDAD

Lista de apéndices

Apéndice A: Horno Rotatorio de Pelicula Delgada (RTFOT).....	53
Apéndice B: Reómetro de Corte Dinámico (DSR) AR2000ex	53
Apéndice C: BrookfieldRV-DV2T.....	54
Apéndice D: Sólidos extraídos de las muestras envejecidas	54
Apéndice E: Montaje de ensayo insolubles en N-heptano.....	55
Apéndice F: Crisoles con la muestra dentro de la mufla	55

ENVEJECIMIENTO A CORTO PLAZO DE MATERIALES LIGANTES DE BAJA VISCOSIDAD

Resumen

Título: Evaluación del envejecimiento a corto plazo de materiales ligantes de baja viscosidad*

Autor: Merlin Estefani Santos Luna, Angie Juliana Sandoval Herrera**

Palabras claves: Material Bituminoso Ligante, Envejecimiento a corto plazo, Módulo complejo, RTFOT.

En la industria petrolera se generan residuos durante los procesos de producción y refinación, los cuales pueden aprovecharse para fabricar materiales ligantes bituminosos (MBL). Esto reduce la cantidad de desechos que se envían a vertederos y contribuye a la sostenibilidad al prolongar el ciclo de vida de los materiales. Los MBL, con propiedades adhesivas similares al asfalto, son una alternativa viable para el tratamiento de vías de baja circulación. Sin embargo, su menor viscosidad, producto de una mayor proporción de hidrocarburos livianos, les otorga un comportamiento distinto al del asfalto tradicional. El objetivo principal de este trabajo fue evaluar el envejecimiento a corto plazo de materiales ligantes de baja viscosidad, producidos en laboratorio y envejecidos en un horno rotatorio de película delgada (RTFOT). Se realizó la caracterización fisicoquímica (insolubles en n-heptano, cenizas, FTIR y análisis termogravimétrico) para evaluar la composición y estabilidad térmica, y caracterizaciones reológicas (viscosidad, reometría de corte dinámico, creep recovery) para analizar su comportamiento mecánico bajo distintas condiciones. Se identificó que el envejecimiento a corto plazo de los MBL de baja viscosidad está principalmente influenciado por el tiempo, la temperatura y el cambio en sus propiedades fisicoquímicas y reológicas. Los MBL envejecidos muestran un aumento en la cantidad de asfaltenos y en los grupos, sulfóxidos, cetonas y carbonilos. Los resultados en TGA muestran que, a 60°C, los MBL presentan estabilidad térmica, manteniendo sus propiedades estructurales. La presencia de sólidos inorgánicos aumenta la rigidez del material, incrementando la viscosidad y el módulo complejo.

*Trabajo de grado

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

Abstract

Title: Evaluation of short-term aging of low-viscosity binder materials*

Author: Merlin Estefani Santos Luna, Angie Juliana Sandoval Herrera**

Keywords: Bituminous Binder Material, Short-term aging, Complex modulus, RTFOT

In the oil industry, waste is generated during production and refining processes, which can be repurposed to manufacture bituminous binder materials (BBM). This reduces the amount of waste sent to landfills and contributes to sustainability by extending the life cycle of materials. BBMs, with adhesive properties similar to asphalt, present a viable alternative for the treatment of low-traffic roads. However, their lower viscosity, due to a higher proportion of light hydrocarbons, gives them a different behavior compared to traditional asphalt. The main objective of this study was to evaluate the short-term aging of low-viscosity binder materials, produced in the laboratory and aged in a Rolling Thin Film Oven (RTFOT). Physicochemical characterization (n-heptane insolubles, ashes, FTIR, and thermogravimetric analysis) was carried out to assess the composition and thermal stability, and rheological characterizations (viscosity, dynamic shear rheometry, creep recovery) were conducted to analyze their mechanical behavior under different conditions. It was found that the short-term aging of low-viscosity BBMs is mainly influenced by time, temperature, and changes in their physicochemical and rheological properties. Aged MBLs show an increase in the amount of asphaltenes and in the sulfoxide, ketone, and carbonyl groups. TGA results indicate that, at 60°C, MBLs exhibit thermal stability, maintaining their structural properties. The presence of inorganic solids increases the material's stiffness, leading to higher viscosity and complex modulus.

*Bachelor Thesis.

**Faculty of Physical Chemical Engineering. Chemical Engineering Department. Directora: Yuly Fernanda López Contreras. Chemical Engineer, PhD. Co-director: PhD Ramiro Martínez Rey. Chemical Engineer, PhD.

Introducción

En la industria petrolera se obtiene una gran cantidad de residuos a través de los procesos de producción y refinación, los cuales pueden ser aprovechables para la producción de materiales bituminosos ligantes (MBL) que, por sus propiedades adhesivas similares al asfalto, los convierten en materiales potenciales que pueden ser empleados en vías poco transitadas (Memon et al., 2021).

El MBL está compuesto por una fase aceitosa conformada por hidrocarburos, y sólidos inorgánicos. Debido a la presencia de una mayor proporción de hidrocarburos livianos, su viscosidad es mucho más baja comparada con la de un asfalto tradicional (Zupanick y Valerie, 1997). Por consiguiente, las propiedades y respuestas a diversos factores de estos dos materiales son diferentes.

Debido a factores medioambientales y a las cargas continuas a las que están sometidos en las mezclas asfálticas, los ligantes asfálticos presentan el fenómeno del envejecimiento que se puede dar a corto y largo plazo, y es causado principalmente por tres mecanismos: oxidación, endurecimiento de la mezcla y volatilización (Qu et al., 2016). El estudio del proceso de envejecimiento a corto plazo para el asfalto en laboratorio se realiza en un horno rotatorio de película delgada (RTFOT), y a largo plazo en una cámara de envejecimiento a presión (PAV) (Loría Salazar et al., 2017). Estos dos métodos son empleados para evaluar el efecto de la temperatura sobre las propiedades reológicas del asfalto (Villegas Villegas et al., 2015).

ENVEJECIMIENTO A CORTO PLAZO DE MATERIALES LIGANTES DE BAJA VISCOSIDAD

Sin embargo, las metodologías ya establecidas para el envejecimiento de asfaltos dificultan usar las mismas condiciones de operación en MBL debido a las diferencias entre sus propiedades (Lozano Ruiz S. L., 2005). Por esta razón se evaluó el envejecimiento a corto plazo de materiales ligantes de baja viscosidad como el MBL. Con base a lo anterior, este trabajo busca responder la siguiente pregunta de investigación ¿Cuáles son los factores más influyentes que permitan evaluar adecuadamente el envejecimiento a corto plazo de materiales bituminosos ligantes de baja viscosidad?

ENVEJECIMIENTO A CORTO PLAZO DE MATERIALES LIGANTES DE BAJA VISCOSIDAD

1. Objetivos

1.1. Objetivo General

Evaluar el envejecimiento a corto plazo de materiales ligantes de baja viscosidad.

1.2. Objetivos Especificos

- Identificar los parámetros más influyentes sobre el envejecimiento a corto plazo de materiales ligantes de baja viscosidad.
- Simular el envejecimiento de materiales ligantes de baja viscosidad a corto plazo empleando un horno de película delgada y rotatoria.
- Evaluar el grado de envejecimiento obtenido para los materiales envejecidos.

2. Marco conceptual

2.1. Asfalto

El asfalto es considerado una mezcla compleja de una gran variedad de moléculas que difieren en su tamaño y estructura química dentro de las cuales se incluyen: parafinas, compuestos aromáticos, algunos heteroátomos como oxígeno, nitrógeno, azufre y en menor proporción metales. Se conoce tradicionalmente como un sistema coloidal con micelas dispersas de alto peso molecular o disueltas en un medio aceitoso de bajo peso molecular. (Lozano Ruiz L. P., 2002).

El comportamiento del asfalto está altamente influenciado por la temperatura. A temperaturas suficientemente altas ($>60^{\circ}\text{C}$) el asfalto sigue un comportamiento newtoniano descrito por su viscosidad. Si se disminuye la temperatura el asfalto continúa comportándose de manera newtoniana si los tiempos de carga son suficientemente largos. Para tiempos de carga cortos y temperaturas por debajo de 60°C , el asfalto exhibe un comportamiento viscoelástico. (Vargas et al., 2008).

2.2. Material bituminoso

Los materiales bituminosos son productos aglomerantes compuestos principalmente de betún, un material viscoso negro o marrón, derivado del petróleo crudo o de procesos naturales, tienen una gran capacidad de adherirse a los agregados minerales, proporcionando cohesión y estabilidad a las mezclas asfálticas (Hunter, 1994). Sirven para la fabricación de mezclas asfálticas capaces de ofrecer las prestaciones necesarias para su uso en la construcción, especialmente en la pavimentación de carreteras y techos (Colegio de Ingenieros, 2022).

ENVEJECIMIENTO A CORTO PLAZO DE MATERIALES LIGANTES DE BAJA VISCOSIDAD

2.3.Lodos aceitosos

Los lodos aceitosos son emulsiones complejas formadas por hidrocarburos, agua, metales pesados y partículas sólidas. Su composición varía según el tipo de crudo, el lugar de extracción, la formación y la fuente de origen. Estos lodos se generan principalmente en operaciones del refinamiento del petróleo (Perdomo Rengifo, 2018).

2.4.Mezclas asfálticas

Las mezclas asfálticas se componen de agregados pétreos que se unen mediante un ligante asfáltico. Esta mezcla se forma al elevar la temperatura, asegurando que el agregado mineral quede cubierto por una capa uniforme de ligante. Las proporciones específicas de los componentes determinan las propiedades físicas de la mezcla, lo que influye en el comportamiento y desempeño del pavimento bajo condiciones de uso (Garnica Anguas et al., 2005).

Existen diferentes tipos de mezclas asfálticas según la temperatura de producción

- Mezclas asfálticas en frío (MAF/CMA): se producen generalmente a temperatura ambiente.
- Mezclas asfálticas semitibias (MAST/HWMA): se elaboran a temperaturas cercanas al punto de ebullición del agua, alrededor de 100°C.
- Mezclas asfálticas tibias (MAT o WMA): se producen a temperaturas que oscilan entre 120 y 140°C

ENVEJECIMIENTO A CORTO PLAZO DE MATERIALES LIGANTES DE BAJA VISCOSIDAD

2.5.Envejecimiento del asfalto

El fenómeno de envejecimiento de los asfaltos altera las propiedades fisicoquímicas del material y por ende la durabilidad de los pavimentos asfálticos, ocasionando pérdidas económicas, (Vargas et al., 2008). El mecanismo de envejecimiento afecta negativamente la flexibilidad del pavimento (rendimiento) después de años de vida útil, el daño más importante generado por el envejecimiento es el agrietamiento y la reducción de la vida útil del asfalto debido a la rigidez del aglomerante del asfalto (Rondon Mogollon, 2021).

2.5.1. Envejecimiento a corto plazo

El envejecimiento a corto plazo se debe principalmente a la oxidación y volatilización del ligante dentro de la mezcla asfáltica durante su proceso de mezclado en una planta, durante la producción y durante el almacenamiento, transporte y colocación en obra. Este tipo de envejecimiento produce cambios en el comportamiento mecánico de las mezclas asfálticas (Rondon Mogollon, 2021). Para simular el envejecimiento a corto plazo en el laboratorio, se utiliza un equipo llamado horno rotatorio de película delgada (RTFOT, por su nombre en inglés: Rolling Thin Film Oven), siguiendo los lineamientos establecidos por la norma INVIAS INV-720-13. En el apéndice A, se puede apreciar el equipo que se empleó en esta investigación.

2.5.1.1.Oxidación

La oxidación es la reacción del oxígeno del aire con el ligante asfáltico, siendo el principal factor que contribuye al endurecimiento y fragilización de asfaltos al romper los enlaces de carbono y aumentar los grupos de carbonilo y sulfóxidos. Este proceso actúa principalmente sobre las moléculas menos polares del asfalto; a medida que el grado de oxidación aumenta, estas moléculas disminuyen, mientras que las moléculas más polares, como cetonas y sulfóxidos, que

ENVEJECIMIENTO A CORTO PLAZO DE MATERIALES LIGANTES DE BAJA VISCOSIDAD

son productos de la oxidación, incrementan en cantidad, lo que altera la estructura y propiedades del material (Ramirez et al., 2023).

2.5.1.2. Volatilización

La volatilización es la pérdida de compuestos ligeros, aceites y resinas en los asfaltos. Esta pérdida depende principalmente de la temperatura, entre otras condiciones a las que el material suele estar expuesto. La volatilización se favorece con las altas temperaturas que emplean las plantas en la producción de las mezclas asfálticas, así como en el frente de obra durante la construcción en caliente, o por la exposición de los pavimentos a la radiación en climas cálidos durante su vida útil de servicio (Ramírez et al., 2023).

2.5.2. Envejecimiento a largo plazo

Este tipo de envejecimiento se ve asociado a la exposición de agentes ambientales y endurecimiento que experimenta la mezcla durante su vida de servicio en el pavimento, como resultado de la oxidación debida a la radiación UV, humedad y la lluvia (Rondon Mogollon, 2021).

2.6. Módulo de corte dinámico

El módulo complejo de corte (G^*) es un parámetro fundamental que se mide mediante el ensayo de reología empleando un reómetro dinámico de corte (DSR), y puede ser considerado como la resistencia del ligante asfáltico a deformarse bajo esfuerzos de corte repetidos. Un módulo de corte dinámico más alto indica un material más rígido, lo cual es deseable a altas temperaturas para evitar deformaciones permanentes; sin embargo, a bajas temperaturas, un G^* muy alto puede indicar susceptibilidad a agrietamiento térmico (Castro López, 2016).

ENVEJECIMIENTO A CORTO PLAZO DE MATERIALES LIGANTES DE BAJA VISCOSIDAD

2.7.Fenómeno de ahuellamiento

Es uno de los dos principales mecanismos de daño que afectan las capas asfálticas en estructuras de pavimentos flexibles y semirrígidos. Este fenómeno se define como la deformación vertical permanente que se acumula gradualmente en el pavimento debido al paso repetitivo de vehículos. A medida que los vehículos transitan sobre el pavimento, las capas asfálticas experimentan compresión y cizallamiento. El ahuellamiento es afectado principalmente por tres factores: mezclado de los materiales, carga y descarga repetitiva y condiciones ambientales (Pinzón Zapata, 2022).

2.8.Fallo por fatiga

La fatiga es una de las fallas más comunes en los pavimentos asfálticos y está fuertemente influenciada por las propiedades del ligante asfáltico. La resistencia a la fatiga depende de la capacidad del material para recuperarse tras la carga cíclica, por lo que un comportamiento altamente elástico favorece la resistencia ante este tipo de esfuerzo (González y Barceló, 2018).

2.9.Composición del material bituminoso

Los materiales bituminosos se separan en dos grandes grupos: máltenos y asfaltenos. Los máltenos pueden a su vez subdividirse en saturados, aromáticos y resinas (Lozano Ruiz L. P., 2002).

ENVEJECIMIENTO A CORTO PLAZO DE MATERIALES LIGANTES DE BAJA VISCOSIDAD

2.9.1. Máltenos

Son la fracción del asfalto que es soluble en hidrocarburos saturados de bajo punto de ebullición. Están constituidos por anillos aromáticos, anillos naftenos y una mínima proporción de cadenas de parafina, esta compleja estructura molecular hace que los máltenos influyan significativamente en las propiedades reológicas del asfalto. Una mayor cantidad de máltenos, es lo que le da al asfalto mayor calidad porque estos regulan gran parte de las propiedades químicas de los asfaltos, como las propiedades reológicas y su estabilidad térmica (Lozano Ruiz L. P., 2002).

2.9.2. Asfaltenos

Son sólidos amorfos de color café o negro insolubles en n-heptano, contienen además de carbón e hidrógeno, algo de sulfuro y oxígeno. Los asfaltenos son generalmente considerados altamente polares y materiales aromáticos complejos (Lozano Ruiz L. P., 2002).

3. Estado del arte

El envejecimiento a corto plazo de los materiales ligantes empleados en pavimentos flexibles es un fenómeno que afecta su durabilidad y el desempeño. Este fenómeno se desarrolla durante la producción, transporte y colocación del asfalto, debido a la exposición a altas temperaturas, provocando cambios en sus propiedades y haciéndolo más rígido, frágil y susceptible a la fisuración.

ENVEJECIMIENTO A CORTO PLAZO DE MATERIALES LIGANTES DE BAJA VISCOSIDAD

Estudios recientes, como el de Betancourt Cardozo (2018), han evaluado los cambios físicos y químicos que experimenta el asfalto debido al envejecimiento a corto plazo, utilizando técnicas avanzadas como la espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR), la reometría (DSR), la termogravimetría (TGA) y el fraccionamiento SARA. Estas investigaciones han demostrado que los asfaltos producidos en nuestro país presentan variaciones notables en su composición y propiedades mecánicas cuando envejecen.

En la investigación realizada por Rojas et al., (2013), analizaron los efectos del envejecimiento a corto y largo plazo en asfaltos colombianos utilizando radiación ultravioleta (UV) y el ensayo RTFOT (Rolling Thin-Film Oven Test). Los resultados mostraron que el tratamiento de envejecimiento a corto plazo mediante RTFOT causó cambios menores en el punto de ablandamiento, pero afectó significativamente la ductilidad y penetración del asfalto. Estas conclusiones fueron respaldadas por mediciones de viscosidad y módulo complejo, las cuales indicaron un aumento en la rigidez y fragilidad del asfalto envejecido.

Airey, (2003) reportó que, durante el proceso constructivo de las mezclas asfálticas, el envejecimiento de los materiales ligantes está influenciado por diversos factores, principalmente la temperatura y el tiempo empleados. Estos factores aceleran la pérdida de componentes volátiles y promueven la oxidación del asfalto. Asimismo, otros parámetros como el contenido de asfalto en la mezcla, la naturaleza y granulometría de los agregados, también juegan un papel importante.

ENVEJECIMIENTO A CORTO PLAZO DE MATERIALES LIGANTES DE BAJA VISCOSIDAD

En paralelo, la estabilización de suelos mediante el uso de lodos aceitosos es una técnica emergente en la construcción de carreteras, destinada a sustituir los materiales convencionales utilizados en las capas granulares y mejorar la subrasante de las estructuras de pavimento. Esta técnica no solo busca mejorar las propiedades de resistencia y plasticidad de los materiales utilizados, sino también mitigar los impactos ambientales negativos derivados de los residuos de la extracción de petróleo. Alarcón et al., (2020) demostraron que la adición de un 6% de lodo aceitoso a materiales granulares y un 4% a suelos de subrasante, con periodos de curado de 26 días, optimiza las propiedades mecánicas y de resistencia, como el módulo resiliente y la plasticidad. Esta metodología representa una alternativa sostenible y eficiente para la construcción vial en regiones con alta demanda de infraestructura y recursos limitados, como es el caso de Colombia.

En conjunto, estos hallazgos subrayan la necesidad de considerar los efectos del envejecimiento del asfalto en los diseños de pavimentos y la implementación de técnicas innovadoras y sostenibles como la estabilización con lodos aceitosos. La integración de estos conocimientos permitirá optimizar la durabilidad de las carreteras y reducir los costos de mantenimiento, beneficiando así la economía y la infraestructura vial de Colombia.

4. Metodología

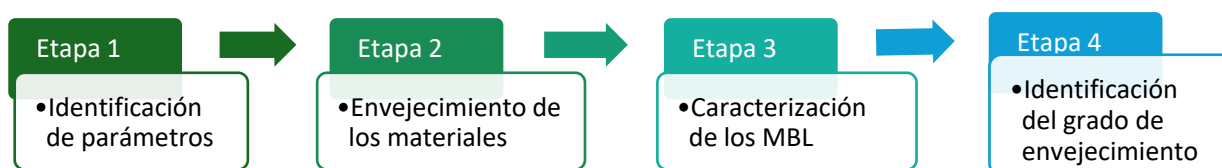
En esta investigación se utilizaron dos materiales bituminosos ligantes, denominados MBL-1 y MBL-2, que fueron obtenidos a partir de residuos y/o lodos aceitosos provenientes de procesos de producción y transporte de crudo, así como del proceso de refinación. Estos materiales provienen de diferentes campos y refinería de la empresa ECOPETROL S.A.

ENVEJECIMIENTO A CORTO PLAZO DE MATERIALES LIGANTES DE BAJA VISCOSIDAD

Además, se tomaron como referencia los resultados de envejecimiento en campo extraídos de trenes de prueba construidos empleando los MBL obtenidos del convenio 3023616 entre la UIS-ECP (Empresa Colombiana de Petróleos), esto con el fin de compararlos con resultados obtenidos en laboratorio. En la figura 1 se presentan las etapas que se desarrollaron para lograr el cumplimiento de los objetivos.

Figura 1

Diagrama de flujo general de la metodología.



4.1. Etapa 1: Identificación de los parámetros más influyentes sobre el envejecimiento a corto plazo del MBL

En esta fase inicial del proyecto, se llevó a cabo una exhaustiva revisión de la literatura con el objetivo de identificar los parámetros más influyentes para evaluar el envejecimiento a corto plazo del material bituminoso de baja viscosidad. Entre estos parámetros destacan el tiempo y la temperatura aplicada durante el envejecimiento del material, ya que influyen directamente en el grado de envejecimiento del material.

Asimismo, se identificaron las normativas relevantes para la correcta caracterización del MBL, las cuales fueron adaptadas a las particularidades del material en estudio. Además, se definieron las condiciones de operación y de ensayo de forma que el envejecimiento de los materiales se asemeje a las condiciones que evidencia el MBL aplicado en campo.

ENVEJECIMIENTO A CORTO PLAZO DE MATERIALES LIGANTES DE BAJA VISCOSIDAD

4.2.Etapa 2: Envejecimiento del MBL

Ambos tipos de MBL fueron envejecidos para simular el envejecimiento a corto plazo, en un horno rotatorio de película delgada (RTFOT), propiedad de la Universidad Industrial de Santander el cual simula las condiciones de envejecimiento durante la producción y proceso constructivo. Se tomó como referencia la norma INVIAS-720-13 del Instituto Nacional de Vías, sin embargo, se variaron tanto el tiempo como la temperatura en comparación con las condiciones estándar establecidas en dicha norma.

Este ensayo permite simular el envejecimiento a corto plazo que sufre el ligante durante el proceso constructivo en laboratorio, y así obtener una respuesta que este correlacionada con el envejecimiento real del ligante en la práctica.

4.3.Etapa 3: Caracterización fisicoquímica y reológica del MBL

Se caracterizó el MBL original y envejecido mediante la evaluación de las propiedades reológicas y fisicoquímicas del material. Para la evaluación de las propiedades reológicas, se determinó la viscosidad dinámica aparente del material y, se ejecutaron pruebas con el reómetro de corte dinámico (DSR). La caracterización fisicoquímica de los MBL se ejecutó mediante el uso de la técnica de espectroscopia infrarroja, ensayo de N-heptano, ensayo de cenizas, y análisis termogravimétrico. Para algunos de estos métodos, fue necesario extraer los sólidos a fin de evaluar correctamente las propiedades específicas correspondientes de la fase aceitosa del MBL.

A continuación, una breve descripción del procedimiento ejecutado para cada uno de los ensayos escritos anteriormente.

ENVEJECIMIENTO A CORTO PLAZO DE MATERIALES LIGANTES DE BAJA VISCOSIDAD

4.3.1. Determinación de las propiedades reológicas mediante el DSR

Los ensayos realizados para la caracterización reológica se ejecutaron con el reómetro de corte dinámico (DSR) AR2000ex de TA Instruments mostrado en el apéndice B, propiedad de la universidad Industrial de Santander. La prueba se realizó tomando los lineamientos de la norma INV-750-13. Este ensayo permite determinar el módulo de corte dinámico (G^*) y el ángulo de fase (δ) de un ligante asfáltico. Para dicho propósito se realizó un barrido de deformación de 28 a 40 °C, aumentando cada 6°C, y empleando una velocidad angular de 10 rad/s, y se utilizó una configuración de platos paralelos de 25 mm de diámetro. Una imagen de la muestra, una vez montada en el equipo se puede ver en el apéndice B.

También se realizó el ensayo de creep-recovery tomando los lineamientos de la norma ASTM D7405-20, el cual es un ensayo para evaluar el comportamiento viscoelástico de los ligantes asfálticos, esta prueba determina la capacidad del ligante para recuperarse después de someterse a deformaciones bajo carga repetitiva y constante.

4.3.2. Viscosidad

Se midió la viscosidad aparente del asfalto a diferentes temperaturas de aplicación, siguiendo los lineamientos de la norma INV-717-13, empleando un viscosímetro rotacional Brookfield RV-DV2T como el mostrado en el apéndice C. Se pesaron 12 gramos de muestra de los MBL en los recipientes y se midió la viscosidad a las temperaturas de 25, 40,50 y 60°C, y se utilizaron los vástagos o agujas número 27 y 28, esto dependiendo de la viscosidad a temperatura ambiente de la muestra, para un MBL más viscoso se empleó el número 28 y para un MBL menos viscoso la aguja número 27.

ENVEJECIMIENTO A CORTO PLAZO DE MATERIALES LIGANTES DE BAJA VISCOSIDAD

4.3.3. Análisis termogravimétrico

El análisis termogravimétrico (TGA) realizó en un analizador termogravimétrico TGA 5500 de TA Instruments del laboratorio del Grupo de Investigación en Polímeros (GIP) del parque tecnológico Guatiguará, siguiendo los lineamientos de la norma ASTM-E-1131. En este proceso la muestra es calentada gradualmente de 30°C a 300°C en una atmosfera de aire, determinando así la cantidad y tasa de cambio de la pérdida de masa de los ligantes asfálticos a diferentes temperaturas.

4.3.4. Espectroscopia de infrarrojo con transformada de Fourier FTIR

Este ensayo es empleado para examinar la composición química de los ligantes, identificar los grupos funcionales presentes y detectar posibles cambios en la estructura molecular debido al envejecimiento, se basa en el hecho de que la mayoría de las moléculas absorben la luz en la región infrarroja del espectro electromagnético, convirtiéndola en vibración molecular. Esta absorción es característica de la naturaleza de los enlaces químicos presentes en una muestra. Con un espectrómetro, esta absorción se mide como una función de longitud de onda, utilizando en este caso, un espectrofotómetro IRTracer-100 del laboratorio de la Escuela de Ingeniería Química, propiedad de la Universidad Industrial de Santander.

4.3.5. Cenizas

Este ensayo, basado en la norma INV E-705, es utilizado para conocer el contenido de material inorgánico presente en el MBL. Una muestra del producto bituminoso introducida en la mufla como se muestra en el apéndice D, a una temperatura de 800°C por un tiempo de 2 horas oxidando completamente el residuo carbonoso y estabilizando posteriormente las cenizas remanentes del material.

ENVEJECIMIENTO A CORTO PLAZO DE MATERIALES LIGANTES DE BAJA VISCOSIDAD

4.3.6. *Insolubles en N-heptano*

El ensayo se realizó siguiendo la norma ASTM D3279-19. Se comenzó pesando 1 gramo de MBL y colocándolo en un balón de destilación. A continuación, se añadieron 100 ml de n-heptano al balón. Este conjunto se situó en una plancha de calentamiento, junto con un sistema de condensación y agitación magnética como se muestra en el apéndice E; posteriormente, se filtró la muestra a través de una almohadilla de fibra de vidrio colocada en un crisol.

El crisol se llevó al horno durante 30 minutos hasta alcanzar un peso constante, lo que permitió determinar el peso de los asfaltenos presentes en el MBL, correspondientes a los insolubles en n-heptano.

4.3.7. *Procedimiento extracción de sólidos*

La extracción de sólidos de los ligantes bituminosos se realizó conforme a la norma INV E-732-13. Esta norma describe el procedimiento necesario para obtener la fase aceitosa del MBL, compuesta totalmente por hidrocarburos. El ensayo se llevó a cabo en una maquina centrifuga Pinzuar ELG-601 con dos ciclos de centrifugado, utilizando cloruro de metileno químicamente puro como reactivo. Esto permitió obtener los sólidos del material mostrados en el apéndice F, y una mezcla de reactivo y ligante extraído sin sólidos.

4.3.8. *Método de recuperación de ligantes*

Este ensayo se realizó según los lineamientos de la norma INV E-795-13, utilizando un evaporador rotatorio IKA RV 10, para recuperar el solvente y obtener el MBL sin sólidos. El proceso de recuperación consistió en la incorporación de la mezcla obtenida del proceso de centrifugado, en un balón sumergido en aceite a una temperatura de 140°C girando a 40

ENVEJECIMIENTO A CORTO PLAZO DE MATERIALES LIGANTES DE BAJA VISCOSIDAD

RPM, el solvente se separa del MBL sin sólidos y es destilado y condensado por acción del agua fría, logrando así la recuperación del MBL sin sólidos.

4.4.Etapa 4: Identificación del grado de envejecimiento

Se caracterizaron los materiales previamente envejecidos con y sin sólidos, con los ensayos descritos en la etapa 3. Después de obtener los resultados de la caracterización reológica y fisicoquímica de los materiales ligantes originales y envejecidos, se evaluó el comportamiento y los cambios experimentados por el material bituminoso ligante, mediante el análisis de la viscosidad dinámica, los índices reológicos, la composición fisicoquímica y el índice de envejecimiento. Los cambios en las propiedades reológicas y las propiedades fisicoquímicas y el índice de envejecimiento permitieron evaluar el grado de envejecimiento del material.

5. Resultados

5.1.Caracterización del MBL original

5.1.1. Insolubles en n-heptano

En la tabla 1 se pueden observar los resultados obtenidos del convenio 3023616 entre la UIS-ECP (Empresa Colombiana de Petróleos) de los dos materiales originales con y sin sólidos. Esta fue una investigación realizada previamente donde se evaluaron las propiedades reológicas y el efecto de la temperatura de los materiales bituminosos ligantes antes y después de su envejecimiento a corto plazo en RTFOT.

Los insolubles n-heptano representan los asfaltenos, se puede obtener un valor aproximado de estos al restar los sólidos inorgánicos (cenizas) a los insolubles en n-heptano. Para el MBL1

ENVEJECIMIENTO A CORTO PLAZO DE MATERIALES LIGANTES DE BAJA VISCOSIDAD

original y sin sólidos da un valor aproximado de asfaltenos de 18,89% y 13,16% respectivamente; por otro lado, para el MBL 2 original y sin sólidos los valores aproximados de asfaltenos son 18,2% y 12,41%. De acuerdo con las investigaciones previas de Carvajal Murillo, (2024), se demostró que una fracción de los asfaltenos es adsorbida por los sólidos inorgánicos presentes en el MBL. Esto sugiere que los sólidos inorgánicos con un diámetro menor al del filtro arrastran una porción de asfaltenos juntos con ellos.

Tabla

1

Caracterización fisicoquímica del MBL original con y sin sólidos.

Muestra	Insolubles en n-Heptano %	Cenizas %p/p	Asfaltenos %
MBL 1 original	32,26	13,37	18,89
MBL 1 sin sólidos	13,34	0,18	13,16
MBL 2 original	28,28	10,08	18,2
MBL 2 sin sólidos	13,04	0,63	12,41

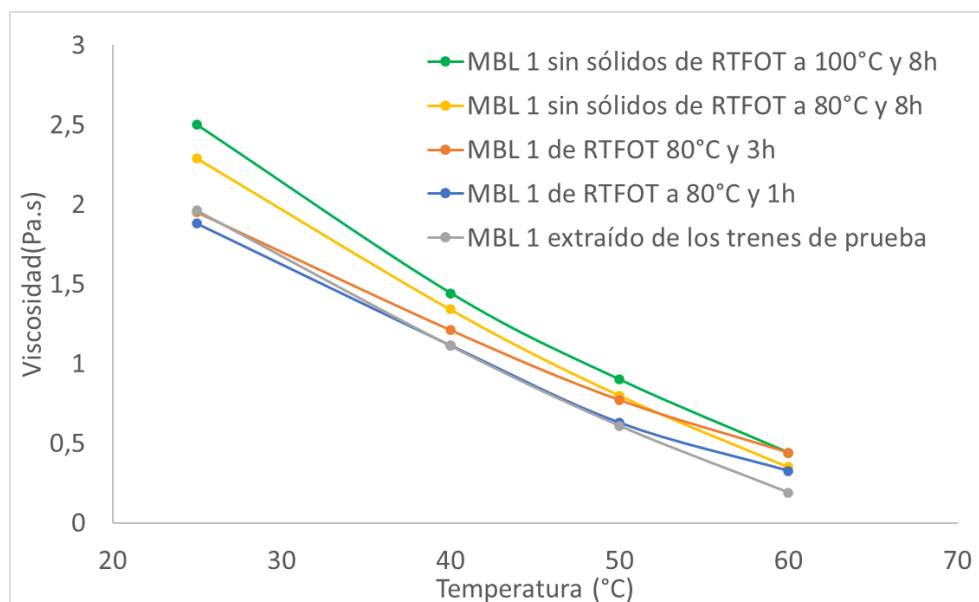
5.1.2. Viscosidad

En la figura 2 se compara la viscosidad de los dos materiales originales con sólidos y sin sólidos, mostrando variaciones notables en la consistencia del material bajo distintas condiciones de temperatura. El MBL 1 presenta la mayor viscosidad a 25°C, con un valor de 769,6 Pa·s, lo que sugiere una mayor resistencia al flujo en comparación con el MBL 2, que tiene una viscosidad de 657,9 Pa·s. Por otro lado, se observa que los MBL con sólidos tienen una viscosidad notablemente mayor en comparación con los MBL sin sólidos. Esto sugiere que los sólidos inorgánicos presentes en el material refuerzan la estructura del ligante, aumentando su resistencia al flujo. Esta mayor viscosidad es indicativa de un material más rígido y resistente a las deformidades.

ENVEJECIMIENTO A CORTO PLAZO DE MATERIALES LIGANTES DE BAJA VISCOSIDAD

Figura 2

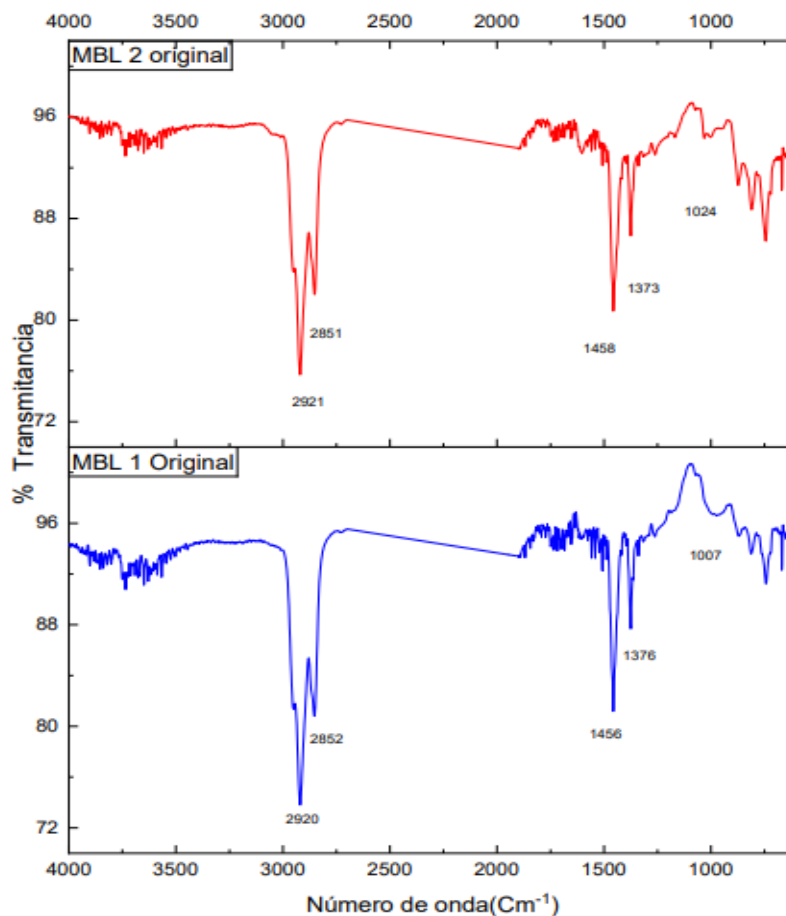
Curva de viscosidad del MBL original con sólidos y sin sólidos



5.1.3. Análisis infrarrojo FTIR

En la figura 3 se observa los espectros infrarrojos presentados para MBL 1 con sólidos y MBL 2 con sólidos, que muestran picos en 2921 cm^{-1} y 2851 cm^{-1} correspondientes a las vibraciones de tensión C-H de los grupos metileno (-CH₂-) y metilo (-CH₃-) (Lu y Isacson, 2002). Estas bandas son típicas de compuestos orgánicos con enlaces C-H alifáticos presentes en los hidrocarburos, los cuales son componentes del MBL. El espectro FTIR no presenta señales significativas en la región de los 3300 cm^{-1} , lo que implica la ausencia de compuestos hidroxilados en las gráficas.

ENVEJECIMIENTO A CORTO PLAZO DE MATERIALES LIGANTES DE BAJA VISCOSIDAD

Figura 3*Espectro infrarrojo de MBL originales***5.2. Envejecimiento del MBL**

Para establecer los parámetros de tiempo y temperatura en los ensayos de envejecimiento, se realizaron ensayos preliminares a diferentes temperaturas y tiempos. Investigaciones previas de Duque Santana, (2024); Peralta Vásquez, (2024) emplearon tiempos de 16h y 24h a una temperatura de 60°C en RTFOT para materiales bituminosos ligantes de baja viscosidad, lo que resultaba en procesos más largos. Para acelerar estos procesos, se decidió incrementar la temperatura a 80 °C y 100°C, lo que permitió reducir significativamente el tiempo de envejecimiento.

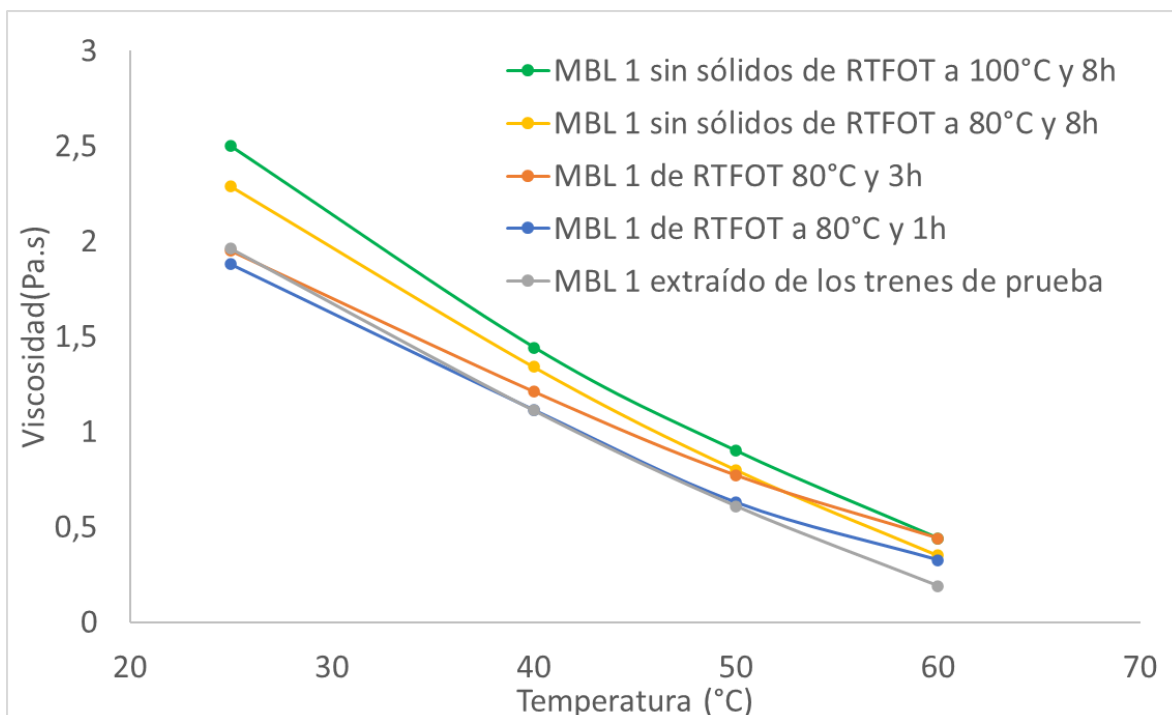
ENVEJECIMIENTO A CORTO PLAZO DE MATERIALES LIGANTES DE BAJA VISCOSIDAD

Se midieron las viscosidades de los materiales envejecidos sin sólidos y se compararon con las viscosidades del ligante extraído del tren de prueba, como se observa en las figuras 4 y 5. Esta comparación es clave, ya que la viscosidad dinámica del material puede servir como parámetro a la hora de seleccionar las condiciones de envejecimiento simulado en laboratorio mediante el RTFOT.

Según la figura 4 y 5 el envejecimiento de los materiales bituminosos ligantes (MBL1 y MBL2) a 80°C durante 1 y 3 horas muestra una mayor similitud con el envejecimiento a corto plazo ocurrido en los trenes de prueba, con respecto al análisis de su viscosidad. Aun así, a temperaturas mayores de 40°C, todos los MBL sin sólidos siguen un comportamiento Newtoniano descrito por su viscosidad (Vargas et al., 2008). A partir de estos resultados se toma de partida los parámetros de temperatura y tiempo de 80°C a 1 y 3h en los dos materiales.

Figura 4

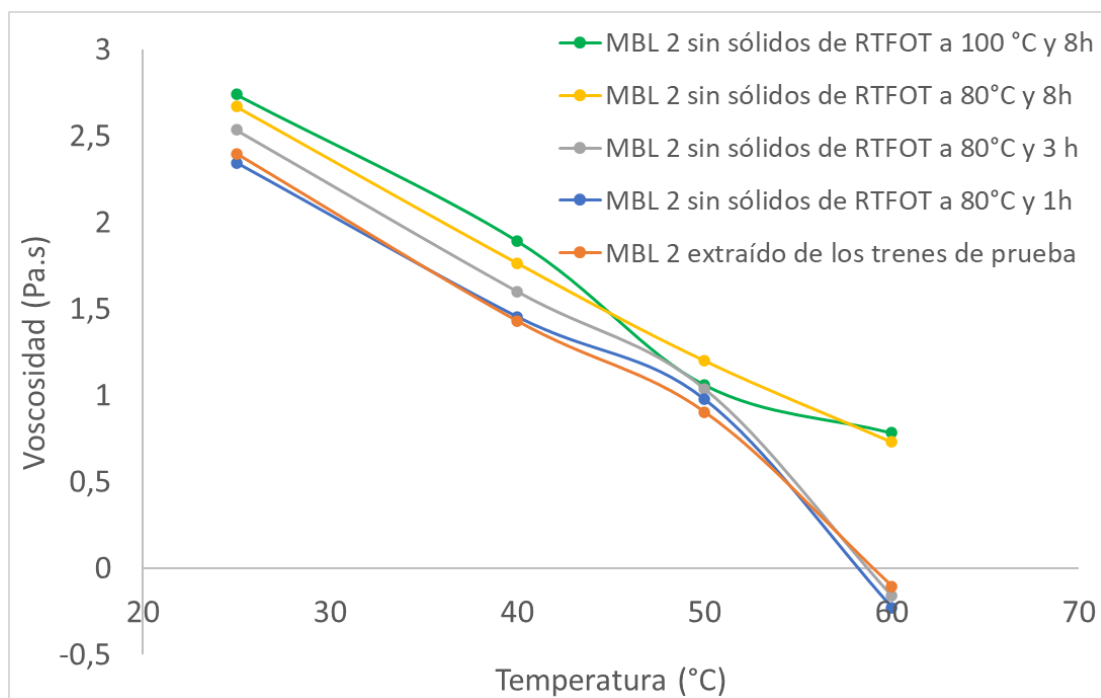
Viscosidad del MBL 1 sin sólidos envejecido a corto plazo.



ENVEJECIMIENTO A CORTO PLAZO DE MATERIALES LIGANTES DE BAJA VISCOSIDAD

Figura 5

Viscosidad del MBL 2 sin sólidos envejecidos a corto plazo.



5.2.1. Espectroscopia de infrarrojo

Los efectos de la oxidación en la parte química del material se observan en los cambios de los grupos funcionales más reactivos con el oxígeno, como los carbonilos (C=O) y sulfóxidos (S=O), los cuales son indicadores del grado de envejecimiento del material.

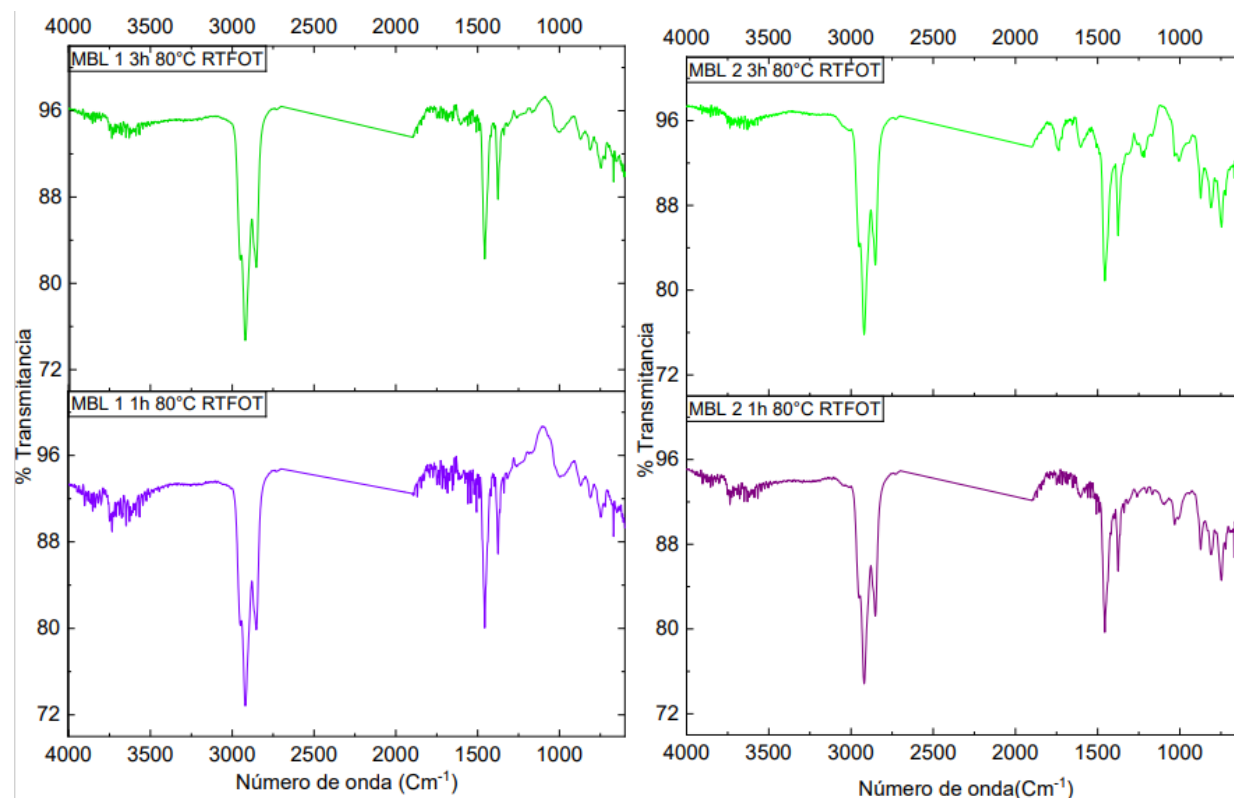
En la figura 6 se observan los espectros de los materiales con sólidos previamente envejecidos, donde se evidencia un aumento en la intensidad de las bandas asociadas a los grupos carbonilos (C=O) cerca de los 1700cm⁻¹, la concentración de carbonilos, aumenta con base al grado de envejecimiento, como resultado de la oxidación. Aunque en los MBL envejecidos durante 1 hora la banda de los carbonilos es poco notoria, en los materiales expuestos a 3 horas de envejecimiento la banda presenta mayor intensidad, reflejando un mayor grado de oxidación.

ENVEJECIMIENTO A CORTO PLAZO DE MATERIALES LIGANTES DE BAJA VISCOSIDAD

Por otro lado, no se observa un aumento en las bandas asociadas a los grupos sulfóxidos (S=O), esto quiere decir que, bajo las condiciones de envejecimiento evaluadas, la oxidación del material no afecta de manera considerable la formación de este sulfóxidos.

Figura 6

Espectros de los materiales con sólidos previamente envejecidos



5.2.2. Insolubles en *N*-heptano

La tabla 2 muestra la caracterización fisicoquímica de los materiales MBL 1 y MBL 2 con sólidos envejecidos a corto plazo en RTFOT a 80°C durante 1 hora y 3 horas. En ambos materiales, se observa un incremento en los porcentajes de insolubles en n-Heptano y cenizas en comparación al material original, este incremento de los insolubles en n-heptano se debe a la oxidación ocurrida en el envejecimiento a corto plazo la cual genera una mayor cantidad de

ENVEJECIMIENTO A CORTO PLAZO DE MATERIALES LIGANTES DE BAJA VISCOSIDAD

moléculas polares. A medida que los materiales envejecen, se intensifica la formación de estas moléculas, los cuales están relacionados con el aumento de asfaltenos.

Tabla 2

Caracterización fisicoquímica de los materiales con sólidos envejecidos a corto plazo.

Muestra	Insolubles en n-heptano %	Cenizas %p/p	Asfaltenos %
MBL 1 envejecido en RTFOT a 1h 80°C	32,81	15,26	17,55
MBL 1 envejecido en RTFOT a 3h 80°C	33,18	15,53	17,65
MBL 2 envejecido en RTFOT a 1h 80°C	28,45	9,835	18,615
MBL 2 envejecido en RTFOT a 3h 80°C	29,47	10,952	18,518

5.2.3. *Análisis termogravimétrico.*

En las figuras 7 y 8, se presentan los resultados para el análisis termogravimétrico (TGA) de las muestras de los materiales previamente envejecidos en RTFOT. La pérdida de masa indica la descomposición del material cuando es calentado, lo que refleja su estabilidad térmica. Se observa que las muestras correspondientes al MBL 1 y MBL 2 sin sólidos experimentan una reducción de masa de aproximadamente de 0,01% en el rango de temperatura de 0 a 60°C, en el intervalo de 60 a 300°C, la pérdida de masa del MBL 1 y MBL 2 sin sólidos es del 39,92% y 29,48%, respectivamente. A pesar de estas variaciones, los porcentajes de pérdida de masa son muy bajos a temperaturas inferiores de 60°C, lo que sugiere que la fase oleosa de los ligantes no libera compuestos orgánicos volátiles en estas condiciones.

ENVEJECIMIENTO A CORTO PLAZO DE MATERIALES LIGANTES DE BAJA VISCOSIDAD

El MBL 2 envejecido a 1 hora muestra mayor pérdida de masa, comparado con el envejecido a 3 horas donde el material muestra una notable mejora en su estabilidad, lo que sugiere que, a medida que se prolonga el tiempo de envejecimiento, el material se vuelve más resistente a la descomposición a temperaturas más altas. Esto ocurre porque la oxidación del material bituminoso afecta principalmente a las moléculas menos polares en su estructura, a medida que el grado de oxidación aumenta, disminuye la cantidad de moléculas, lo que provoca un incremento en el número de moléculas más polares. (Ramírez et al., 2022).

Por otro lado, el MBL 1 presenta una mayor pérdida de masa y menor estabilidad térmica en comparación con el MBL 2. Este efecto se refleja en los resultados presentados en la tabla 3, donde el MBL 2 es el material que presenta mayor incremento de insolubles en n-heptano. La generación de estos compuestos contribuye a una mayor estabilidad térmica del material, mejorando su resistencia a la degradación térmica durante procesos de calentamiento prolongado.

Figura 7

Análisis termogravimétrico del MBL 2

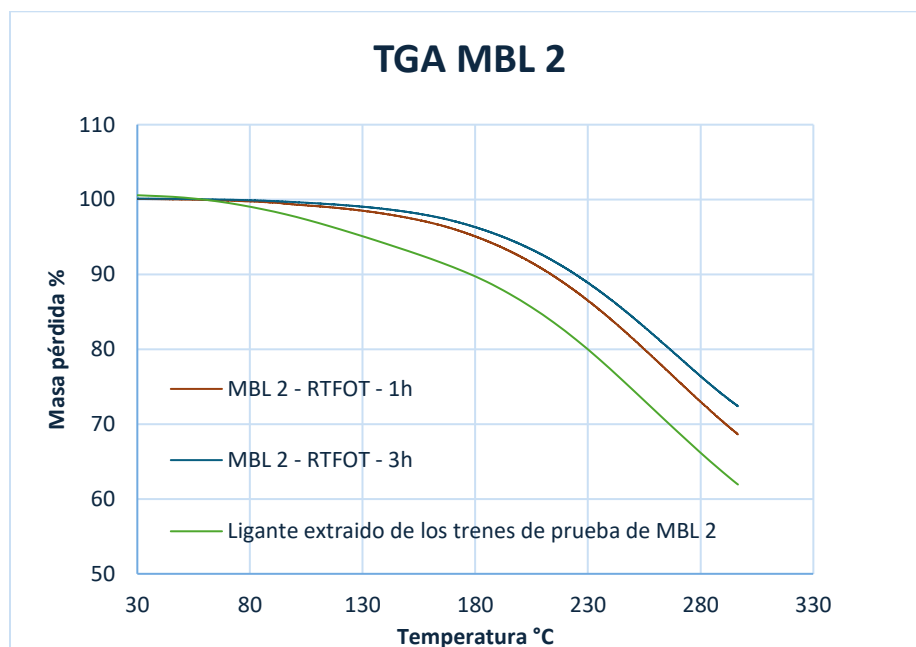
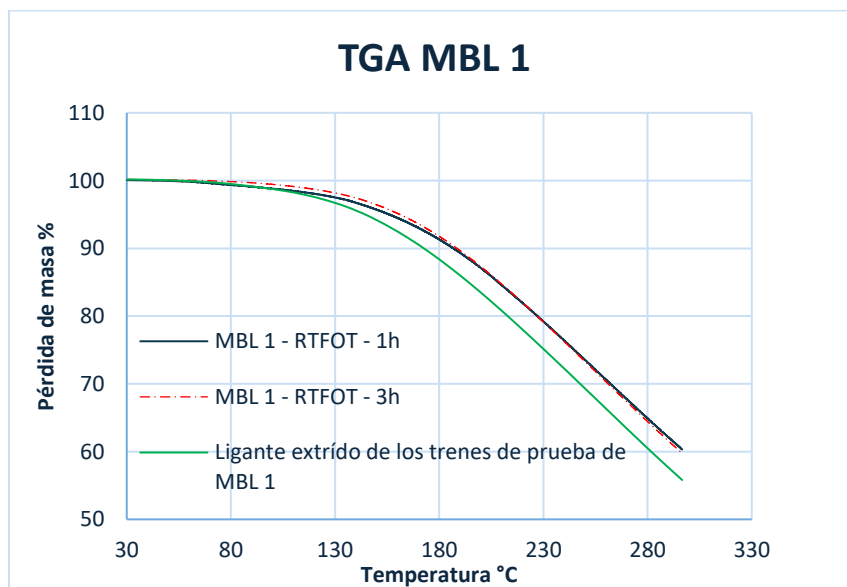


Figura 8

Análisis termogravimétrico del MBL 1



5.2.4. Viscosidad

En el análisis de los resultados de viscosidad rotacional de los dos MBL envejecidos en RTFOT durante 1 y 3 horas a 80°C, se llevó a cabo la evaluación de la viscosidad del MBL sin sólidos, representados en la figura 9 y 10.

Los resultados indican que la viscosidad de los materiales se ve alterada a medida que aumenta el grado de envejecimiento. Esto se debe a procesos como la oxidación y la volatilización, tal como se observa en las figuras 9 y 10. La pérdida de componentes volátiles y la formación de compuestos más polares mediante la oxidación son las principales causas de este aumento en la rigidez del material.

ENVEJECIMIENTO A CORTO PLAZO DE MATERIALES LIGANTES DE BAJA VISCOSIDAD

Además, el análisis también muestra que la viscosidad del MBL 2 es mayor al someterlo al proceso de envejecimiento en comparación al MBL 1, debido a que como ya se demostró anteriormente el MBL 2 es más susceptible al envejecimiento lo cual sugiere una mayor rigidez. Los sólidos presentes en el MBL influyen en su estabilidad estructural y su capacidad para mantener su integridad bajo esfuerzos mecánicos.

Figura 9

Viscosidad del MBL 1 sin sólidos envejecido a corto plazo.

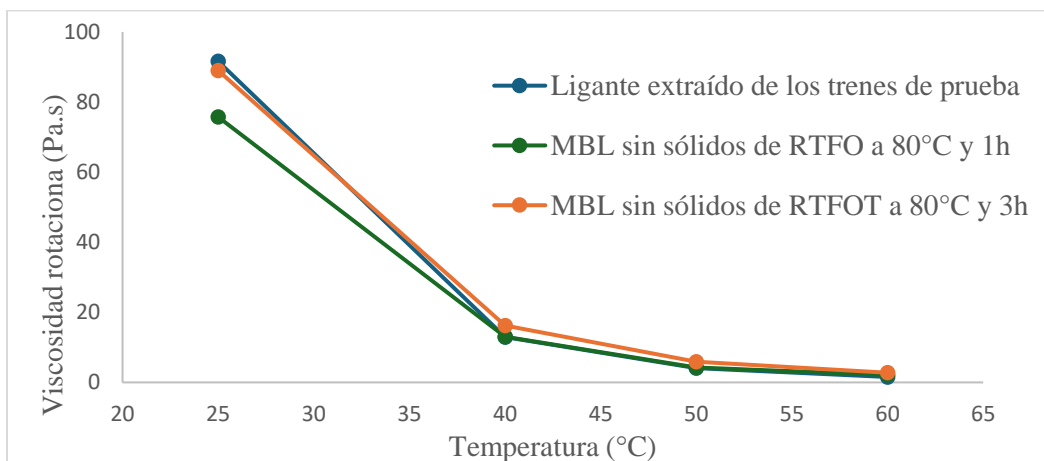
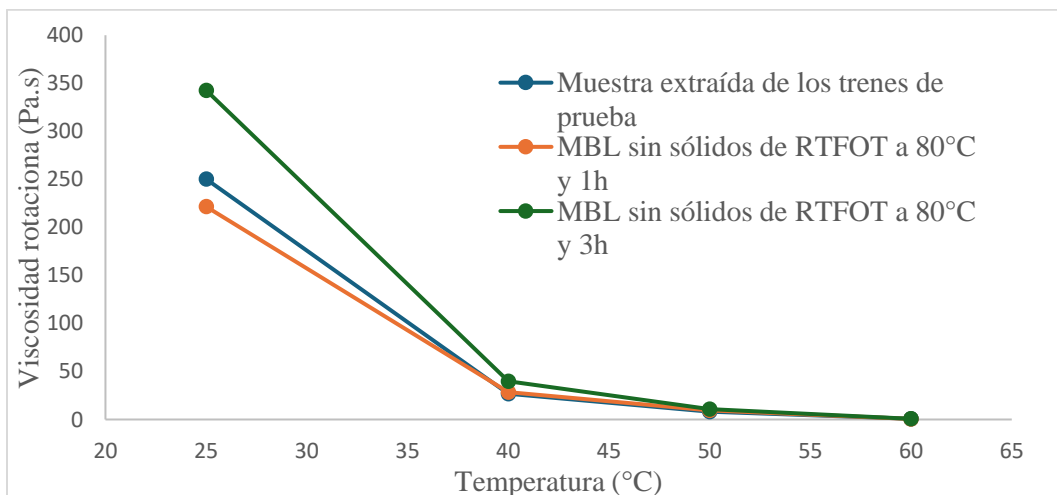


Figura 10

Viscosidad del MBL 2 sin sólidos envejecido a corto plazo.



5.2.5. *Propiedades reológicas*

La tabla 3 presenta los resultados del módulo complejo y el ángulo de fase de los materiales con y sin sólidos revelando, que los materiales ligantes bituminosos con sólidos (MBL 1 y MBL 2) tienen un mejor comportamiento en su modulo complejo G^* que sin sólidos. Esto indica que los sólidos inorgánicos afectan las propiedades reológicas de los materiales, aumentando su resistencia a la deformación permanente y de esta forma su rigidez.

Tabla 3

Propiedades reológicas de los MBL originales con sólidos y sin sólidos.

Muestra	Temperatura (°C)	δ (grados)	G^* (kPa)
MBL 1 original	28	81,664	1,954
	34	83,89	0,894
	40	85,606	0,445
MBL 1 original sin sólidos	28	80,136	0,613
	34	82,603	0,287
	40	84,607	0,140

ENVEJECIMIENTO A CORTO PLAZO DE MATERIALES LIGANTES DE BAJA VISCOSIDAD

	28	85,847	3,996
MBL 2 original	34	87,118	1,653
	40	88,018	0,738
MBL 2 original sin	28	86,437	0,947
sólidos	34	87,472	0,429
	40	88,021	0,207

Las tablas 4 y 5 muestran los resultados de módulo complejo (G^*) y el ángulo de fase (δ) de los materiales envejecidos en RTFOT a 1h y 3h a 80°C. Se observa que los materiales envejecidos en RTFOT con sólidos presentan un módulo complejo mayor que el material original con sólidos, es decir, que el grado de envejecimiento ha incrementado la resistencia a la deformación permanente. Por otro lado, el ángulo de fase disminuyó en estas muestras por lo cual los MBL tendrán un comportamiento más elástico que el material original sin envejecer.

El envejecimiento en RTFOT a 3 horas en los dos materiales, proporciona un G^* más alto y un ángulo de fase menor y, por ende, una mayor rigidez y un comportamiento más elástico en comparación con el envejecimiento a 1 hora. Además, que el comportamiento del material en los trenes de prueba se asemeja más al envejecido a 3 horas en laboratorio en los dos materiales tanto en su módulo complejo como en el ángulo de fase.

ENVEJECIMIENTO A CORTO PLAZO DE MATERIALES LIGANTES DE BAJA VISCOSIDAD

Tabla 4*Propiedades reológicas del MBL 1 envejecido a corto plazo.*

Muestra	Temperatura (°C)	δ (grados)	G* (kPa)
MBL 1 envejecido en RTFOT a 1h 80°C	28	79,335	3,216
	34	82,019	1,387
	40	85,133	0,481
MBL 1 sin sólidos de RTFOT a 1h 80°C	28	81,760	0,400
	34	83,981	0,183
	40	85,543	0,092
MBL 1 envejecido en RTFOT a 3h 80°C	28	77,060	4,639
	34	80,252	2,118
	40	84,293	0,628
MBL 1 sin sólidos de RTFOT a 3h 80°C	28	79,366	0,926
	34	82,344	0,420
	40	84,504	0,198

ENVEJECIMIENTO A CORTO PLAZO DE MATERIALES LIGANTES DE BAJA VISCOSIDAD

Muestra extraída de	28	79,160	0,952
los trenes de prueba	34	82,066	0,436
	40	84,107	0,205

Tabla 5

Propiedades reológicas del MBL 2 envejecido a corto plazo.

Muestra	Temperatura (°C)	δ (grados)	G* (kPa)
MBL 2 envejecido en RTFOT a 1h 80°C	28	85,227	5,386
	34	86,635	2,154
	40	87,599	0,925
MBL 2 sin sólidos de RTFOT a 1h 80°C	28	85,761	2,505
	34	87,062	1,052
	40	87,992	0,473
	28	85,312	6,496

ENVEJECIMIENTO A CORTO PLAZO DE MATERIALES LIGANTES DE BAJA VISCOSIDAD

MBL 2 envejecido	34	86,774	2,558
en RTFOT a 3h 80°C	40	87,886	1,068
	28	85,598	4,211
MBL 2 sin sólidos	34	86,657	1,886
de RTFOT a 3h 80°C	40	87,598	0,208
Muestra extraída de	28	85,926	2,082
los trenes de prueba	34	87,32	0,855
	40	88,305	0,372

5.2.6. Creep Recovery

En este apartado se presentan los resultados del ensayo creep-recovery como se observan en las tablas 7 y 8 a esfuerzos de 100 Pa y 2000 Pa, sometiendo las muestras con sólidos envejecidas y sin envejecer a temperaturas de 28°C y 40°C. En la tabla 6 se evidencia que, a 28°C, el MBL 1 envejecido muestra una capacidad de recuperación mayor a 3h que a 1h, sin embargo, a 40°C, la recuperación es prácticamente inexistente en los dos casos, lo que sugiere que el aumento de la temperatura reduce significativamente la capacidad del material para recuperar su forma original después de la deformación. Por otro lado, en la tabla 7 a 28°C, el MBL 2 muestra una capacidad de recuperación mayor a 3 horas de envejecimiento en RTFOT, pero al igual que el MBL 1, a 40°C la recuperación es inexistente. Además, se presenta mayor capacidad de

ENVEJECIMIENTO A CORTO PLAZO DE MATERIALES LIGANTES DE BAJA VISCOSIDAD

recuperación a esfuerzos de 100 que a 2000 en los dos materiales, ya que el comportamiento de los materiales viscoelásticos es altamente dependiente de la temperatura y del esfuerzo aplicado (Sandoval Navarro y Cremades Ibáñez, 2007).

Tabla 6

Porcentaje de recuperación del MBL 1 envejecido en el ensayo creep-recovery.

Muestra	Temperatura (°C)	%Recuperación	
MBL original		1,8%	0,0%
MBL 1 envejecido en RTFOT a 1h 80°C	28	3,4%	0,0%
MBL 1 envejecido en RTFOT a 3h 80°C		4,9%	0,62%
MBL original		0,0%	0,0%
MBL 1 envejecido en RTFOT a 1h 80°C	40	0,0%	0,0%
MBL 1 envejecido en RTFOT a 3h 80°C		0,88%	0,0%

ENVEJECIMIENTO A CORTO PLAZO DE MATERIALES LIGANTES DE BAJA VISCOSIDAD

Tabla 7

Porcentaje de recuperación del MBL 2 envejecido en el ensayo creep-recovery.

Muestra	Temperatura (°C)	%Recuperación	
		$R_{0,1}$	$R_{2,0}$
MBL 2 original		2,4%	0,0%
MBL 2 envejecido en RTFOT a 1h 80°C	28	4,1%	1,5%
MBL 2 envejecido en RTFOT a 3h 80°C		7,7%	4,2%
MBL 2 original		0,0%	0,0%
MBL 2 envejecido en RTFOT a 1h 80°C	40	0,22%	0,0%
MBL 2 envejecido en RTFOT a 3h 80°C		2,7%	0,0%

5.2.7. Índice de envejecimiento

De acuerdo con las especificaciones generales de construcción de carreteras (INVIAS, 2022), el índice de envejecimiento del asfalto luego de la prueba de acondicionamiento en película delgada rotatoria, según la norma de ensayo INV E-720 está dada por la relación de viscosidades (60°C) del asfalto residual (después del envejecimiento) y el asfalto original (antes del envejecimiento) representada en la ecuación [1] y su valor máximo es de 4 para cualquier grado de penetración.

ENVEJECIMIENTO A CORTO PLAZO DE MATERIALES LIGANTES DE BAJA VISCOSIDAD

En la figura 11 y 12 se pueden ver representadas las gráficas de los dos MBL con sólidos sin envejecer y envejecidos a 3h y 80°C, dado que como se ha mencionado con anterioridad a estas condiciones es donde mayor se asemeja el grado de envejecimiento respecto al tren de prueba. De esta manera el índice de envejecimiento del MBL 1 y MBL 2 dada por la relación de las viscosidades (60°C) es 1,72 y 1,93 respectivamente. Esto nos indica que el MBL no ha experimentado un envejecimiento significativo, por lo tanto, mantendrá su flexibilidad durante la mezcla y la compactación.

$$\text{Índice de envejecimiento} = \frac{\text{Viscosidad del asfalto residual a } 60^{\circ}\text{C}}{\text{Viscosidad del asfalto original a } 60^{\circ}\text{C}} \quad [1]$$

Figura 11

Viscosidad del MBL 1 con sólidos sin envejecer y envejecido.

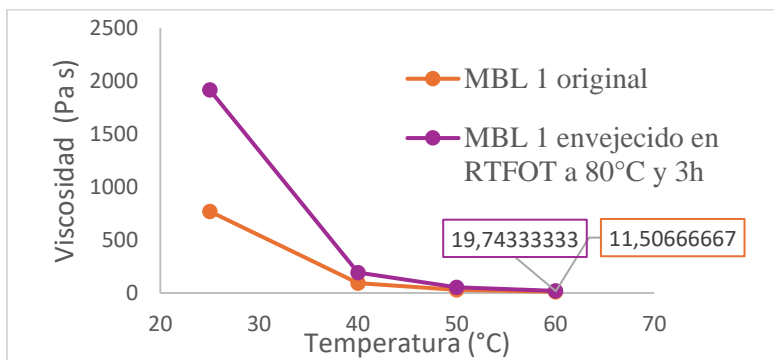
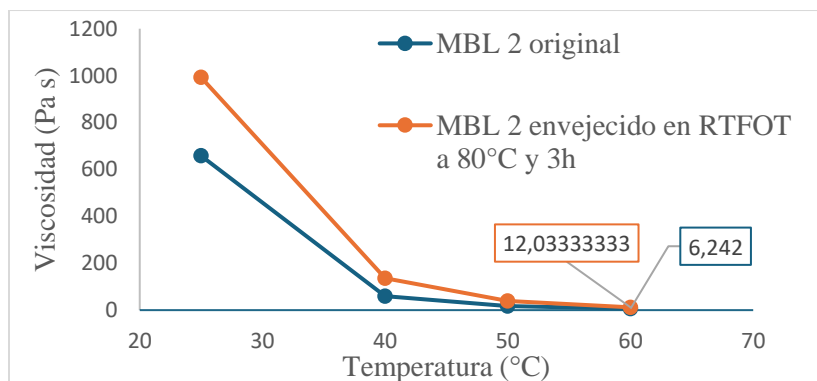


Figura 12

Viscosidad del MBL 2 con sólidos sin envejecer y envejecido.



ENVEJECIMIENTO A CORTO PLAZO DE MATERIALES LIGANTES DE BAJA VISCOSIDAD

Conclusiones

Se identificó que el tiempo y la temperatura, son los factores más influyentes que afectan el grado de envejecimiento y se ve reflejado en el cambio de las propiedades fisicoquímicas y reológicas en el envejecimiento a corto plazo de los MBL.

Los resultados obtenidos en los ensayos de análisis termogravimétrico establecieron que, a 60°C, que es la temperatura máxima que podrían alcanzar los materiales ya sea durante el proceso constructivo o durante el servicio, los MBL tendrán estabilidad térmica, lo que asegura que puede mantener sus propiedades estructurales a temperaturas inferiores a 60°C.

La capacidad de recuperación de los materiales envejecido es mayor a esfuerzos de 100 Pa que a 2000 Pa; es decir que el material a bajos esfuerzos presenta una respuesta positiva a la recuperación. Sin embargo, es relevante destacar que las vías estabilizadas con MBL no estarán expuestas a las mismas cargas ni esfuerzos que se aplican a un pavimento tradicional.

Los resultados del índice de envejecimiento indican que los dos materiales no se envejecieron significativamente, según los límites propuestos para asfaltos. Sin embargo, aunque este índice nos indica que tanto se envejeció el material, no es el único factor determinante para evaluar el grado de envejecimiento porque como ya se demostró los cambios en las propiedades fisicoquímicas y reológicas del material también influyen en este.

Según los resultados obtenidos, los dos materiales ligantes de baja viscosidad exhiben un potencial considerable para su aplicación en vías terciarias, esto debido a que las propiedades evaluadas demuestran que estos materiales podrían ofrecer una buena resistencia y desempeño, bajo las condiciones operativas características de este tipo de infraestructura.

ENVEJECIMIENTO A CORTO PLAZO DE MATERIALES LIGANTES DE BAJA VISCOSIDAD

Recomendaciones

Dado que se trata de materiales nuevos, la información disponible en la literatura es limitada. Por lo tanto, se recomienda realizar estudios sobre el envejecimiento a largo plazo mediante el ensayo de Pressure Aging Vessel (PAV), que permite simular las condiciones que el material experimenta a lo largo de su vida útil.

Asimismo, se recomienda realizar estudios y ensayos adicionales para profundizar en la evaluación del envejecimiento de estos materiales. Ensayos como los de penetración, ductilidad y fraccionamiento SARA, resultan especialmente relevantes para prever el desempeño a largo plazo.

Referencias Bibliográficas

- Airey, G. D. (2003). State of the art report on ageing test methods for bituminous pavement materials. *International Journal of Pavement Engineering*, 4(3), 165-176. Obtenido de <https://trid.trb.org/View/700408>
- Alarcón, J., Jiménez, M., & Benítez, R. (2020). Estabilización de suelos mediante el uso de lodos aceitoso. *Revista Ingeniería de Construcción*, 35(1), 5-20.
doi:<https://trid.trb.org/View/700408>
- Betancourt Cardozo, F. (2018). *Evaluación de los cambios químicos que experimenta el asfalto durante el proceso de envejecimiento a corto plazo y su relación con algunas propiedades físico-mecánicas (Tesis de Doctorado. Universidad nacional de Colombia)*. Repositorio institucional UNAL.
doi:<https://repositorio.unal.edu.co/handle/unal/69084>
- Carvajal Murillo, L. X. (2024). *Efecto de la temperatura sobre las propiedades reológicas de materiales bituminosos ligantes obtenidos a partir de subproductos del proceso de refinación del petróleo (Tesis de Pregrado. Universidad Industrial de Santander)*. Universidad Industrial de Santander. Obtenido de <https://noesis.uis.edu.co/handle/20.500.14071/42478>
- Castro López, W. A. (2016). Evaluación de las propiedades reológicas y térmicas de un asfalto convencional y uno modificado con un desecho de PEBD. *Ingeniería*, 21(1), 7-18. doi:<https://doi.org/10.14483/udistrital.jour.reving.2016.1.a01>
- Colegio de Ingenieros, T. d. (22 de Noviembre de 2022). *Los ligantes bituminosos en la ingeniería civil*. Obtenido de INGENIEROS.ES: <https://ingenieros->

ENVEJECIMIENTO A CORTO PLAZO DE MATERIALES LIGANTES DE BAJA VISCOSIDAD

civiles.es/actualidad/actualidad/1/1283/los-ligantes-bituminosos-definicion-tipos-y-ventajas-de-su-aplicacion-en-la-ingenieria-civil

Duque Santana, J. D. (2024). *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 (Tesis de Pregrado. Universidad Industrial de Santander)*. Universidad Industrial de Santander. Obtenido de <https://noesis.uis.edu.co/handle/20.500.14071/42424>

Garnica Anguas, P., Flores Flores, M., Gomez Lopez, J. A., & Delgado Alamilla, H. (2005). *Caracterización geomecánica de mezclas asfálticas*. Publicación Técnica, 267. Obtenido de <https://trid.trb.org/View/1094813>

González, M., & Barceló, F. (2018). *Reología de los ligantes españoles en el contexto del anexo informativo de la nueva EN12591*. XIII Jornada Nacional ASEFMA.

Hunter, R. N. (1994). *Bituminous mixtures in road construction*. Thomas Telford .

INVIAS, M. d. (2022). *Especificaciones generales de construcción de carreteras*. Resolución Número 4561 de 29 de noviembre de 2022.

Loría Salazar, L. G., Aguiar Moya, J. P., Baldi Sevilla, A., & Villegas Villegas, R. E. (2017). *Evaluación de la oxidación de asfaltos mediante ensayos acelerados y condiciones reales de campo*. Presentado en XIX CILA, Congreso Ibero-Latinoamericano del Asfalto, Colombia. Obtenido de <https://www.lanamme.ucr.ac.cr/repositorio/handle/50625112500/1031>

Lozano Ruiz, L. P. (2002). *Estudio preliminar de los efectos de modificadores poliméricos en las características reológicas de los asfaltos para pavimento*(Tesis de

ENVEJECIMIENTO A CORTO PLAZO DE MATERIALES LIGANTES DE BAJA VISCOSIDAD

- Pregrado.Universidad de los Andes*). Séneca Repositorio institucional. Obtenido de <http://hdl.handle.net/1992/15739>
- Lozano Ruiz, S. L. (2005). *Asfaltos modificados con PVC reciclado de cables (Tesis de Pregrado.Universidad de los Andes)*. Séneca Repositorio Institucional. Obtenido de <http://hdl.handle.net/1992/21789>
- Lu, X., & Isacsson, U. (2002). *Effect of ageing on bitumen chemistry and rheology*. (Vol. 16). Construction and Building materials.
- Memon, A. M., Sutanto, M. H., Napiah, M., Yusoff, N. I., Memon, R. A., Al-Sabaei, A. M., & Ali, M. (2021). *Physicochemical, rheological and morphological properties of bitumen incorporating petroleum sludge* (Vol. 297). Construction and Building Materials. doi:<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.123738>
- Peralta Vásquez, J. F. (2024). *EVALUACIÓN DE LAS PROPIEDADES REOLÓGICAS DE MATERIALES BITUMINOSOS LIGANTES OBTENIDOS A PARTIR DE SUBPRODUCTOS DEL PROCESO DE REFINACIÓN DEL PETRÓLEO*(Tesis de pregrado.Universidad Industrial de Santander). Universidad Industrial de Santander. Obtenido de <https://noesis.uis.edu.co/handle/20.500.14071/42362>
- Perdomo Rengifo, M. C. (2018). *Evaluación del efecto de la bioaumentación con hongos durante la degradación de borras aceitosas de la industria petrolera*(Tesis de Pregrado. Pontificia Universidad Javeriana). Repositorio Institucional Javeriano. Obtenido de <http://hdl.handle.net/10554/39219>
- Pinzón Zapata, F. (2022). *Ensayos para evaluar el fenómeno de ahuellamiento en mezclas asfálticas: Revisión (Tesis de Pregrado. Universidad Distrital Francisco José de Caldas)*.

ENVEJECIMIENTO A CORTO PLAZO DE MATERIALES LIGANTES DE BAJA VISCOSIDAD

Repositorio Institucional Francisco José de Caldas. Obtenido de

<http://hdl.handle.net/11349/38063>

Qu, L., She, P., Wang, Y., Liu, F., Zhang, D., Chen, L., . . . Wu, Y. (2016). Effects of norspermidine on *Pseudomonas aeruginosa* biofilm formation and eradication. *Microbiologyopen*, 2(3), 402-412. doi:<https://doi.org/10.1002/mbo3.338>

Ramirez, A., Loria-Salazar, L. G., Blancas, V. H., & Arroyo, J. (2023). *RELACIÓN ENTRE EL MODULO DE ENTRECruzAMIENTO (TCROSS) Y LA QUÍMICA DEL ASFALTO DE ACUERDO CON EL MÉTODO RHEO+*. XII Consejo directivo AMAAC, Asociación Mexicana del Asfalto, A.C. Obtenido de <https://amaac.mx/>

Rojas, J. M., Amado, H., Fernández, W. D., & Reyes, F. A. (2013). Efectos de la radiación ultravioleta en asfaltos colombianos. *Revista Científica*, 15(1), 96-104.

doi:<https://doi.org/10.14483/23448350.3947>

Rondon Mogollon, J. M. (2021). *Envejecimiento de asfaltos y mezclas asfálticas: revisión teórica* (Tesis de pregrado. Universidad Santo Tomas). Repositorio institucional.

Obtenido de <http://hdl.handle.net/11634/42673>

Sandoval Navarro, I., & Cremades Ibáñez, I. (2007). *Caracterización de asfaltos mediante creep repetido*. Presentado en XIV CILA, Congreso Ibero-Latinoamericano del Asfalto, Cuba. Obtenido de <https://studylib.es/doc/7867281/caract.-asfaltos-creep-repetido-aec>

Vargas, X., Afanasjeva, N., Álvarez, M., Marchal, P., & Choplin, L. (2008). Evolución del comportamiento viscoelástico del asfalto inducida bajo termo-oxidación in situ en un reo-reactor. *Dyna*, 75(155), 191-198. Obtenido de

<https://repositorio.unal.edu.co/handle/unal/22990>

ENVEJECIMIENTO A CORTO PLAZO DE MATERIALES LIGANTES DE BAJA VISCOSIDAD

Villegas Villegas, R. E., Aguiar Moya, J. P., & Loría Salazar, L. G. (2015). *Estudio del envejecimiento y oxidación de asfaltos con FTIR y su relación con los parámetros reológicos*. Memorias XVIII CILA. Obtenido de <https://www.lanamme.ucr.ac.cr/repositorio/handle/50625112500/621>

Zupanick, M., & Baselice, V. (1997). Characterizing asphalt volatility. *Transportation research record*, 1586(1), 1-9. Obtenido de <https://journals.sagepub.com/doi/abs/10.3141/1586-01>

ENVEJECIMIENTO A CORTO PLAZO DE MATERIALES LIGANTES DE BAJA VISCOSIDAD

Apéndices

Apéndice A: Horno Rotatorio de Pelicula Delgada (RTFOT)



Apéndice B: Reómetro de Corte Dinámico (DSR) AR2000ex



ENVEJECIMIENTO A CORTO PLAZO DE MATERIALES LIGANTES DE BAJA VISCOSIDAD

Apéndice C: BrookfieldRV-DV2T



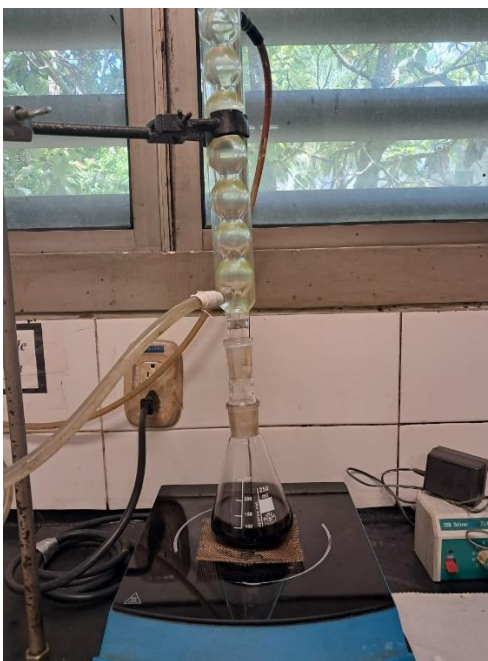
Apéndice D: Sólidos extraídos de las muestras envejecidas



Nota: el recipiente de la derecha contiene los sólidos del MBL1 y el de la izquierda contiene los sólidos del MBL 2

ENVEJECIMIENTO A CORTO PLAZO DE MATERIALES LIGANTES DE BAJA VISCOSIDAD

Apéndice E: Montaje de ensayo insolubles en N-heptano



Apéndice F: Crisoles con la muestra dentro de la mufla

