

Efecto De La Temperatura Sobre Las Propiedades Reológicas De Materiales Bituminosos
Ligantes Obtenidos A Partir De Subproductos Del Proceso De Refinación Del Petróleo

Laura Ximena Carvajal Murillo

Trabajo de Grado para optar el título de Ingeniera Química
Modalidad Investigación

Director

Yuly Fernanda López Contreras

Doctora en Ingeniería Química

Codirector

Ramiro Martínez Rey

Doctor en Ingeniería Química

Universidad Industrial de Santander
Facultad de Ingenierías Físicoquímicas
Escuela de Ingeniería Química
Bucaramanga

2024

Dedicatoria

A mi padre, Juan Carlos, Mi ángel. Por su ejemplo, enseñanzas y amor, gracias a ti por todo lo que me enseñaste y me brindaste. Todo esto es por ti y para ti. Guardo tu sonrisa en mis ojos, tu valentía en mis huesos y tu alegría en mi alma.

Agradecimientos

A Dios gracias por resguardar y cuidar mis pasos, por llenarme de capacidades, aptitudes, sabiduría, inteligencia y perseverancia en esta etapa de mi vida.

A mis padres, Juan Carlos y Eva, mis hermanos Angela, Felipe y Diego, por ser mis principales promotores de sueños, que privilegio tenerlos. Han sido ejemplo a seguir, gracias por creer en mí, por su apoyo, confianza y el amor que me brindan. Por sus sacrificios y esfuerzos, por siempre estar y ser parte de cada logro. Le doy gracias a Dios por permitirme tenerlos en mi vida.

A mi abuela Lucre por sus palabras de aliento, por sus abrazos y por tenerme siempre en sus oraciones, esto también es por ti abuelita. A mis primos, que siempre estuvieron a mi lado contribuyendo a mi fortaleza y ánimo.

A mis amigos y personas que la vida puso en mi camino, gracias por ser soporte, por acompañarme en momentos difíciles y alegres. Por su apoyo, confianza y cariño han sido invaluable.

A David, gracias por tu apoyo incondicional, por darme ánimo. Por estar en los momentos difíciles. Gracias por tu compañía y tu amor. Por ser mi lugar seguro.

Tabla de contenido

Introducción	9
1. Objetivos	11
1.1 Objetivo General	11
1.2 Objetivos Específicos	11
2. Marco Conceptual	12
2.1 Residuos aceitosos	12
2.2 Ligantes Bituminosos.....	12
2.3 Asfalto.....	13
2.3.1 Composición del Asfalto.....	13
2.3.2 Asfáltenos	13
2.3.3 Resinas	13
2.3.4 Saturados.....	13
2.3.5 Aromáticos.....	14
2.4 Envejecimiento del Asfalto.....	14
2.5 Envejecimiento a corto plazo	15
2.6 Envejecimiento a largo plazo.....	16
2.7 Fenómeno de ahuellamiento	16
2.8 Falla por fatiga	16
2.9 Elasticidad del asfalto	17
3. Estado del Arte.....	17
4. Metodología	20
4.1 Etapa 0	20
4.2 Etapa 1:.....	20
4.2.1 Densidad (INV-E-707).....	22
4.2.3 Insolubles en n-Heptano (ASTM D3279-19).....	23
4.2.4 Insolubles en tricloroetileno TCE (INV E-713-13)	23
4.2.5 Cenizas (INV E-705-13)	23
4.2.6 Viscosidad (INV E-717-13).....	24
4.2.7 Propiedades reológicas del MBL.....	24

EFECTO DE LA TEMPERATURA SOBRE LAS PROPIEDADES REOLOGICAS DEL MBL

4.2.8 Análisis SARA.....	24
4.2.9 Análisis Termogravimétrico TGA	25
4.2.10 Espectroscopia de Infrarrojo con Transformada de Fourier FTIR.....	25
4.2.11 Extracción de ligante bituminoso de probetas del tren de prueba	25
5. Resultados	27
5.1 Caracterización del MBL original y sin sólidos	27
5.1.1. Insolubles en TCE.....	27
5.1.2 Insolubles en n-heptano	28
5.1.3 Contenido de cenizas	29
5.1.4 Curvas de viscosidad.....	29
5.1.5 Composición S.A.R.A.....	30
5.1.6 Análisis Termogravimétrico	31
5.1.7 Análisis Infrarrojo FTIR	31
5.2 Envejecimiento a corto y largo plazo.....	32
5.2.1 Curvas de viscosidad.....	33
5.2.3 Análisis Infrarrojo FTIR	36
5.2.4 Análisis termogravimétrico.....	35
5.3. Análisis de propiedades reológicas	37
5.3.1 Factor de ahuellamiento y fisura por fatiga	38
5.3.2 Creep recovery	40
6. Conclusiones.....	41
Referencias Bibliográficas	43

Lista de tablas

Tabla 1 Ensayos de caracterización fisicoquímica y reológica sobre el MBL original y sin sólidos.	22
Tabla 2 Caracterización de MBL original y MBL sin sólidos	27
Tabla 3 Composición SARA	30
Tabla 4 Caracterización muestras envejecidas.....	33
Tabla 5 Comparación de las fracciones SARA.....	35
Tabla 6 Propiedades reológicas.....	38
Tabla 7 Factor de ahuellamiento y fisuración por fatiga.....	39
Tabla 8 Resultados ensayo creep repetitivo	40

Lista de figuras

Figura 1 Descripción de la metodología del trabajo de investigación	20
Figura 2 Espectro infrarrojo de sólidos extraídos del MBL.....	28
Figura 3 Curva de viscosidad MBL original y sin sólidos.....	30
Figura 4 Análisis termogravimétrico MBL Original y sin sólidos.....	31
Figura 5 Espectros infrarrojos MBL original y sin sólidos.....	32
Figura 6 Espectros infrarrojos de muestras envejecidas. Espectros infrarrojos de muestras envejecidas	36
Figura 7 Análisis TGA muestras envejecidas	37

Lista de apéndices

Apéndice A. Estructura coloidal del asfalto.....	46
Apéndice B Horno Rotatorio de Película Delgada (RTFO).....	46
Apéndice C Cámara de envejecimiento a presión PAV	47
Apéndice D. Maquina Centrifuga Pinzuar ELG-601	48
Apéndice E. Rotoevaporador IKA RV 10	48
Apéndice F. Picnómetros con ligante	49
Apéndice G. Montaje ensayo insolubles en n-Heptano	49
Apéndice H. Montaje Insolubles en TCE	49
Apéndice I. Muestras en Ultrasonido.....	50
Apéndice J. Crisoles dentro de mufla	50
Apéndice K. Brookfield RV—DV2T	50
Apéndice L. Reometro de Corte Dinamico (DSR) AR2000ex	51
Apéndice M. Muestra dentro de platos metálicos.....	51
Apéndice N. Preparación de probeta para extracción de ligante	51
Apéndice O. Preparación de la muestra para RTFO	52
Apéndice P. Preparación de la muestra para PAV	52
Apéndice Q. Insolubles en TCE a) MBL original b) MBL sin sólidos.....	52
Apéndice R. Insolubles en n-Heptano a) MBL original b) MBL sin sólidos	53
Apéndice S. Contenido de cenizas a) MBL original b) MBL sin sólidos.....	53
Apéndice T. Envejecimiento del MBL original en RTFO a diferentes condiciones	53
Apéndice U. Curvas de viscosidad muestras envejecidas.....	54

Resumen

Título: Efecto de la temperatura sobre las propiedades reológicas de materiales ligantes

bituminosos obtenidos a partir de subproductos del proceso de refinación del petróleo. *

Autor: Laura Ximena Carvajal Murillo. **

Palabras clave: MBL, envejecimiento, RTFO, PAV, ángulo de fase, módulo complejo, SARA, TGA.

Descripción: Los subproductos obtenidos del proceso de la refinación del petróleo como los residuos aceitosos, generan daños medioambientales al ser desechados. Se ha encontrado la manera de aprovechar dichos residuos y sometiendo a tratamientos termoquímicos, obteniendo un material con propiedades similares a las del asfalto, denominado material bituminoso ligante (MBL). Dicho material contiene sólidos inorgánicos dispersos en él.

En esta investigación, se realizaron ensayos comúnmente utilizados para el asfalto, para determinar el efecto de la temperatura sobre las propiedades reológicas del MBL. Se sometió el MBL a envejecimiento a corto plazo mediante RTFO, y envejecimiento a largo plazo en PAV. El MBL se evaluó con sólidos inorgánicos y sin sólidos para determinar el efecto que tendrían los sólidos en las propiedades de material. Las propiedades reológicas se evaluaron determinando el ángulo de fase δ y el módulo complejo G^* , además el factor de ahuellamiento y fisura por fatiga junto con el porcentaje de elasticidad mediante el ensayo creep repetitivo. La caracterización química se realizó por medio del fraccionamiento SARA, así como el análisis de grupos funcionales FTIR y estabilidad térmica por medio del análisis termogravimétrico TGA. Se analizó y comparó una muestra del MBL envejecido en campo junto con el MBL envejecido en laboratorio mediante ensayos de envejecimiento acelerado.

Los resultados obtenidos indican cambios con el envejecimiento como un aumento de los grupos carbonilo y sulfóxido. Disminución de aromáticos y aumento de asfaltenos. Con el análisis termogravimétrico es posible concluir que el material es estable térmicamente a las condiciones de servicio. El material demostró ser susceptible al envejecimiento. Los sólidos y el cambio de fracciones SARA tienen un efecto significativo en la reología del material.

Respecto al factor de ahuellamiento y fisura por fatiga, los MBL originales con y sin sólidos a temperaturas mayores de 40°C presentarían falla por deformación. A mayor temperatura y envejecimiento prolongado, el MBL tiene menor porcentaje de recuperación.

*Trabajo de Grado

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

Abstract

Title: Effect of temperature on the rheological properties of bituminous binder materials obtained from byproducts of the petroleum refining process. *

Author: Laura Ximena Carvajal Murillo. **

Keywords: MBL, aging, RTFO, PAV, phase angle, complex module, SARA, TGA.

Description: The byproducts obtained from the petroleum refining process such as Oily waste generates environmental damage when discarded. The way of using said waste and subjecting it to thermochemical treatments, obtaining a material with properties similar to those of asphalt, called bituminous binder material (MBL). Said material contains inorganic solids dispersed in it.

In this research, tests commonly used for asphalt were carried out, to determine the effect of temperature on the rheological properties of MBL. The submitted MBL to short-term aging through RTFO, and long-term aging in PAV. The MBL was evaluated with inorganic solids and without solids to determine the effect the solids in material properties. The rheological properties were evaluated by determining the phase angle δ and the complex modulus G^* , in addition to the rutting and fatigue cracking factor along with the percentage of elasticity through the repetitive creep test. The characterization Chemistry was carried out through SARA fractionation, as well as group analysis FTIR functionalities and thermal stability through TGA thermogravimetric analysis. It was analyzed and compared a sample of the field-aged MBL together with the laboratory-aged MBL through accelerated aging tests.

The results obtained indicate changes with aging such as an increase in carbonyl and sulfoxide groups. Decrease in aromatics and increase in asphaltenes. With the analysis thermogravimetric it is possible to conclude that the material is thermally stable to the conditions of service. The material proved to be susceptible to aging. Solids and the change of SARA fractions have a significant effect on the rheology of the material.

Regarding the rutting and fatigue cracking factor, the original MBLs with and without solids. At temperatures greater than 40°C they would present failure due to deformation. At higher temperatures and prolonged aging, the MBL has a lower recovery percentage.

*Bachelor Thesis

** Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. Advisor: Yuly Fernanda López Contreras, PhD.
Co-director: Ramiro Martínez Rey. PhD

Introducción

A lo largo de los años el petróleo se ha convertido en el motor de la economía colombiana, siendo uno de los recursos no renovables que ha generado mayor renta al país; es fuente de energía y de él derivan muchos productos y elementos que usamos hoy en día, sin embargo, en el proceso de refinación se genera gran cantidad de residuos aceitosos y subproductos los cuales son altamente contaminantes y afectan el aire, agua y suelo, (K. Torres, 2014). Con el fin de mitigar el impacto ambiental, los residuos y subproductos pueden ser utilizados como materia prima para una vez sometidos a un tratamiento termoquímico originar un nuevo material que se ha denominado material bituminoso ligante (MBL). Este nuevo material puede ser empleado para el mejoramiento de vías terciarias por sus propiedades ligantes, aunque presenta un contenido de sólidos inorgánicos significativos procedentes de los residuos aceitosos empleados para su producción. Las propiedades fisicoquímicas y la resistencia mecánica de este material son inferiores a las de los asfaltos convencionales debido al menor contenido de hidrocarburos de alto peso molecular. Por lo que este material se asemeja a los asfaltos rebajados de menor viscosidad y se hace necesario someter a una etapa de curado la mezcla con agregados pétreos previo a la etapa de construcción de la estructura del pavimento.

Las propiedades de los asfaltos cambian con el tiempo debido a las condiciones climáticas y de proceso, generando un fenómeno denominado envejecimiento. Este fenómeno es estudiado en laboratorio empleando un horno de película delgada rotatorio (RTFO), el cual simula el efecto de la temperatura en las etapas de mezclado y colocación del asfalto, considerado como envejecimiento a corto plazo, y en una cámara de envejecimiento a presión (PAV), se simula el envejecimiento a largo plazo, correspondiente a él generado por los factores medio ambientales y las cargas recibidas durante el tiempo de servicio.

Por lo anterior, y teniendo en cuenta que el MBL es un material nuevo del cual se desconoce su respuesta a los factores que pueden influenciar el envejecimiento y no se cuenta con información de las propiedades reológicas, es de suma importancia preguntarnos, ¿Cuál es el efecto de la temperatura sobre las propiedades reológicas del material bituminoso ligante obtenido a partir de subproductos del proceso de refinación del petróleo?

1. Objetivos

1.1. Objetivo General

Evaluar el efecto de la temperatura sobre las propiedades reológicas de materiales bituminosos ligantes obtenidos a partir de subproductos del proceso de refinación del petróleo.

1.2. Objetivos Específicos

- Identificar las propiedades fisicoquímicas y reológicas que mayor influencia tienen sobre el envejecimiento del ligante bituminoso.
- Estudiar el efecto del envejecimiento a diferentes condiciones sobre el MBL mediante tratamientos térmicos empleando un horno de película delgada rotatoria (RTFO) y una cámara de envejecimiento a presión (PAV).
- Evaluar el efecto de la temperatura sobre el envejecimiento del ligante bituminoso a través de los cambios en las propiedades fisicoquímicas y reológicas.

2. Marco Conceptual

A continuación, se muestran las definiciones de los procesos que se llevan a cabo para estudiar en el envejecimiento del ligante, variables y algunos conceptos que son esenciales para comprender el propósito de la investigación.

2.1. Residuos aceitosos

Los residuos aceitosos generados por el proceso de producción, transporte y refinación de petróleo son el desecho más importante que genera la industria petrolera. Los residuos son una mezcla compuesta principalmente por hidrocarburos, agua, metales pesados y partículas sólidas, presentando una naturaleza peligrosa. Su generación en grandes volúmenes, no solo en Colombia sino en todo el mundo, ha generado una preocupación creciente sobre su tratamiento efectivo ya que un tratamiento inadecuado trae consigo daños al medio ambiente como la contaminación de agua y el suelo, (Guangji, et al, 2013).

La composición química de los residuos aceitosos puede variar dependiendo de la fuente de petróleo, el esquema de procesamiento, los equipos y reactivos utilizados en el proceso de refinado. Por ejemplo, el contenido total de hidrocarburos de petróleo en los lodos aceitosos suele variar entre 15% y 50% en peso, mientras que los contenidos de agua y sólidos varían entre 30-85% y 5-46%, respectivamente, (Delgado, 2022).

2.2. Ligantes Bituminosos

Los ligantes bituminosos son productos elaborados a partir de hidrocarburos con propiedades aglomerantes, estos son utilizados en la fabricación de mezclas asfálticas para la pavimentación de carreteras. Dependiendo de su procedencia, composición química y propiedades reológicas estos ligantes pueden ser de diferentes tipos y características. Los ligantes bituminosos pueden ser fondos de vacío como el asfalto, que se compone de dos grupos principales: máltenos, que incluyen resinas, aromáticos, saturados, y otro grupo conformado por asfáltenos. El contenido de asfáltenos influye en gran medida en las características reológicas del asfalto. Al aumentar el contenido de asfáltenos, el asfalto se vuelve más duro y viscoso. Los ligantes bituminosos son materiales viscoelásticos, es decir, al aumentar la temperatura se comporta como un líquido y al disminuirla se comporta como un sólido viscoelástico, (Colegio de Ingenieros, 2022).

2.3. Asfalto

El asfalto es un material bituminoso de color negro, viscoso, aglomerante, de alto peso molecular, es una mezcla de un gran número de hidrocarburos de diverso carácter que son solubles unos en otros en diversas proporciones. Considerado como una dispersión coloidal; las moléculas más pesadas se agrupan formando micelas las cuales forman la fase dispersa, mientras las más ligeras constituyen la fase continua. En el apéndice A, se observa la estructura coloidal del asfalto. Puede ser sólido o semisólido, sus constituyentes predominantes son los hidrocarburos, y pequeñas cantidades de sulfuros, oxígeno y nitrógeno, (Lozano, 2002).

2.3.1. Composición del Asfalto

El asfalto es un compuesto conformado básicamente por cuatro grandes grupos: saturados, aromáticos, resinas y asfáltenos. Cada uno suministra características que definen su comportamiento, (León, 2012).

2.3.2. Asfáltenos

Los asfáltenos son sólidos totalmente amorfos de color negro o café oscuro, altamente polares, insolubles en n-heptano y que contienen además de carbono e hidrógeno, algo de sulfuro y oxígeno. El contenido de asfáltenos tiene una estrecha relación con las propiedades reológicas del ligante, ya que al incrementarse proporciona rigidez, durabilidad y alta viscosidad, (Ospino, 2009).

2.3.3 Resinas

Las resinas son de color marrón oscuro, semisólidos, altamente polares. Son compuestos de hidrógeno y carbono y contienen pequeñas cantidades de oxígeno, sulfuro y nitrógeno. Su función dentro del asfalto es actuar como aglutinante y adherente. Con procesos oxidativos experimenta aumentos lo que lleva a un aumento en la rigidez y viscosidad, (León, 2012 & Lozano, 2002).

2.3.4 Saturados

Los saturados tienden a ser de color claro en su mayoría, su peso molecular es similar a los aromáticos, son la fracción menos polar, representan entre 5% y 20% del peso molecular del asfalto. Su presencia en menor o mayor concentración modifica propiedades como la viscosidad debido a que gracias a estos los asfaltos se pueden manipular; un incremento de estos ablanda el asfalto, (León, 2012 & Lozano, 2002).

2.3.5 Aromáticos

Los aromáticos son líquidos viscosos, es la fracción con menor peso molecular, son no polares y representan entre el 40% y 45% de la composición del asfalto. Tienen una alta habilidad para disolver hidrocarburos de alto peso molecular, (León, 2012 & Lozano, 2002).

2.4 Envejecimiento del Asfalto

El envejecimiento de asfaltos es un fenómeno natural que impacta la calidad y duración del pavimento. Este proceso ocurre debido a la exposición a factores ambientales como la temperatura, la radiación solar, el oxígeno y el agua, lo que provoca cambios en las propiedades físicas y químicas del asfalto. Como resultado, el pavimento puede sufrir un endurecimiento, agrietamiento y pérdida de elasticidad, lo que reduce su vida útil y aumenta los costos de mantenimiento (Fernández, et al, 2013). Los mecanismos que intervienen en el proceso están relacionados a cambios de orden químico, físico, mecánico y reológico. Uno de los mecanismos principales es el relacionado con los cambios químicos en el asfalto, los cuales producen modificaciones que son irreversibles y afectan directamente las propiedades reológicas del mismo. Dentro de este grupo, se encuentran procesos como la oxidación, volatilización, polimerización, endurecimiento estérico entre otros.

2.4.1 Oxidación

La oxidación es un fenómeno en el cual el oxígeno del aire reacciona con los componentes químicos más reactivos del asfalto manifestándose como endurecimiento, pérdida de la consistencia viscoelástica y agrietamiento. El envejecimiento oxidativo del asfalto incrementa el grupo funcional carbonilo, el contenido de sulfóxidos, la viscosidad y el contenido de asfáltenos, (Afanasieva, 2000). Los asfaltos durante el tiempo de mezclado y servicio experimentan un proceso de oxidación debido a la temperatura que se incrementa con el tiempo, (Parada, 2005).

2.4.2 Volatilización

La volatilización es la pérdida de peso que sufre el asfalto debido a la evaporación de los componentes más livianos del asfalto. Al ocurrir este fenómeno se incrementa la concentración de asfáltenos, lo cual produce un aumento de la dureza y rigidez es decir reduce la fluidez del asfalto por ende la viscosidad se ve afectada. La volatilización es función de la temperatura y ocurre

durante la producción, el almacenamiento, el transporte y la colocación del asfalto, (Afanasieva, 2000).

2.4.3 Polimerización

La polimerización es la reacción entre grupos activos de moléculas de hidrocarburos presentes en el asfalto, aumentando el tamaño promedio de las partículas y del peso molecular de la estructura coloidal del cemento asfáltico. La polimerización puede llevar a una mayor rigidez y fragilidad del asfalto, (Afanasieva, 2000).

2.4.4 Endurecimiento Estérico

El endurecimiento estérico es el endurecimiento del asfalto a temperatura ambiente a medida que transcurre el tiempo. Durante este proceso lo que ocurre es una reorganización molecular del asfalto, afectando las fracciones de asfáltenos debido a la cristalización de los alcanos lineales presentes, (Fernández, et al, 2013). El resultado de este proceso es un aumento en la viscosidad y contracción del volumen, (Pechenvi, et al, 1990).

2.5 Envejecimiento a corto plazo

El envejecimiento a corto plazo representa el envejecimiento que sufre un ligante bituminoso durante la manipulación, almacenamiento, mezclado, transporte y extendido de mezclas asfálticas. Uno de los principales factores de influencia es la temperatura, ya que produce la oxidación de los materiales, (Guerrero, et al, 2020). Para simular el envejecimiento a corto plazo en laboratorio se emplea un horno rotatorio de película delgada RTFO (Rolling Thin Film Oven, por sus siglas en inglés), bajo la norma de INVIAS INV-720-13. En el apéndice B (figura B1) se observa el horno de película delgada rotatoria utilizado para esta investigación.

Para este ensayo se necesitan 8 recipientes cilíndricos de vidrio a los cuales se vierte en promedio 35 g de muestra. Se ingresan horizontalmente en cada uno de los orificios que contiene la rueda interna del horno como se muestra en el apéndice B (figura B2). Se debe cerrar la compuerta de protección, se indica al equipo la temperatura a la que se realizará el ensayo y se deja durante el tiempo de duración que se desee. El horno se calienta a 60°C, con un flujo de aire de 4000 ± 200 mil/min y 15 RPM.

Durante el tiempo y la temperatura a la que se realizará el ensayo, la rueda interna o portamuestras circular girará horizontalmente mediante la aplicación de un flujo de aire caliente con presión y velocidad constantes.

2.6 Envejecimiento a largo plazo

El envejecimiento a largo plazo representa el deterioro que sufre un ligante bituminoso durante su vida útil producto del tiempo, factores climáticos, temperatura y las cargas que soporta. El método utilizado para simular este envejecimiento en laboratorio es con la cámara de envejecimiento a presión PAV (Pressure Aging Vessel, por sus siglas en inglés), tomando como referencia la norma de INVIAS INV-751-13, la cual establece que, para realizar el ensayo, las muestras deben haber pasado primero por el horno rotatorio de película delgada RTFO. Este ensayo simula el envejecimiento por oxidación del ligante equivalente a un tiempo de servicio entre 7 y 10 años. En el apéndice C (figura C1) se observa la cámara de envejecimiento a presión PAV utilizada en esta investigación.

Se necesitan 10 bandejas metálicas, cada una con 50 g de muestra ya envejecida en el RTFO, que se ingresan en la cámara donde se generan presiones y a una temperatura elevada. La presión regulada corresponde a 2.10 MPa y la temperatura debe estar entre 90° y 110°C. En el apéndice C (figura C2) se observa la cámara a presión donde irán las bandejas metálicas.

En el envejecimiento a largo plazo se produce un cambio en las fracciones químicas, es decir, los aromáticos cambian a resinas y estas a su vez cambian a asfáltenos, mientras que los saturados permanecen constantes, (García, 2013).

2.7 Fenómeno de ahuellamiento

El fenómeno de ahuellamiento es la deformación vertical permanente que se acumula en el pavimento debido al paso repetitivo de los vehículos. Consiste en hundimientos longitudinales que se forman en la superficie de la carretera, generalmente en la huella por donde circula la mayor parte del tránsito.

2.8 Falla por fatiga

La fisura por fatiga del pavimento es un tipo de deterioro que ocurre en las carreteras pavimentadas. Se caracteriza por la aparición de fisuras longitudinales intermitentes a lo largo de la huella por donde circula el tráfico. Estas fisuras son un signo prematuro de la fisuración por

fatiga y con el tiempo, pueden unirse con otras fisuras, formando lo que se conoce como "piel de cocodrilo". En etapas más avanzadas, pueden producirse desprendimientos de bloques de la capa asfáltica, lo que resulta en la formación de baches en la superficie de la carretera.

2.9 Elasticidad del asfalto

La elasticidad del asfalto se refiere a la capacidad para deformarse y luego recuperar su forma original cuando se somete a cargas o fuerzas externas. A temperaturas más bajas, el asfalto se comporta como un sólido viscoelástico, lo que significa que sus propiedades mecánicas son más complejas y se describen mediante su módulo de viscoelasticidad o módulo de rigidez. La elasticidad del asfalto le permite recuperar su forma original al eliminar la carga o fuerza que lo deformó.

3 Estado del Arte

Como se ha mencionado anteriormente, el asfalto es un compuesto conformado básicamente por cuatro grandes grupos: saturados, aromáticos, resinas y asfáltenos. Cada uno suministra características que definen el comportamiento de la mezcla. Cabrera, 2012, reportó que los asfáltenos suministran dureza, rigidez y adhesión con la mezcla, mientras que los aromáticos, al tener un menor peso molecular, brindan manejabilidad y fluidez al asfalto. (Gamarra, 2014), sostuvo que, con el tiempo el asfalto sufre cambios en sus propiedades fisicoquímicas debido a las condiciones climáticas y de proceso, dando como resultado el fenómeno de envejecimiento que conduce al endurecimiento y pérdida de propiedades. El estudio de este fenómeno es de suma importancia ya que se considera el principal causante de deterioro, reduce su vida útil y aumenta los costos asociados al mantenimiento.

La simulación del efecto de envejecimiento se lleva a cabo mediante ensayos de laboratorio, considerando condiciones como la temperatura, obteniendo hallazgos que permiten comprender y comparar su comportamiento para diseñar pavimentos que no solo resistan a la acción del tránsito vehicular y condiciones climáticas, sino que también soporten el efecto de envejecimiento el cual se presenta a corto y largo plazo alterando las propiedades fisicoquímicas y reológicas del material (Chaves Pabón et al. , 2020).

El asfalto, al igual que muchos otros elementos conocidos, está sujeto al fenómeno de oxidación provocado por la interacción con el oxígeno del aire, (Vargas, Reyes, 2010). Este

fenómeno de oxidación afecta el balance y las características de los elementos que componen la mezcla, por ejemplo, el asfalto al oxidarse presenta un aumento de los asfáltenos lo cual se exterioriza en un aumento de la viscosidad y dureza. Cualquier cambio que se presente en la química de este compuesto se verá reflejado en el menor desempeño y menor durabilidad de la capa asfáltica (Siddiqui et al, 1999).

Airey, 2003, considera que el envejecimiento durante el proceso constructivo, es decir la producción de la mezcla asfáltica en caliente y la construcción de la capa asfáltica en obra, está asociado principalmente con la pérdida de componentes volátiles y la oxidación del asfalto, y que, durante el periodo en campo, este se asocia principalmente con la oxidación progresiva del material. También menciona que, características como el contenido de asfalto en la mezcla, la naturaleza de los agregados y su distribución de tamaños, el contenido de vacíos en la mezcla, y factores relacionados con la producción como la temperatura y el tiempo influyen en envejecimiento.

Gamarra, 2014, reportó que muestras envejecidas en TFOT (Thin Film Oven Test) a una temperatura de 163.5°C y por tiempos de 5,10,15 y 22 horas, presentan un aumento en el porcentaje de asfáltenos y resinas, y una disminución en el contenido de aromáticos. Concluye que una fracción de los aromáticos pasó a ser parte de las resinas, que a su vez pasan a ser parte de los asfáltenos, todo esto luego del envejecimiento termo-oxidativo generándose endurecimiento y consecuente fragilización del material.

Bolívar, 2019, menciona que el envejecimiento termo-oxidativo produce un reacomodamiento de la estructura molecular del asfalto por el tiempo y temperatura de exposición, induce la reducción de las fracciones más livianas del asfalto (aromáticos) y un aumento de la fracción más pesada del mismo (asfáltenos), dando como resultado un aumento en la viscosidad y por ende más dureza.

Ardila et al., 2012, desarrollaron diferentes ensayos de laboratorio de tipo químico, y reológico. En el caso de los ensayos de tipo químico, realizaron evaluación por el método S.A.R.A. (saturados, aromáticos, resinas y asfáltenos) mediante recuperación de bitumen de las mezclas asfálticas envejecidas a 1000 horas. En la evaluación reológica, se realizaron envejecimientos del ligante asfáltico a través de los ensayos de película delgada rotatoria (envejecimiento de corto plazo) y cámara de envejecimiento a presión (envejecimiento de largo plazo), para luego

someterlos a ensayos de tipo reológico mediante el reómetro de corte dinámico. Concluyeron que dentro del análisis reológico para los ligantes envejecidos por PAV a 20 y 50 horas, el módulo complejo es un indicador de la rigidez y que a mayor temperatura el asfalto presenta una mayor oxidación.

Yang, et al. 2018, usaron 10 mg de muestra de ligante envejecido en PAV y sin envejecer en un rango de 0° a 600°C. Los resultados de TGA indicaron que los ligantes no envejecidos tienen una baja estabilidad térmica. El ligante sin envejecer mostró estabilidad térmica hasta 260°C y la estabilidad térmica, aumentó con el envejecimiento. El ligante envejecido mostró estabilidad térmica hasta 280°C, 290°C y 375°C, respectivamente. El envejecimiento del ligante da como resultado el endurecimiento de este, y el ligante duro es menos sensible a la temperatura en comparación con uno blando. Concluyen que los ligantes sin envejecer son más sensibles térmicamente que los envejecidos debido al mayor porcentaje de componentes como asfáltenos y resinas.

Cabrera, 2012, realizó ensayos en DSR a un ligante asfáltico 60/70 envejecido por 85 minutos a 163°C. Realizando, ensayos de creep repetitivo, que permiten medir la respuesta del ligante frente a deformaciones permanentes, concluyendo que, en el grado de desempeño y recuperación elástica mediante esfuerzo repetitivo, se observa una disminución del ángulo de fase (δ), aumento en el módulo complejo (G^*), y un porcentaje de deformación menor.

Syeda, et al. 2023, analizaron los espectros infrarrojos de un asfalto 60/70 sometiéndolo a envejecimiento en PAV a 100°C, 2,1 MPa y 40 horas. Concluyeron que, el envejecimiento provocó un aumento en el grupo sulfóxido y carbonilo a medida que aumenta el tiempo de envejecimiento. El grupo sulfóxido aumentó con el tiempo hasta las 40 h de envejecimiento a largo plazo, pero después su valor disminuyó. Este resultado en la reducción del sulfóxido puede ser debido a la descomposición de los sulfóxidos en condiciones de envejecimiento prolongado.

Se llega a la conclusión, que los antecedentes acerca del comportamiento del asfalto con diferentes características en escenarios específicos permiten comprender el fenómeno del envejecimiento y su afectación a lo largo de su vida útil. Lo anterior nos sirve como punto de partida para analizar el comportamiento del material a estudiar en esta investigación y sobre el cual no se tiene información de referencia a la fecha por tratarse de un material nuevo, con

propiedades ligantes similares a las del asfalto pero que no se va a comportar de igual manera bajo los efectos de la temperatura como lo haría un asfalto convencional.

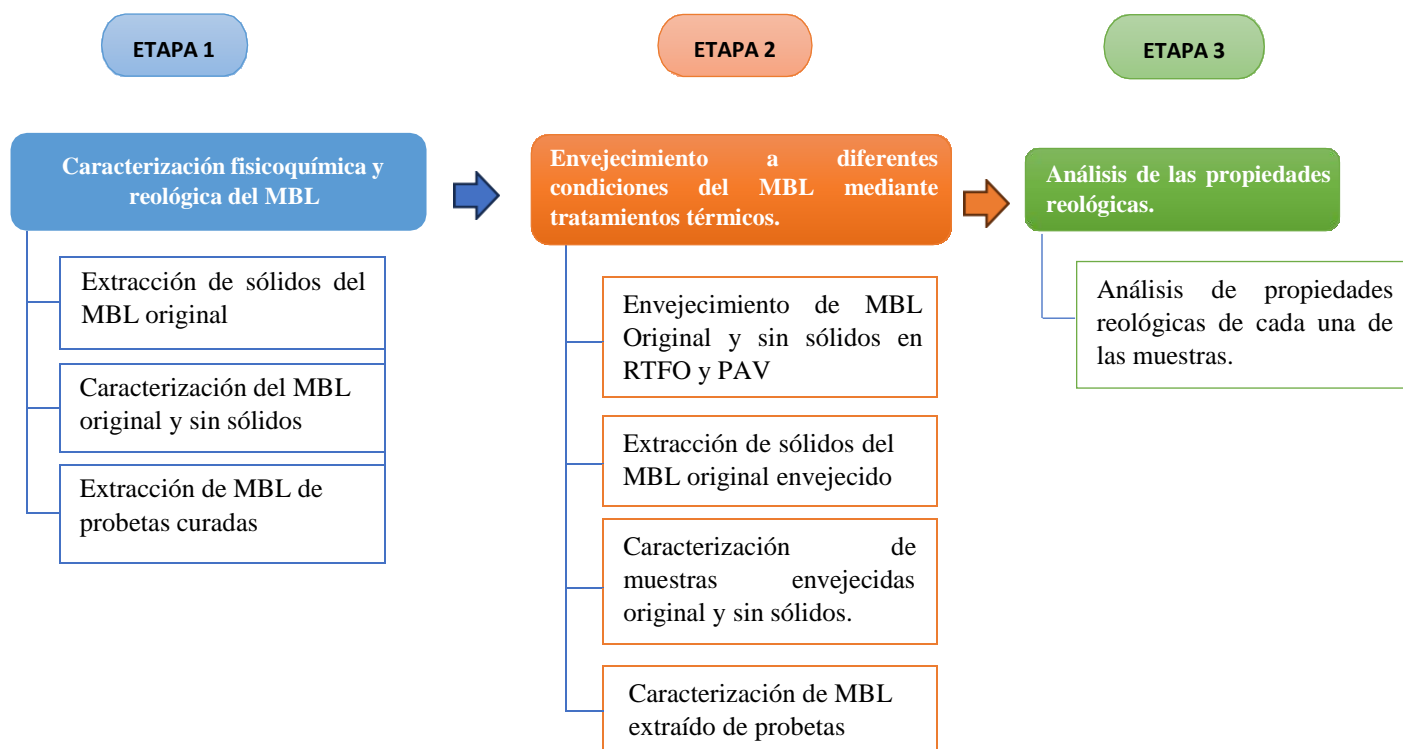
4 Metodología

La ejecución del presente estudio se llevó a cabo 4 etapas, a través de las cuales se lograron los objetivos planteados. En la figura 1 se observa un diagrama general de las actividades a realizar.

4.1. Etapa 0: En esta etapa se consideró la consulta y selección de documentos útiles para el desarrollo de la investigación junto con la revisión de normas para la realización de los procedimientos.

Figura 1

Descripción de la metodología del trabajo de investigación



4.2. Etapa 1: Caracterización fisicoquímica y reológica del MBL e identificación de propiedades con mayor influencia sobre el envejecimiento.

Como punto de partida se caracterizó el MBL original (con sólidos) y el MBL sin sólidos para tomarlos como referencia de las propiedades de las muestras antes de ser envejecidas.

La extracción de los sólidos del MBL original se realizó para obtener una fase aceitosa compuesta totalmente por hidrocarburos, esto con el fin de evaluar si existe algún efecto sobre el envejecimiento por parte de estos sólidos inorgánicos. Los sólidos inorgánicos se extrajeron siguiendo el procedimiento de la norma ASTM D2042 – 15 la cual se utiliza para determinar la solubilidad en el solvente tolueno. La parte soluble representa los componentes cementantes activos, (ASTM D2042-09).

Este proceso se llevó a cabo en la maquina centrifuga Pinzuar ELG-601 mostrada en el apéndice D, con dos ciclos de centrifugado, en cada uno se utilizaron 900 g de ligante que fueron agregados en el plato junto con el solvente y se colocaron 3 filtros de fibra de vidrio a la mitad para lograr retener los sólidos. Los filtros empleados se caracterizan por un tamaño de poro de 1.5 micras.

Al terminar el proceso se obtuvo la mezcla de ligante y solvente, la cual fue llevada al rotoevaporador IKA RV 10 mostrado en el apéndice E, para recuperar el solvente y obtener el MBL sin sólidos. El procedimiento 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 RPM, el solvente se separa del MBL sin sólidos y es destilado por acción del agua fría. El solvente se condensa en un tiempo aproximado de 40 minutos, logrando la recuperación del MBL y de solvente el cual puede ser utilizado nuevamente.

La caracterización del MBL obtenido del proceso de tratamiento termo químico con presencia de sólidos inorgánicos denominado MBL original, y del MBL sin sólidos se desarrolló siguiendo los lineamientos del Instituto Nacional de Vías (INVIAS) y de la American Society for Testing and Materials (ASTM). En la tabla 1 se presentan los ensayos de caracterización de las muestras de MBL.

Tabla 1

Ensayos de caracterización fisicoquímica y reológica sobre el MBL original y sin sólidos.

Ensayo	Método	Objetivo
Densidad	INV-E-707	Permite determinar la calidad, tipo y aplicación del ligante.
Insolubles en n-Heptano	ASTM D3279-19	Cuantificar el contenido de asfaltenos del material bituminoso.
Insolubles en tricloroetileno	INV E-713	Determinar la materia inerte y posiblemente de naturaleza inorgánica. La solubilidad determina el contenido de asfalto en el asfalto original.
Cenizas	INV E-705	Determinar las cenizas en los productos bituminosos sólidos, semisólidos o líquidos, utilizados en la construcción de carreteras.
Reómetro de corte dinámico	INV E-750-13	Determinar propiedades viscoelásticas del ligante y módulo de corte dinámico (G^*) y el ángulo de fase (δ).
Viscosímetro rotacional	INV E-717	Analizar el comportamiento viscoso del ligante y determinación de curva reológica.
Análisis termogravimétrico TGA	-	Determinar la estabilidad térmica de un material y su fracción de componentes volátiles al monitorear el cambio de peso que ocurre cuando una muestra se calienta a una velocidad constante.
Composición S.A.R.A	ASTM D-4124	Establecer la composición química del betún en estudio mediante su clasificación en saturados, aromáticos, resinas y asfaltenos.
Espectroscopia de Infrarrojo con Transformada de Fourier FTIR	-	Analizar la composición química de los ligantes, identificando los grupos funcionales presentes y detectar posibles cambios en la estructura molecular debido a la oxidación.

A continuación, se describe el proceso de cada ensayo realizado a las muestras de MBL original y sin sólidos.

4.2.1 Densidad (INV-E-707)

Para la determinación de la densidad del material ligante se utilizó un picnómetro de 25 ml. Se tomó el peso del picnómetro vacío, luego se le agrego agua destilada hasta llenarlo en su totalidad formando un menisco en la parte superior y se tomó su peso, posteriormente se calienta la muestra para poder ser vertida llenando el 75% de la capacidad del picnómetro como se muestra en el apéndice F, se dejó en baño maría para enfriar y nuevamente tomar su peso, la capacidad restante del picnómetro se completó con agua destilada formando un menisco en la parte superior y se tomó su peso.

4.2.3 Insolubles en n-Heptano (ASTM D3279-19)

Se pesó 1 gramo de MBL dentro de un balón de destilación, luego se añadieron 100 ml de n-heptano. El balón con la muestra se colocó en una plancha de calentamiento junto con un sistema de condensación con agitación magnética como se muestra en el apéndice G, ajustando la temperatura y agitación de tal manera que se produjera reflujo suave en el sistema de condensación en los primeros 15 minutos. Se dejó la muestra 20 minutos más con agitación y temperatura, luego otros 30 minutos sin calentamiento solo agitación. Por último, se apaga la agitación y la temperatura y se deja la muestra en reposo por 30 minutos.

Posteriormente, la muestra se filtró a través de una almohadilla de fibra de vidrio en un crisol y se llevó al horno por 30 minutos hasta que se obtuvo un peso constante para de esa manera obtener el peso de los asfáltenos presentes en el MBL que corresponden a los insolubles en n-heptano.

4.2.4 Insolubles en tricloroetileno TCE (INV E-713-13)

El ensayo se llevó a cabo en un Erlenmeyer donde se agregó 1 gramo de MBL y 50 gramos de solvente tricloroetileno empleando agitación por 15 minutos. Posteriormente fue dejado en reposo por 30 minutos. En el apéndice H se observa el montaje del ensayo.

Finalmente, la muestra se filtró a través de una almohadilla de fibra de vidrio y un crisol para separar el material insoluble, posteriormente se llevó al horno por 30 minutos hasta que se obtuvo un peso constante.

4.2.5 Cenizas (INV E-705-13)

Para determinar la cantidad de material mineral presente en el material bituminoso, la muestra de MBL fue colocada en un ultrasonido como se muestra en el apéndice I, para que la mezcla se homogeneizara, los sólidos se dispersaran y así lograr una muestra representativa. Luego, se tomaron 5 gramos de MBL en un crisol, este fue llevado a una mufla como se muestra en el apéndice J, a una temperatura de 750°C por un tiempo de 2 horas. Posterior a este tiempo se sacó el crisol de la mufla, se dejó enfriar por 30 minutos y se pesó. Después, el crisol nuevamente se dejó en el horno por 30 minutos hasta obtener un peso constante.

4.2.6 Viscosidad (INV E-717-13)

El ensayo de viscosidad determina el estado de fluidez del MBL a las temperaturas que sera sometido durante su aplicación. Se utilizó el viscosímetro rotacional Brookfield RV—DV2T mostrado en el apéndice K. Se pesaron 14 gramos de muestra en un portamuestras tubular el cual va dentro de la termoselda y se utilizó una aguja número 27. La viscosidad se determinó a 25, 40, 50 y 60°C, con una duarción de 10 min por temperatura, reportando un valor de viscosidad cada minuto. Finalmente, se toman los ultimos 3 datos que corresponden a los valores de viscosidad y se grafican los resultados.

4.2.7 Propiedades reológicas del MBL empleando el reometro de corte dinámico (DSR) (INV E-750-13)

Para la realización de este ensayo se utilizó un Reómetro de Corte Dinámico AR2000ex de TA Instruments mostrado en el apéndice L, con el cual se determinaron las propiedades viscoelásticas lineales del ligante siguiendo la norma NTC 3540. Para dicho propósito se realizó un barrido de deformación de 28 a 40°C, aumentando cada 6°C, con una velocidad angular 10 rad/s y con una deformación de 12%, 10% y 1% para MBL original, envejecido en RTFO y PAV respectivamente. Se utilizó una configuración de platos paralelos de 25 mm de diametro; para determinar el módulo complejo y el ángulo de fase. El módulo complejo consta de dos componentes: Componente elastica (recuperable) y viscosa (no recuperable). El ángulo de fase y el módulo complejo definen el desempeño del material, la resitencia al ahuellamiento y al agrietamiento por fatiga. En medio de los platos metálicos paralelos se colocó la muestra de 1mm de espesor por 25mm de diámetro como se muestra en el apéndice M, al dar inicio al ensayo uno de los platos oscila con respecto al otro.

También se realizó el ensayo de creep-recovey siguiendo la norma ASTM D7405-20. Este ensayo permite medir la respuesta del ligante frente a la acumulación de deformaciones permanentes a la vez que evalúa la respuesta elástica del ligante asfáltico. Determina la capacidad de un ligante asfáltico para recuperarse después de someterse a deformaciones bajo carga repetitiva y constante.

4.2.8 Análisis SARA

Este ensayo se realizó a los MBL sin sólidos tanto originales como envejecidos con el fin de determinar la composición química. Se realizó en el laboratorio de Hidrocarburos PSL

PROANÁLISIS S.A.S siguiendo la norma ASTM D-4124, consiste en el fraccionamiento de saturados, aromáticos, resinas y asfáltenos. El procedimiento que más se usa es el fraccionamiento por precipitación con n-heptano para separar asfáltenos y máltenos (saturados, aromáticos, resinas). De estas fracciones, los asfáltenos son más pesados y corresponde a la fracción insoluble en heptano.

4.2.9 Análisis Termogravimétrico TGA

El análisis termogravimétrico TGA se realizó al MBL original, MBL sin sólidos y MBL envejecidos, en un analizador termogravimétrico TGA 5500 de TA Instruments del laboratorio del grupo de investigación en Polímeros del Parque Tecnológico Guatiguará. La muestra se calienta gradualmente de 30°C a 300°C con una rampa de 10°C en una atmosfera de aire. Determinando la cantidad y la tasa de cambio de la pérdida de masa de los ligantes cuando se someten a diferentes temperaturas, lo que proporciona información sobre la composición química y estabilidad térmica.

4.2.10 Espectroscopia de Infrarrojo con Transformada de Fourier FTIR

La espectroscopia se utilizó para analizar la composición química de los ligantes, identificar los grupos funcionales presentes y detectar posibles cambios en la estructura molecular debido al envejecimiento. Los espectros se obtuvieron entre 4000 y 400 cm^{-1} , con un espectrofotómetro IRTracer-100 del laboratorio de la escuela de Ingeniería Química de la Universidad Industrial del Santander.

4.2.11 Extracción de ligante bituminoso de probetas del tren de prueba

Teniendo en cuenta que el MBL está siendo evaluado con un tren de prueba en un ambiente real a condiciones controladas, realizando procesos de curado, compactación y el proceso constructivo para estudiar el desempeño mecánico del material, fue posible obtener muestras de MBL recuperadas de probetas extraídas del tren de prueba que han sido curadas y compactadas.

La extracción de las muestras de ligante bituminoso de las probetas se realizó siguiendo el procedimiento descrito anteriormente para retirar los sólidos del MBL original. En el apéndice N se observa una probeta y su preparación antes de iniciar la extracción.

Al terminar el proceso de centrifugado se obtiene la mezcla de ligante residual y solvente, la cual es llevada al Rotoevaporador IKA RV 10 mostrado en el apéndice E, para recuperar el solvente y obtener el MBL.

Para evaluar el envejecimiento a corto plazo por medio de las muestras obtenidas del tren de prueba y poder comparar con las muestras simuladas en laboratorio se realiza la caracterización mostrada en la tabla 1, al MBL extraído de probetas curadas y compactadas.

4.3. Etapa 2: Envejecimiento a diferentes condiciones del MBL mediante tratamientos térmicos.

En esta etapa se realizaron ensayos de envejecimiento a corto y largo plazo por medio de los equipos RTFO y PAV mostrados en el apéndice B y C, mediante los procedimientos expuestos en las secciones 2.5 y 2.6. Las muestras sometidas fueron de MBL original y MBL sin sólidos.

Las muestras se prepararon como se muestra en el apéndice O y P.

A la muestra de MBL original después de los ensayos de envejecimiento a corto y largo plazo se le retiraron los sólidos como el proceso mostrado en la etapa 1 de extracción de sólidos. Obteniendo únicamente la fase aceitosa la cual se caracterizó realizando los ensayos mostrados en la tabla 1.

4.4. Etapa 3: Análisis de las propiedades reológicas.

Una vez sometidas a envejecimiento las muestras de MBL fueron caracterizadas junto con la muestra de MBL extraído de probetas, para determinar el cambio en las propiedades fisicoquímicas. Los ensayos de caracterización corresponden a los descritos en la tabla 1.

Para las propiedades reológicas se ejecutaron pruebas en el reómetro de corte dinámico (DSR) mostrado en el apéndice L, determinando el módulo de corte dinámico y ángulo de fase. De acuerdo con la revisión literaria, para el caso del asfalto, el ángulo de fase tiende a disminuir a medida que se envejece, mientras que el módulo complejo tiende a aumentar. Para el ángulo de fase, valores cercanos a cero indican que el asfalto tendrá un comportamiento elástico y por ende más rígido.

También se utilizó el viscosímetro rotacional mostrado en el apéndice K y se realizó la curva de viscosidad a 30, 40, 50 y 60°C.

5 Resultados

5.1 Caracterización del MBL original y sin sólidos

A continuación, se presentan los resultados obtenidos en los diferentes ensayos que permitieron caracterizar química y reológicamente el material bituminoso ligante (MBL). En la tabla 2, se muestran los resultados de la caracterización inicial del MBL original y original sin sólidos, al que de ahora en adelante nos referiremos como MBL sin sólidos.

Tabla 2

Caracterización de MBL original y MBL sin sólidos

Muestra	Insolubles en TCE [%]	Insolubles en n-Heptano [%]	Cenizas [%]	Densidad [g/ml]	Viscosidad 30°C [Pa·s]
MBL original	15,79	27,84	15,39	1,127	1878,33
MBL sin Sólidos	1,11	11,86	0,64	1,004	13,84

5.1.1. Insolubles en TCE

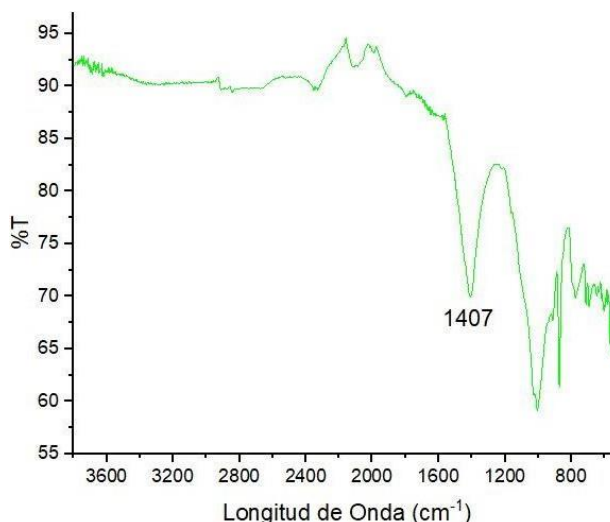
Los solubles en tricloroetileno corresponden a los hidrocarburos y los insolubles se consideran materia inerte y posiblemente de naturaleza inorgánica. Para el caso de las muestras objeto de estudio, los insolubles en TCE corresponderían a los sólidos inorgánicos. Los insolubles en TCE del MBL original arrojan valores del 15.79% y para la muestra de MBL sin sólidos es del 1.11%. La diferencia es considerable debido a que a la muestra sin sólidos se le han quitado previamente los sólidos inorgánicos mediante extracción, sin embargo, se evidencia una pequeña porción que no fue removida debido al diámetro del filtro empleado. En el apéndice Q (figura a y b) se presenta imágenes de los insolubles para las muestras original y sin sólidos respectivamente. Se observa que la muestra de MBL original presenta un tono mucho más oscuro que la muestra sin sólidos. Esto puede deberse a que los sólidos inorgánicos adsorben asfáltenos y resinas dando como resultado el color oscuro de los insolubles retenidos en el filtro.

Para completar el análisis y validar la hipótesis de que una pequeña porción de asfáltenos quedan adsorbidos, los sólidos inorgánicos se analizaron mediante infrarrojo. Teniendo en cuenta que, los asfáltenos son compuestos aromáticos y nafténicos de elevado peso molecular, su adherencia a los sólidos se debe a fuerzas de atracción intermolecular, (García, 2015). Por tanto,

en la figura 2 se observa un pico entre 1400 y 1630 cm^{-1} , la cual es la región de los aromáticos y por ende se asocia con la presencia de asfáltenos, (Méndez et al, 2009).

Figura 2

Espectro infrarrojo de sólidos extraídos del MBL



5.1.2 Insolubles en n-heptano

Los insolubles en n-heptano representan los asfáltenos, los cuales no son disueltos por el n-heptano. El MBL original con sólidos presenta un valor de 27,84% de insolubles en n-heptano y la muestra original sin sólidos un 11,86%. Se evidencia que, el MBL original con sólidos tiene mayor contenido de insolubles en n-heptano, debido a que tiene más sólidos inorgánicos. En el apéndice R (figuras a y b), se presentan imágenes de los insolubles en n-heptano para las muestras original y sin sólidos respectivamente. El filtro del MBL original presenta un tono mucho más oscuro que la muestra de MBL sin sólidos, esto se debe a que, la muestra al tener mayor contenido de sólidos retiene más hidrocarburos que según lo expuesto anteriormente, son asfáltenos. El contenido de sólidos inorgánicos de las muestras se estudiará en la siguiente sección. Una alternativa para saber un valor aproximado de los asfáltenos es restando la cantidad de sólidos inorgánicos (cenizas) al contenido de insolubles en n-heptano. El valor de asfáltenos para el MBL original y sin sólidos es aproximadamente 12,45% y 11,22%. Estos valores se refieren a la cantidad neta de asfáltenos en cada muestra. Estos valores son aproximados pues se inferiere que, es posible que una cantidad de sólidos finos pase por el filtro, si esto sucede la cantidad de sólidos (cenizas) para restarle a los insolubles en n-heptano sería menor. Con lo anterior, se evidencia que, el

porcentaje de insolubles en n-heptano contiene sólidos y asfáltenos y que como se demostro en la figura 2, los asfáltenos se adhieren a los sólidos inorgánicos.

5.1.3 Contenido de cenizas

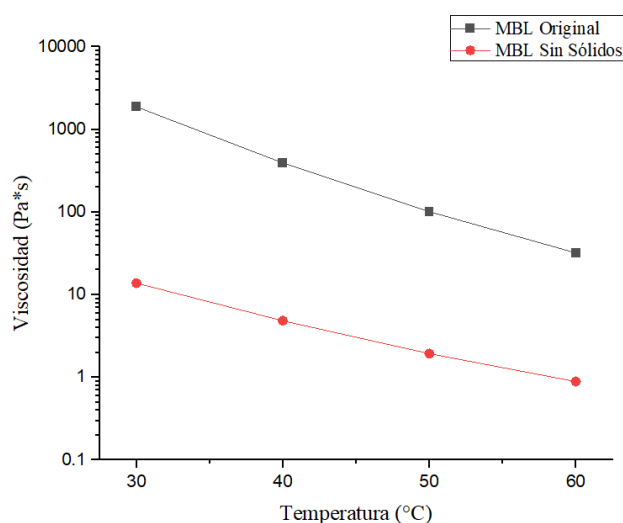
El contenido de cenizas representa los residuos inorgánicos que quedan despúes de quemar los componentes orgánicos, es decir, los hidrocarburos, a altas temperaturas. En el presente estudio las cenizas son la cantidad de sólidos inorgánicos contenidos en el material bituminoso. El MBL original arroja un valor de cenizas de 15,39% y el MBL sin sólidos de 0,64%. Como se mencionó anteriormente, a la muestra sin sólidos se le han retirado los sólidos inorgánicos, aunque no en su totalidad, debido al tamaño de poro del filtro utilizado, por esta razón su bajo porcentaje de cenizas. La cantidad de sólidos inorgánicos de las muestras tienen influencia en las propiedades del ligante, como se pudo observar en los insolubles en TCE y n-heptano asimismo se evidenciará en la viscosidad del material. En el apéndice S (figuras a y b), se presentan imágenes de las cenizas para las muestras original y sin sólidos respectivamente. El color marrón que toman los sólidos inorgánicos es debido a la alta temperatura y evidencia de que no hay presencia de hidrocarburos.

5.1.4 Curvas de viscosidad

La viscosidad asegura que el material tendrá la suficiente fluidez para ser manipulado y mezclado. En el caso del asfalto convencional la viscosidad para manipulación y mezcla a 135°C es de 0,4 Pa*s, (INVIAS, 2022). Teniendo en cuenta que, el material se desarrolló para ser mezclado en frio, el rango de temperaturas para una mezcla en frio según literatura es de 25 a 60°C. Por consiguiente, el material se evaluó desde los 30°C, temperatura a la que el material comienza a fluir, hasta 60°C, temperatura a la cual, el material puede ser mezclado con los agregados. En la figura 3, se presentan las gráficas de viscosidad, en color gris el MBL original y color rojo el MBL original sin sólidos. El MBL original con sólidos tiene una viscosidad a 30°C de 1878 Pa*s y el MBL sin sólidos un valor de 13.84 Pa*s. El valor de la viscosidad de los ligantes bituminosos evidencia que los sólidos tienen un efecto significativo en la reología del material.

Figura 3

Curva de viscosidad MBL original y sin sólidos

**5.1.5 Composición S.A.R.A**

Mediante la ejecución del ensayo de cromatografía SARA fue posible determinar las fracciones que componen al MBL sin sólidos, es importante tener en cuenta que este análisis solo se realiza a las muestras sin sólidos puesto que se evalúan solamente hidrocarburos. En la tabla 3, se muestran los resultados de la muestra analizada, se observa que el contenido de resinas es mayor, ellas aportan mayor ductilidad y generan una mejor dispersión de los asfáltenos. El contenido de aromáticos y saturados le aportan fluidez y movilidad al MBL, por ello tendremos un material menos viscoso. Como se puede observar en la figura 3, en el análisis de viscosidad, donde la viscosidad del MBL sin sólidos es considerablemente menor a la del MBL original con sólidos. Si comparamos el material con un asfalto convencional 60/70, (Reyes, et al. 2012). El asfalto contiene menos saturados y más aromáticos esto le confiere mayor fluidez. El contenido de asfaltenos es mayor en comparación con nuestro material por lo que sería mas viscoso que el MBL. El MBL al tener mayor porcentaje de resinas, tendría la cohesión y adhesión que ellas aportan.

Tabla 3

Composición SARA

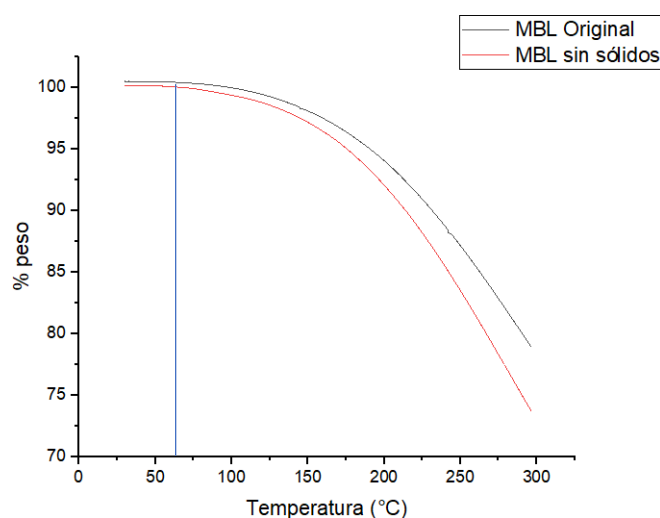
Muestra	Saturados [%]	Aromáticos [%]	Resinas [%]	Asfáltenos [%]
MBL sin sólidos	22,76	29,37	2,31	15,56
Asfalto 60/70	16,61	39,79	4,53	20,07

5.1.6 Análisis Termogravimétrico

En cuanto al análisis termogravimétrico, en la figura 4 se observan los resultados de cambio de masa en función de la temperatura. La pérdida de masa se debe a la volatilización de los componentes más livianos a medida que aumenta la temperatura. Las muestras presentan una estabilidad térmica hasta 130°C, ya que la pérdida de masa es cercana al 1%. A partir de allí, el MBL sin sólidos se muestra más susceptible a la temperatura que el MBL con sólidos. Esto nos sugiere que los sólidos le aportan estabilidad térmica al MBL porque ayudan a retener las fracciones para que no se volatilicen. Sin embargo, las 2 muestras a 60°C, temperatura máxima de exposición en servicio, presentan una alta resistencia térmica. En la etapa de mezcla con agregados y aplicación es donde comienza a envejecerse el material y se presenta la volatilización de los componentes, al ser este material estable térmicamente no permite dicha volatilización, evitando contaminación al medio ambiente. Así mismo, que el material sea estable térmicamente garantiza que resista a cambios de temperaturas en su etapa de servicio, y sea menos propenso a sufrir daños como agrietamiento y deformación.

Figura 4

Análisis termogravimétrico MBL Original y sin sólidos



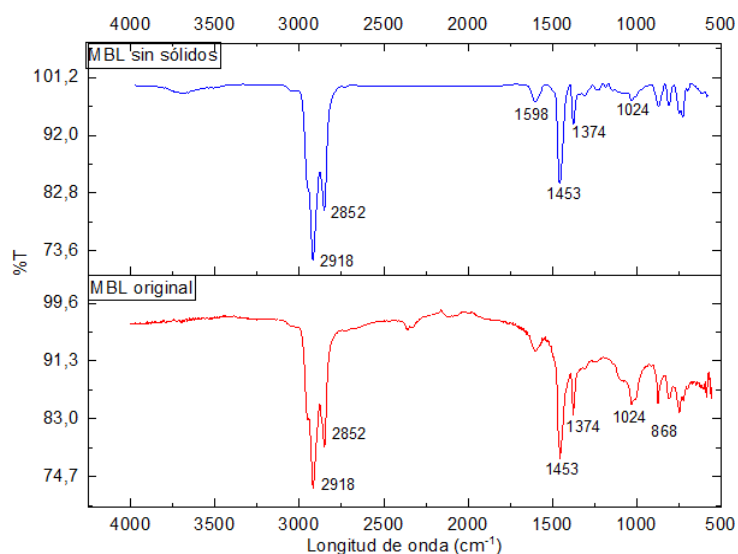
5.1.7 Análisis Infrarrojo FTIR

Los espectros de los MBL en la figura 5, exhiben picos a 2918 y 2852 cm^{-1} , indicando la presencia de enlaces C-H en los grupos metilo CH_3 y metileno CH_2 , estos picos indican presencia de hidrocarburos saturados. Los picos a 1453 y 1374 cm^{-1} están asociados a la deformación del

grupo metileno, (Lu, et al. 2002). Se evidencia que, las muestras no presentan envejecimiento, pues no se forman grupos como los sulfóxidos, los cuales se forman muy fácilmente durante el envejecimiento oxidativo.

Figura 5

Espectros infrarrojos MBL original y sin sólidos



5.2 Envejecimiento a corto y largo plazo

Se sometió el MBL original a envejecimiento a corto plazo siguiendo el procedimiento de la sección 2.5, a una temperatura de 60°C por 16 horas, tiempo escogido luego de realizar ensayos previos y al final obteniendo una relación con el MBL envejecido a corto plazo en el tren de prueba, (Ver tabla, apéndice T). El MBL sin sólidos se sometió a tratamiento térmico a 60 °C por 85 minutos, pero su pérdida de masa fue alta en comparación a el MBL original por lo que se determinó que el MBL sin sólidos es muy susceptible al envejecimiento y por ende los sólidos juegan un papel importante, en el apéndice T se observa la pérdida de masa. También, es importante mencionar que a medida que aumenta el tiempo de envejecimiento la viscosidad aumenta.

El MBL original se sometió también a envejecimiento a largo plazo a 60°C por 20 horas, procedimiento mostrado en la sección 2.6.

Luego de envejecido el MBL original, se le extraen los sólidos a cada muestra y junto con el MBL extraído de probetas curadas, se procede a caracterizar realizando los ensayos de la tabla 1. En la tabla 4 podemos observar los resultados de dicha caracterización.

Tabla 4

Caracterización muestras envejecidas

Muestra	Insolubles en TCE [%]	Insolubles en n-Heptano [%]	Cenizas [%]	Densidad [g/ml]	Viscosidad 30°C [Pa·s]
MBL Sin Sólidos	1,11	11,86	0,64	1,004	13,84
MBL extraído probetas	0,39	12,88	0,25	0,994	278,13
MBL RTFO	1,27	13,91	0,426	1,003	296,6
MBL PAV	3,99	16	1,45	1,030	950

Los MBL envejecidos presentan un aumento de insolubles en TCE e insolubles en n-Heptano en comparación con la muestra de ligante sin sólidos y sin envejecer. Esto se debe a que, con el envejecimiento, las fracciones cambian y se presenta un aumento de asfáltenos, y esto se puede ver reflejado en el aumento de la viscosidad, (Vargas, et al. 2010). Las cenizas representan el contenido de sólidos inorgánicos que quedan de la extracción, en el caso del MBL extraído de núcleos la cantidad de cenizas es baja por ende el valor de los insolubles también es bajo. El envejecimiento a largo plazo provoca la oxidación del material y esta oxidación cambia la estructura molecular disminuyendo la cantidad de compuestos menos polares y creando moléculas más grandes y polares como los asfáltenos, de tal manera que se presente un aumento de asfáltenos a medida que el material se envejece.

5.2.1 Curvas de viscosidad

En el apéndice U, se observan las curvas de viscosidad de los ligantes envejecidos. A medida que el ligante envejece sus fracciones van cambiando, se va rigidizando y eso lo podemos observar en el caso del MBL envejecido en PAV. Su viscosidad es mayor en comparación con el MBL original sin sólidos que no ha sido envejecido y también con el MBL envejecido a corto

plazo. Las 2 muestras envejecidas a corto plazo muestran un comportamiento muy similar, a 30°C el MBL RTFO tiene una viscosidad de 296,6 Pa*s y el MBL extraído de probetas 278,13 Pa*s. Esta diferencia, aunque no es mucha tiene que ver con las fracciones, como se puede observar en la tabla 3.

5.2.2 Composición SARA

En la tabla 5, observamos el MBL envejecido en RTFO, el cual ha sido envejecido en laboratorio y el MBL extraído de probetas del tren de prueba. Dichos MBL representan el mismo envejecimiento a corto plazo. Comparados con el MBL original sin sólidos y sin envejecer, las muestras presentan una leve disminución en aromáticos, lo cual es característico del envejecimiento. En el caso del MBL extraído de probetas, los alféntenos disminuyen y las resinas aumentan con el envejecimiento, por ende, esta muestra será mas fragil y tendría baja capacidad a soportar cargas.

La muestra envejecida a corto plazo en RTFO presenta una disminución de aromáticos y resinas esto concuerda con lo dicho por Siddiqui, et al. 1999, ellos indican que esta disminución se debe a que los aromáticos se convierten en resinas y finalmente en asfaltenos, de allí, su aumento.

El aumento de asfaltenos a medida que el material se envejece, es porque durante la oxidación ocurren reacciones de aromatización y deshidrogenación, al mismo tiempo que se establecen puentes de hidrogeno entre grupos funcionales polares. Estas interacciones y reacciones promueven la formación de asfaltenos. Dicha muestra presenta un porcentaje mayor de saturados, esto indica que tendrá mayor estabilidad es decir resistirá mejor a la deformación. Cabe resaltar que los asfaltenos de la muestra envejecida a corto plazo, aumentaron un 2.32% en comparación con la muestra sin envejecer, esta diferencia no es alta debido a que el material no es susceptible al envejecimiento, lo podemos observar en la tabla del apéndice T con la pérdida de masa y en el analisis termogravimetrico. El MBL a 60°C no presenta una pérdida de masa considerable, es decir sus componentes no se volatilizan.

Tabla 5*Comparación de las fracciones SARA*

Muestra	Saturados [%]	Aromáticos [%]	Resinas [%]	Asfáltenos [%]	I_c
MBL original sin sólidos	22,76 ± 0,54	29,37 ± 0,63	32,31 ± 0,77	15,56 ± 0,79	0,62
MBL extraído de probetas	28,19 ± 0,54	87 ± 0,63	36,04 ± 0,77	9,9 ± 0,79	0,61
MBL RTFO	44,79 ± 0,54	22,85 ± 0,63	14,48 ± 0,77	17,88 ± 0,79	1,68

Con las fracciones SARA podemos hallar un parámetro asociado a la composición genérica de los asfaltos, que es el índice de inestabilidad coloidal I.

$$I_c = \frac{\text{Asfaltenos} + \text{Saturados}}{\text{Aromáticos} + \text{Resinas}} \quad (\text{Ec. 1})$$

El índice de inestabilidad coloidal más alto tendrá menor estabilidad coloidal. Se observa, que el índice de inestabilidad mayor es el del MBL RTFO, esto es porque a medida que la muestra se envejece las resinas disminuyen y se van formando asfáltenos. Esta disminución de resinas se traduce en menor capacidad del sistema coloidal para la dispersión de los asfáltenos debido a la incompatibilidad que hay entre ellos. Asif, et al. 2023, indican que, para asfaltos, un valor de $I_c < 0,6$ el material tendrá un buen desempeño. Si $I_c > 0,6$ el ligante será rígido, no cohesivo y $I_c > 0,9$ tendrá una estructura inestable. Por lo tanto, el MBL envejecido en laboratorio (RTFO) presenta una estructura inestable en comparación a la del MBL envejecido en campo. Dicha muestra, al tener un porcentaje alto en saturados podría generar susceptibilidad a la deformación (Méndez, et al. 2009). Mientras que, el MBL envejecido en campo tendría un buen desempeño debido a su alto contenido de resinas.

5.2.3 Análisis Infrarrojo FTIR

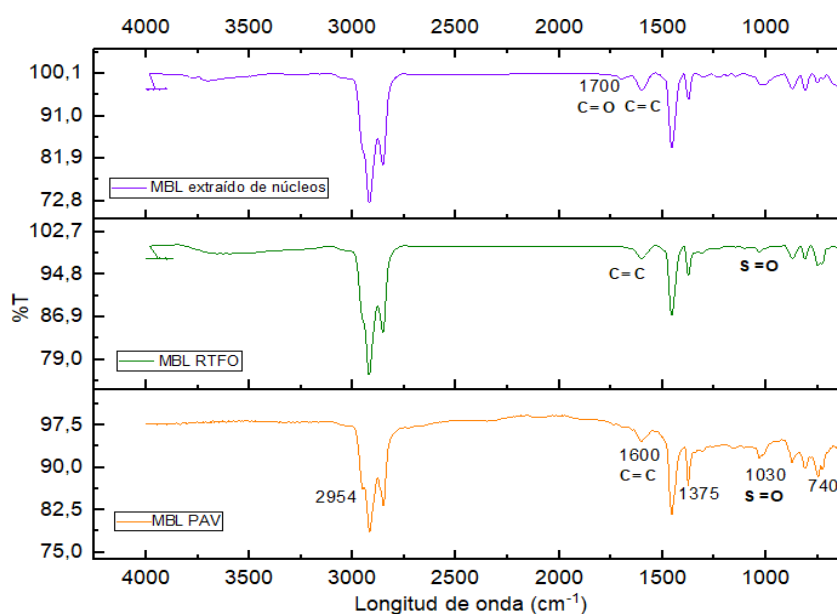
A medida que ocurre el envejecimiento se crean grupos funcionales altamente polares como el grupo sulfóxido y el grupo carbonilo, como se observa en la figura 6. Estos grupos aparecen por las reacciones de oxidación. Los MBL envejecidos a corto plazo en laboratorio y en campo presentan una composición similar, aunque el MBL extraído del tren de prueba presenta un

pico 1700 cm^{-1} , indicando presencia del grupo carbonilo. Es evidente que a medida que el envejecimiento es más severo se forma el grupo sulfóxido en 1030 cm^{-1} . Aunque el grupo sulfóxido empieza a mostrarse en el MBL envejecido en RTFO no es muy notorio debido a que estuvo expuesto a una oxidación a corto plazo. Mientras que, en PAV es mucho más intenso debido a que el envejecimiento es más prolongado y más severo. En todas las muestras se presenta un pico en 1600 cm^{-1} , lo cual representa presencia de aromáticos.

EL MBL envejecido en PAV presenta un pico en 740 cm^{-1} , allí hacen presencia anillos aromáticos como los alquilbencenos, los cuales aumentan el módulo del ligante y por ende contribuyen a su dureza.

Figura 6

Espectros infrarrojos de muestras envejecidas.



5.2.4 Análisis termogravimétrico

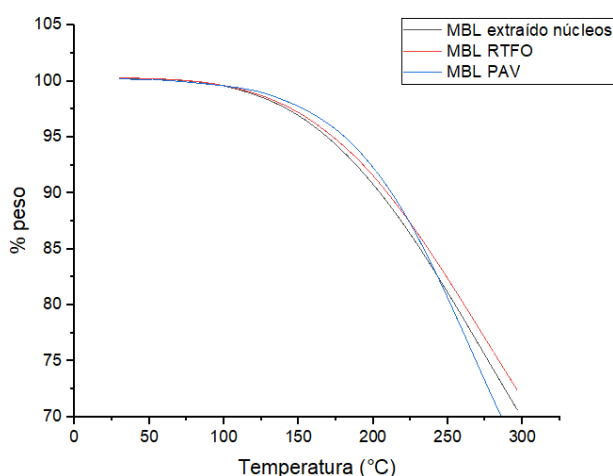
En cuanto a los análisis TGA de muestras envejecidas, en la figura 7, se muestran los resultados de disminución de masa en función de la temperatura. Las muestras en general son estables térmicamente a la temperatura máxima de servicio que será 60°C . El MBL envejecido en PAV presentó menos susceptibilidad hasta alrededor de los 200°C , esto se debe a que con el envejecimiento oxidativo se presentan reacciones de aromatización y deshidrogenación, las cuales causan interacciones que dan como resultado la formación de moléculas muy polares y de alto

peso molecular como resinas y asfáltenos, las cuales por su alta polaridad dan como resultado una fuerte atracción intermolecular y por ende la rigidez del material.

Los MBL envejecidos a corto plazo presentan un comportamiento similar. El MBL RTFO se muestra menos susceptible térmicamente, debido a que, dicha muestra presentó más envejecimiento oxidativo y como se mencionó en la sección anterior con el envejecimiento oxidativo hay un aumento de grupos funcionales altamente polares y de mayor peso molecular, lo que se traduce en un aumento de asfáltenos.

Figura 7

Análisis TGA muestras envejecidas



5.3. Análisis de propiedades reológicas

Los resultados reológicos mostrados en la tabla 6, indican que las muestras con sólidos envejecidas en RTFO y PAV, presentan un módulo complejo mayor, esto indica que con el envejecimiento el material tendrá una mayor resistencia a la deformación, serán más rígidos. Mientras que el ángulo de fase para dichas muestras disminuyó lo que indica que los MBL envejecidos tendrán un comportamiento más elástico, es decir se recuperan de la deformación y vuelven a su estado natural mucho más que el MBL original sin envejecer. La muestra que tiene el mayor módulo complejo y menor ángulo de fase es PAV con sólidos, por ende, es la más rígida. Lo anterior, es bueno para el material ya que, al ser rígido, tendrá resistencia a la deformación y también será elástico, impidiendo que se formen roderas con el pasar de los años.

Para las muestras de MBL extraído de probetas y el RTFO sin sólidos, si bien ambos representan el envejecimiento a corto plazo (mezcla, transporte, colocación), los valores de módulo complejo difieren, esto se debe a la composición SARA observada en la tabla 5 y al contenido de sólidos que, aunque es poco influye en la reología del material. El MBL envejecido en RTFO presenta mayor cantidad de asfáltenos por ende el valor de módulo complejo es mayor. Se infiere que, la cantidad de asfáltenos del MBL extraído de probetas disminuye debido a que al extraerle los sólidos al MBL del tren de prueba, la cantidad de sólidos extraídos es mayor por lo que ha sido mezclado con agregados pétreos. Esta cantidad de sólidos inorgánicos adsorbe más asfáltenos. Por lo tanto, el MBL extraído de probetas envejecido en campo presenta menos rigidez que el MBL envejecido en RTFO.

Tabla 6*Propiedades reológicas*

Temperatura del ensayo (°C)	28	34	40	28	34	40
	Módulo complejo G^* [kPa]			Angulo de fase δ [grados]		
MBL Original	17,39	7,29	3,21	80,3	82,6	84,6
MBL sin sólidos	11,23	4,76	2,06	77,5	80,3	82,9
MBL extraído probetas	2,76	1,90	0,85	82,7	83,7	85,7
RTFO con sólidos	49,11	19,58	8,18	76,1	79,0	81,6
RTFO sin sólidos	10,43	4,28	1,86	79,8	82,3	84,5
PAV con sólidos	55,77	22,42	9,39	74,9	78,0	80,7
PAV sin sólidos	6,61	2,96	1,37	75,9	79,8	82,6

5.3.1 Factor de ahuellamiento y fisura por fatiga

Para el análisis de las propiedades mecánicas del material tomamos como referencia los valores límite de factor de ahuellamiento $\frac{G^*}{\text{Sen } \delta}$ y fisura por fatiga $G^* \cdot \text{sen } \delta$, para el asfalto convencional. Los valores de factor de ahuellamiento para asfalto original y asfalto envejecido en

EFECTO DE LA TEMPERATURA SOBRE LAS PROPIEDADES REOLOGICAS DEL MBL

RTFO son $\geq 1,0$ kPa y $\geq 2,20$ kPa, respectivamente. El factor de fisura por fatiga para el asfalto envejecido en PAV es ≤ 5000 kPa.

El factor de ahuellamiento $G^*/\text{sen } \delta$ de las muestras envejecidas y sin envejecer desciende con el aumento de la temperatura como se observa en la tabla 7. Los MBL original y sin sólidos cumplen la condición para muestras originales de $G^*/\text{sen } \delta \geq 1,00$ kPa. Por lo tanto, se puede inferir que, a temperaturas por debajo de 40°C , tendrá un buen desempeño. Las muestras envejecidas a corto plazo como lo son MBL extraído de probetas y RTFO con y sin sólidos cumplen con la condición de $G^*/\text{sen } \delta \geq 2,20$ kPa. El MBL extraído de probetas solo lo cumple a 28°C y el RTFO sin sólidos hasta 34°C , esto quiere decir que estas muestras, por encima de dichas temperaturas podrían presentar falla por deformación permanente. Las muestras envejecidas a largo plazo como son PAV con y sin sólidos a las temperaturas que se realizó el ensayo cumplen con la condición de fisuración por fatiga $G^* \cdot \text{sen } \delta \leq 5000$ kPa. Como se muestra en la tabla 7, estos resultados nos demuestran que hasta 40°C las muestras tendrán buen desempeño y que a temperaturas menores a 28°C podría tener falla por fatiga o fisura térmica.

Tabla 7

Factor de ahuellamiento y fisuración por fatiga

Muestra	$\frac{G^*}{\text{Sen } \delta}$ [kPa]				$G^* \cdot \text{Sen } \delta$ [kPa]		
	28°C	34°C	40°C		28°C	34°C	40°C
MBL Original	17,64	7,35	3,22	PAV con sólidos	53,83	21,93	9,26
MBL sin sólidos	11,51	4,83	2,07	PAV sin sólidos	6,41	2,91	1,36
MBL extraído probetas	2,79	1,91	0,85				
RTFO con sólidos	50,59	19,94	8,27				
RTFO sin sólidos	10,60	4,32	1,87				

Es importante mencionar, que el análisis anterior se realizó tomando como referencia los resultados obtenidos de literatura para el asfalto convencional debido a que el MBL al ser un material nuevo, no se dispone de información. Teniendo en cuenta los resultados reportados de factor de ahuellamiento y fisura por fatiga de nuestro material, se puede inferir que los valores

limite deberían ser menores a los del asfalto convencional. Porque, las cargas a las que estará sometido serán menores, puesto que, el material se usará para estabilizar vías terciarias, no para fabricación de pavimentos flexibles. Además, la estructura de una estabilización es diferente a la de un pavimento.

5.3.2 Creep recovery

En la tabla 8, se presentan los resultados del ensayo creep-recovery del MBL original y MBL envejecidos. Se evidencia que, las muestras presentan mayor porcentaje de recuperación al aplicarles un esfuerzo de 100 Pa*s mientras que a 2000 Pa*s esa recuperación disminuye evidentemente a menor temperatura, es decir a 28°C las muestras tienden a recuperarse más que a 40°C. Las muestras envejecidas tienen una buena capacidad de recuperación elástica a los 28°C y a las dos magnitudes de esfuerzo. Finalmente, se observa que a medida que el ligante se envejece la capacidad de recuperación es menor debido a la oxidación, esto se debe a que el MBL aumenta su rigidez, (Ramírez, 2022).

Tabla 8

Resultados ensayo Creep repetitivo

Esfuerzo [Pa]		100	2000
Muestra	Temperatura [°C]	Recuperación[%]	Recuperación[%]
MBL Original	28	3,36	2,58
	40	1,17	0,72
MBL RTFO CS	28	7,99	6,60
	40	2,59	0,81
MBL PAV CS	28	7,37	6,47
	40	2,83	0,62

6 Conclusiones

La caracterización fisicoquímica y reológica permitió identificar las propiedades fisicoquímicas y reológicas que tuvieron mayor influencia sobre el envejecimiento del ligante bituminoso.

El porcentaje de insolubles en tricloroetileno (TCE) aumenta, debido a la degradación del material con el envejecimiento. Un incremento de insolubles en n-heptano indica un aumento de asfáltenos a medida que el material envejece, y, por lo tanto, un incremento en la viscosidad. Los sólidos inorgánicos y el cambio en las fracciones SARA tienen un efecto significativo en la reología del material.

Los resultados del fraccionamiento SARA evidenciaron una disminución de aromáticos y resinas. El contenido de asfáltenos, así como el índice de inestabilidad coloidal I_c , aumentan a medida que el material es sometido a envejecimiento. El MBL envejecido a corto plazo presenta una consistencia dura y quebradiza debido a su alto valor de índice coloidal.

Las muestras envejecidas a corto y largo plazo a una temperatura de 60°C y tiempos de 16 y 20h, respecto a muestras sin envejecer, no presentan un aumento considerable de asfáltenos. Por lo que se podría asegurar que a dichas condiciones el material no es susceptible al envejecimiento.

Los sólidos contenidos en el MBL ayudan a disminuir la volatilización de fracciones del material cuando es sometido a tratamiento térmico, como se evidenció en los resultados obtenidos para el análisis termogravimétrico. Es posible asegurar que, para las temperaturas de aplicación y servicio, el material es resistente térmicamente, siendo esto positivo ya que al ser empleado en tratamientos para la estabilización de suelos en vías terciarias no habrá liberación de hidrocarburos al ambiente.

Los espectros FTIR nos permitieron observar la formación de grupos funcionales polares como carbonilos y sulfóxidos los cuales evidencian el envejecimiento por oxidación del material. Las interacciones causadas por reacciones de aromatización y dehidrogenación, dan como resultado estructuras complejas y de mayor peso molecular, que contribuyen a que el ligante sea más rígido.

Las propiedades reológicas analizadas en el reómetro de corte dinámico (DSR) indican que, siguiendo los valores de referencia para el asfalto convencional con penetración 60/70. El módulo complejo aumenta con el envejecimiento, dicho aumento está directamente relacionado con la dureza del ligante. Respecto al factor de ahuellamiento y fisura por fatiga, los MBL originales con y sin sólidos a temperaturas mayores de 40°C presentarían falla por deformación.

La temperatura máxima para no sufrir deformación del MBL envejecido en laboratorio fue de 34°C. El ligante envejecido a largo plazo sufre falla por fatiga a temperaturas menores de 28°C y a mayores de 40°C presentara condiciones favorables. Los ligantes envejecidos son más duros y elásticos en comparación con los no envejecidos, por lo que mostró un mayor valor de módulo complejo.

El material envejecido y sin envejecer tiene mayor capacidad de recuperarse y volver a su estado natural a una temperatura de 28°C. A 40°C esta recuperación disminuye. Al someter el material a envejecimiento a largo plazo el porcentaje de deformación disminuye debido a la oxidación. Los MBL envejecidos a corto y largo plazo tienen valores de recuperación similares a 28 y 40°C. Lo que indica que el MBL no presenta cambios significativos al someterlo a envejecimiento a largo plazo.

Referencias Bibliográficas

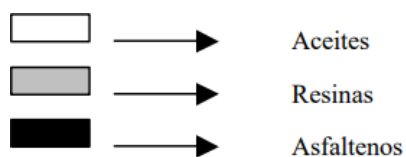
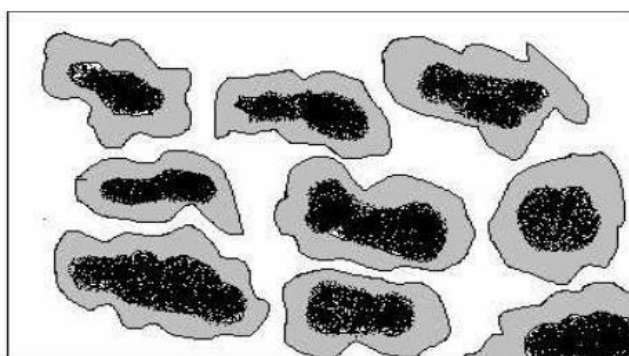
- Asif, S. A., Ahmad, N., Asif, S. U., Zaidi, S. B. A., & Amin, S. (2023). Effect of Aging on Physical, Chemical, and Thermal Properties of Bitumen. *Journal of transportation engineering*, 149(2). <https://doi.org/10.1061/jpeodx.pveng-1129>
- Airey, G. D. (2003). "State of the Art Report on Ageing Test Methods for Bituminous Pavement Materials," *International Journal of Pavement Engineering*, vol. 4, no. 3, pp. 165–176, Sep. 2003, doi: 10.1080/1029843042000198568.
- Ardila, A. Granados, S. (2012). "Envejecimiento de mezclas asfálticas 60-70 y 80-100 a largo plazo," Pontificia Universidad Javeriana, 2012. doi: 10.11144/Javeriana.10554.2548.
- Afanasieva, N. Álvarez, M. Arellano, J. (2000). *ENVEJECIMIENTO DE ASFALTOS COLOMBIANOS / Revista ION*. (s. f.). <https://revistas.uis.edu.co/index.php/revistaion/article/view/1319>
- Cabrera, N. (2023). "Influencia de los procesos de transporte y almacenaje en las propiedades visco-elásticas de un ligante asfáltico 60/70," Trabajo de grado, Pontificia Universidad Javeriana, 2012. Accessed: May 22, 2023. [Online]. Available: <http://hdl.handle.net/10554/11111>
- Castellanos, G. W. M. Chaves P S. B. (2020). "Efecto del envejecimiento de mezclas asfálticas en el ciclo de vida del pavimento desde el aspecto técnico y ambiental. Revisión del estado de conocimiento," *Revista vínculos*, vol. 17, no. 1, pp. 7–23, Jun. 2020, doi: 10.14483/2322939x.16227.
- Castro, R. H. B. J. C. (2016). "Evaluación de las propiedades reológicas y térmicas de un asfalto convencional y uno modificado con un desecho de PEBD," *Revista Ingeniería*, vol. 21, pp. 7–18, 2016.
- Cuadro, C. C. C. Osorio, E. J. I. (2012). *Construcción de las curvas maestras del Mástic a partir del análisis reológico de muestras elaboradas en laboratorio y de muestras recuperadas de mezclas en servicio*.
- Cobos, C. M. A. (2015). *Asfaltenos analisis y descripción*. Instituto Politecnico Nacional. Studocu. <https://www.studocu.com/es-mx/document/instituto-politecnico-nacional/quimica-organica-ii/asfaltenos-analisis-y-descripcion/18382375>
- Colegio de Ingenieros T Cnicos de Obras P Blicas e Ingenieros Civiles*. (s. f.). <https://ingenieros-civiles.es/actualidad/actualidad/1/1283/los-ligantes-bituminosos-definicion-tipos-y-ventajas-de-su-aplicacion-en-la-ingenieria-civil>
- Delgado, M. F. H. (2022, 13 septiembre). *Caracterización fisicoquímica del subproducto sólido del proceso de deshidratación de borras tratadas en planta AMIR*. <https://noesis.uis.edu.co/items/f09dddea-90e5-46b0-875e-5e0bf2ee70ad>
- Fernández-Gómez, W. D., Quintana, H. A. R., & Lizcano, F. R. (2013). El fenómeno de envejecimiento en asfaltos y mezclas asfálticas. una revisión. *Revista Ingeniería E Investigacion*, 33(1), 5-12. <https://repositorio.unal.edu.co/handle/unal/72234>

- Gamarra, A. (2023). "Envejecimiento Termo-Oxidativo de Asfaltos," Universidad EAFIT, Medellín, 2014. Accessed: May 19, 2023. [Online]. Available: <http://hdl.handle.net/10784/2944>
- Guerrero, W. M. C., & Chaves-Pabón, S. B. (2020). Efecto del envejecimiento de mezclas asfálticas en el ciclo de vida del pavimento desde el aspecto técnico y ambiental. Revisión del estado de conocimiento. *Vinculos*, 17(1), 7-23. <https://doi.org/10.14483/2322939x.16227>
- García Melo, W. (2013). *Estudio de la influencia del asfalto envejecido en el comportamiento mecánico de una mezcla de concreto asfáltico producida en caliente* [Tesis de maestría]. Universidad Nacional de Colombia.
- García, B. J. F. (2015). Tecnología de los materiales. *Universidad Tecnológica Nacional Promoción Directa Facultad Regional - Studocu*. <https://www.studocu.com/pe/document/universidad-cesar-vallejo/tecnologia-de-los-materiales/2015-02-02-06-56-56114824/18046331>
- Hu, G., Li, J., & Zeng, G. (2013). Recent development in the treatment of oily sludge from petroleum industry: A review. *Journal of Hazardous Materials*, 261, 470-490. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2013.07.069>
- León, M. P. (2012). *Influencia de los procesos de transporte y almacenaje en las propiedades visco-elásticas de un ligante asfáltico 60/70*. <https://repository.javeriana.edu.co/handle/10554/11111>
- Lozano, R. L. (2002). *Estudio preliminar de los efectos de modificadores poliméricos en las características reológicas de los asfaltos para pavimento*. Universidad de los Andes. <https://repositorio.uniandes.edu.co/handle/1992/15739>
- Lu, X., & Isacson, U. (2002). Effect of ageing on bitumen chemistry and rheology. *Construction & Building Materials*, 16(1), 15-22. [https://doi.org/10.1016/s0950-0618\(01\)00033-2](https://doi.org/10.1016/s0950-0618(01)00033-2)
- Méndez, J. P., Afanasjeva, N., & Cifuentes, M. Á. (2013). Correlaciones estadísticas para la estimación de propiedades reológicas de asfaltos en estado original y envejecido. *DOAJ (DOAJ: Directory Of Open Access Journals)*. <https://doaj.org/article/8b25e509f3aa4ae4b05407930cd3e6eb>
- Méndez, J. P., & Afanasjeva, N. (2009). Técnicas instrumentales para la evaluación del envejecimiento en los asfaltos. *Iteckne*, 6(2). <https://doi.org/10.15332/iteckne.v6i2.272>
- Ospino C.T.G (2009). *Aspectos generales del daño de formación por depositación de asfaltenos en yacimientos de petróleo - OilProduction*. E-max. <http://oilproduction.net/reservorios/evaluaciondereservorios/item/1682-aspectos-generales-del-dano-de-formacion-por-depositacion-de-asfaltenos-en-yacimientos-de-petroleo>
- Parada, C. M. (2005). *Envejecimiento acelerado de mezclas asfálticas por oxidación*. Universidad de los Andes. <https://repositorio.uniandes.edu.co/handle/1992/8917>
- Pechenyi, B. G., & Kuznetsov, O. I. (1990). Formation of equilibrium structures in bitumens. *Chemistry and Technology of Fuels and Oils*, 26(7), 372-376. <https://doi.org/10.1007/bf00725771>

- Ramírez, S. P. L. (2022). *Caracterización de asfaltos colombianos sometidos a procesos de envejecimiento en RTFOT y UV entre las 100 y 200 horas.* <https://doi.org/10.11144/javeriana.10554.12672>
- Reyes, F., Daza, C. E., & Rondón, H. A. (2012). DETERMINACIÓN DE LAS FRACCIONES SARA DE ASFALTOS COLOMBIANOS ENVEJECIDOS AL MEDIO AMBIENTE EMPLEANDO CROMATOGRAFÍA LÍQUIDA EN COLUMNA. *Revista EIA*, 9(17), 47-56. <https://dialnet.unirioja.es/descarga/articulo/5598912.pdf>
- Siddiqui, M. N. F. Ali, (1999). “Studies on the aging behavior of the Arabian asphalts,” *Fuel*, vol. 78, no. 9, pp. 1005–1015, Jul. 1999, doi: 10.1016/S0016-2361(99)00018-6.
- Torres, K. (2014). “Análisis De Los Impactos Ambientales Generados Por El Tratamiento Y Disposición Final De Los Residuos Aceitosos (Borras) Generados En Los Distritos De Producción De Hidrocarburos.,” Tesis de Maestría, Universidad Nacional de Colombia, Bogotá, 2014.
- Vargas, X. Reyes, F, (2010). “El fenómeno de envejecimiento de los asfaltos,” *Ingeniería e investigación*, vol. 30, no. 3, pp. 27–44, Dec. 2010.
- ASTM I, *Standard Test Method for Solubility of Asphalt Materials in Trichloroethylene.* doi: 10.1520/D2042-09.
- ASTM I, “*Extracción cuantitativa del asfalto en mezclas para pavimentos-Astm D2172.*” <https://es.scribd.com/document/455578857/ASTM-D2172-D2172M-17> (accessed May 22, 2023).
- INVIAS, “Efecto del calor y del aire sobre el asfalto en lámina delgada y rotatoria INV E-720-13.”
- INVIAS, “método de envejecimiento acelerado de ligantes asfálticos utilizando una cámara de envejecimiento a presión (PAV) INV E-751-13 1
- INVIAS, Especificaciones generales de construcción de carreteras. Artículo 410. Bogotá, Colombia 2022.

Apéndices

Apéndice A. Estructura coloidal del asfalto



Nota. Tomado de Alberto, Á. S. Ó. (2002). *Estudio preliminar de los efectos de modificadores poliméricos en las características reológicas de los asfaltos para pavimento.* Universidad de los Andes. <https://repositorio.uniandes.edu.co/handle/1992/15739>

Apéndice B

Figura B1

Horno Rotatorio de Película Delgada (RTFO)



Nota. Foto tomada del laboratorio de Corasfaltos UIS Guatiguará

Figura B2

Portamuestras circular del RTFO



Nota. Foto tomada del horno rotatorio de película delgada del laboratorio de Corasfaltos UIS

Guatiguará

Apéndice C**Figura C1**

Cámara de envejecimiento a presión PAV



Nota. Foto tomada del laboratorio de Corasfaltos UIS Guatiguará

Figura C2

Cámara a presión dentro del PAV



Nota. Foto tomada de la cámara de envejecimiento a presión PAV del laboratorio de Corasfaltos

UIS Guatiguará

Apéndice D. Máquina Centrifuga Pinzuar ELG-601**Apéndice E. Rotoevaporador IKA RV 10**

EFECTO DE LA TEMPERATURA SOBRE LAS PROPIEDADES REOLOGICAS DEL MBL

Apéndice F. Picnómetros con ligante**Apéndice G.** Montaje ensayo insolubles en n-Heptano**Apéndice H.** Montaje Insolubles en TCE

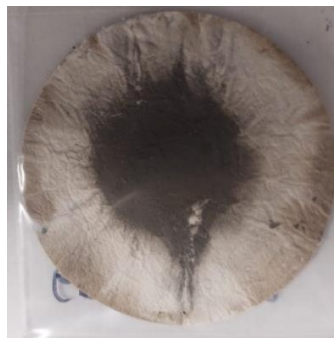
EFECTO DE LA TEMPERATURA SOBRE LAS PROPIEDADES REOLOGICAS DEL MBL

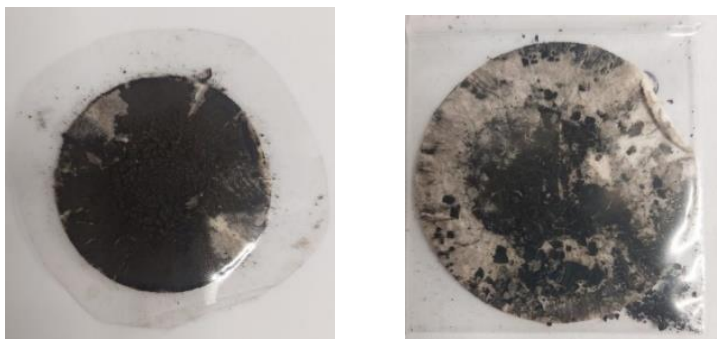
Apéndice I. Muestras en Ultrasonido.**Apéndice J.** Crisoles dentro de mufla**Apéndice K.** Brookfield RV—DV2T

EFECTO DE LA TEMPERATURA SOBRE LAS PROPIEDADES REOLOGICAS DEL MBL

Apéndice L. Reometro de Corte Dinámico (DSR) AR2000ex**Apéndice M.** Muestra dentro de platos metálicos**Apéndice N.** Preparación de probeta para extracción de ligante

EFECTO DE LA TEMPERATURA SOBRE LAS PROPIEDADES REOLOGICAS DEL MBL

Apéndice O. Preparación de la muestra para RTFO**Apéndice P.** Preparación de la muestra para PAV**Apéndice Q.** Insolubles en TCE a) MBL original b) MBL sin sólidos

Apéndice R. Insolubles en n-Heptano a) MBL original b) MBL sin sólidos**Apéndice S.** Contenido de cenizas a) MBL original b) MBL sin sólidos**Apéndice T.** Envejecimiento del MBL original en RTFO a diferentes condiciones

Muestra	MBL Original						MBL sin sólidos
	45	85	720	960	1440	2880	
Temperatura [°C]	45		60				60
Tiempo [min]	85	85	720	960	1440	2880	85
Perdida de masa [g]	0,025	0,05	0,22	0,24	0,42	0,55	0,97
Perdida de masa [%]	0,07	0,14	0,63	0,65	1,19	1,57	2,76
Viscosidad 30°C [Pa·s]	1961	2223,33	3435	4050	4726,6	6690	-
Viscosidad 30°C sin sólidos [Pa·s]	27,98	31,12	42,71	278,13	1477	2333	225,6

Apéndice U. Curvas de viscosidad muestras envejecidas