



UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE
CENTRO DE TECNOLOGIA E RECURSOS NATURAIS
UNIDADE ACADÊMICA DE ENGENHARIA CIVIL
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL – PPGECA
ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: GEOTECNIA

INGRIDY MINERVINA SILVA

**ANÁLISE DO EFEITO DE AGENTES REJUVENESCEDORES ENCAPSULADOS
NA AUTORREGENERAÇÃO DA MISTURA ASFÁLTICA.**

CAMPINA GRANDE - PB

2022

INGRIDY MINERVINA SILVA

**ANÁLISE DO EFEITO DE AGENTES REJUVENESCEDORES ENCAPSULADOS
NA AUTORREGENERAÇÃO DA MISTURA ASFÁLTICA.**

Dissertação submetida ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil e Ambiental da Universidade Federal de Campina Grande como parte dos requisitos para a obtenção do título de Mestre (Msc) em Engenharia Civil e Ambiental.

Área de concentração: Geotecnia.

Orientadora: Dra. Lêda Christiane de Figueirêdo Lopes Lucena.

CAMPINA GRANDE – PB

2022

S586a

Silva, Ingridy Minervina.

Análise do efeito de agentes rejuvenescedores encapsulados na autorregeneração da mistura asfáltica / Ingridy Minervina Silva. – Campina Grande, 2022.

141 f. : il. color.

Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil e Ambiental) – Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Tecnologia e Recursos Naturais, 2022.

"Orientação: Profa. Dra. Lêda Christiane de Figueirêdo Lopes Lucena".

Referências.

1. Geotecnia. 2. Misturas Asfálticas. 3. Autorregeneração. 4. Agente Rejuvenescedor. 4. Agentes Encapsulados. I. Lucena, Lêda Christiane de Figueirêdo Lopes. II. Título.

CDU 624.13(043)



MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE
POS-GRADUACAO ENGENHARIA CIVIL AMBIENTAL
Rua Aprigio Veloso, 882, - Bairro Universitario, Campina Grande/PB, CEP 58429-900

REGISTRO DE PRESENÇA E ASSINATURAS

1. **ATA DA DEFESA PARA CONCESSÃO DO GRAU DE MESTRE EM ENGENHARIA CIVIL E AMBIENTAL**
2. **ALUNA: INGRIDY MINERVINA SILVA/ COMISSÃO EXAMINADORA: DR.ª LÊDA CHRISTIANE DE FIGUEIREDO LOPES LUCENA - PPGECA/UFCG (PRESIDENTE) - ORIENTADORA, DR. ADRIANO ELISIO DE FIGUEIREDO LOPES LUCENA - PPGECA/UFCG – EXAMINADOR INTERNO, DR. LUCAS FEITOSA DE ALBUQUERQUE LIMA BABADOPULOS - UFC - EXAMINADOR EXTERNO (PORTARIA 27/2022). / TITULO DA DISSERTAÇÃO: “AVALIAÇÃO DA COMBINAÇÃO DE ZEÓLITA COM BIOLIGANTE EM MISTURAS ASFÁLTICAS RECICLADAS” / ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: GEOTECNIA / HORA DE INICIO: 15:15 HORAS / FORMA DA SESSÃO: POR VÍDEO CONFERÊNCIA.**
3. **EM SESSÃO REALIZADA POR VÍDEO CONFERÊNCIA, APÓS EXPOSIÇÃO DE CERCA DE 40 MINUTOS, O(A) CANDIDATO(A) FOI ARGUIDO(A) ORALMENTE PELOS MEMBROS DA COMISSÃO EXAMINADORA, TENDO DEMONSTRADO SUFICIÊNCIA DE CONHECIMENTO E CAPACIDADE DE SISTEMATIZAÇÃO NO TEMA DE SUA DISSERTAÇÃO, SENDO-LHE ATRIBUÍDA O CONCEITO “EM EXIGÊNCIA”, SENDO QUE A POSSIBILIDADE DE APROVAÇÃO ESTÁ CONDICIONADA À AVALIAÇÃO DA NOVA VERSÃO DO TRABALHO FINAL, SEGUINDO PROCEDIMENTOS PREVISTOS NA RESOLUÇÃO DO PROGRAMA. O PRESIDENTE DA COMISSÃO EXAMINADORA, OUVIDOS OS DEMAIS MEMBROS, DEVERÁ FICAR RESPONSÁVEL POR ATESTAR QUE AS CORREÇÕES SOLICITADAS NA LISTA DE EXIGÊNCIAS FORAM ATENDIDAS NA VERSÃO FINAL DO TRABALHO. A COMISSÃO EXAMINADORA CUMPRINDO OS PRAZOS REGIMENTAIS, ESTABELECE UM PRAZO MÁXIMO DE 30 DIAS PARA QUE SEJAM FEITAS AS ALTERAÇÕES EXIGIDAS. APÓS O DEPÓSITO FINAL DO DOCUMENTO DE DISSERTAÇÃO, DEVIDAMENTE REVISADO E MEDIANTE ATESTADO DO ORIENTADOR, O CONCEITO "EM EXIGÊNCIA" PASSARÁ IMEDIATAMENTE PARA O DE “APROVADO”. NA FORMA REGULAMENTAR, FOI LAVRADA A PRESENTE ATA, QUE É ASSINADA POR MIM, WELLINGTON LAURENTINO DOS SANTOS, SECRETÁRIO, ALUNO E OS MEMBROS DA COMISSÃO EXAMINADORA PRESENTES.**
4. **CAMPINA GRANDE, 31 DE AGOSTO DE 2022**
- 5.
- 6.
- 7.
8. **LUCAS FEITOSA DE ALBUQUERQUE LIMA BABADOPULOS - UFC - EXAMINADOR EXTERNO**



Documento assinado eletronicamente por **Ingridy Minervina Silva, Usuário Externo**, em 02/09/2022, às 14:20, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 8º, caput, da [Portaria SEI nº 002, de 25 de outubro de 2018](#).

Documento assinado eletronicamente por **LEDA CHRISTIANE DE FIGUEIREDO LOPES LUCENA, PROFESSOR(A) DO MAGISTERIO SUPERIOR**, em 02/09/2022, às 14:34, conforme horário oficial de



Brasília, com fundamento no art. 8º, caput, da [Portaria SEI nº 002, de 25 de outubro de 2018](#).



Documento assinado eletronicamente por **WELLINGTON LAURENTINO DOS SANTOS, SECRETÁRIO (A)**, em 05/09/2022, às 09:29, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 8º, caput, da [Portaria SEI nº 002, de 25 de outubro de 2018](#).



Documento assinado eletronicamente por **ADRIANO ELISIO DE FIGUEIREDO LOPES LUCENA, CHEFE (A)**, em 05/09/2022, às 11:47, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 8º, caput, da [Portaria SEI nº 002, de 25 de outubro de 2018](#).



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site <https://sei.ufcg.edu.br/autenticidade>, informando o código verificador **2575315** e o código CRC **A3667443**.

Referência: Processo nº 23096.048928/2022-72

SEI nº 2575315



Documento assinado digitalmente
LUCAS FEITOSA DE ALBUQUERQUE LIMA B/
Data: 16/09/2022 09:51:44-0300
Verifique em <https://verificador.iti.br>

AGRADECIMENTOS

A Deus, por tudo que me move em fé.

As palavras aqui descritas não são suficientes para expressar a gratidão que sinto por todos que contribuíram para que hoje eu concluísse esta que é a última parte do que escrevo para a composição deste trabalho. Em muitos momentos considerei que este seria um sonho distante e quase impossível, mas se hoje este momento chegou, tenho certeza que é uma vitória tão minha quanto de vocês.

Minha mãe, Filismina, que sempre me ensinou que não existe nada de mais valioso a ser compartilhado com um filho do que conhecimento e educação. Sem sua força e garra, eu não seria nada do que sou.

Minha irmã Illary e meus tios, em especial Tia Lalá. O olhar de vocês me enche de acolhimento e de certeza de que sempre terei esse amor comigo.

Manuh, que soube ouvir minhas incertezas e inseguranças com toda calma que só ela sabe ter. Que me colocou pra frente, quando meus pés só queriam andar para trás. Seu companheirismo e apoio me fizeram ter garra para ser tão guerreira e dedicada quanto você é. Você é inexplicável. Obrigada por organizar tudo sempre.

Profa. Lêda, obrigada por me acompanhar nessa caminhada acadêmica e por ter compartilhado seu conhecimento para fazer de mim, uma pesquisadora melhor. Seu exemplo representa uma inspiração para minha vida profissional.

Osires, às vezes a gente conhece anjos e eles se tornam amigos. Você, com sua bondade, generosidade, altruísmo e grandeza, me mostrou que o mundo seria bem mais harmônico se fosse repleto de pessoas como você. Sem você, esta página não teria sido escrita. Sua dedicação em laboratório, a troca de conhecimento, de vivência, fez este trabalho ser concluído. Esse encontro é a maior riqueza que o mestrado me deu.

Constantino, meu amigo, meu irmão, sua amizade é um dos bens mais preciosos que a vida me deu. Seu ombro amigo me ajuda a subir cada degrau que conquistei até aqui.

Aos meus amigos pessoais, que tornam a vida mais saborosa de ser vivida.

Ladjane, Joseildo, Arthur, Igor e Jadilson, obrigada por todo apoio dado no decorrer da execução deste trabalho.

Aos membros da banca, Prof. Adriano e Prof. Lucas, por dedicarem parte do seu tempo em contribuir com o esse trabalho.

Ao Laboratório de Engenharia de Pavimentos (LEP) por possibilitar a realização desse trabalho.

À IMCOPA pela doação da borra do óleo de soja que possibilitou a execução desse estudo.

À CAPES, à Universidade Federal de Campina Grande (UFCG) e ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil e Ambiental (PPGECA), por possibilitarem a execução do curso de mestrado.

RESUMO

A autorregeneração é uma característica dos materiais asfálticos de reverter o processo de fissuração, retomando suas características iniciais, ao ser submetido a um esforço. Apesar deste fenômeno ocorrer naturalmente, ele está associado a fatores internos (propriedades químicas, energia superficial livre e propriedades volumétricas) e externos (tempo, temperatura, nível de dano e de carregamento, envelhecimento e umidade). Com isso, para ocorrer naturalmente seriam necessários períodos de repouso e ausência de tráfego para recuperação de um dano causado. Deste modo, para acelerar a autorregeneração e demandar menores períodos de interrupção de tráfego é necessário desenvolver mecanismos. Este trabalho avaliou o uso do ácido graxo (AGS) e da borra (BS) do óleo de soja como agentes rejuvenescedores encapsulados pelo procedimento de gelificação ionotrópica de alginato na presença de cálcio. Os rejuvenescedores foram escolhidos com base em seu potencial técnico e por se tratar de um resíduo com baixo valor econômico agregado. Quatro tipos de cápsulas foram produzidos: C/BS_{0,1} e C/BS_{0,2} (compostas por borra de soja); C/AGS_{0,1} e C/AGS_{0,2} (compostas por ácido graxo). A razão de rejuvenescedor/água variou em 0,1 e 0,2. Inicialmente foram avaliadas as propriedades das cápsulas obtidas por meio de seu diâmetro equivalente, uniformidade e resistência à compressão. Estas foram adicionadas à mistura em um teor de 0,6% do peso total da mistura. Após isso, o efeito dessa adição sobre o volume de vazios, a resistência à tração indireta, ao dano por umidade induzida, rigidez, deformação permanente e vida de fadiga foi avaliado. Por fim, a autorregeneração das misturas com e sem cápsulas foi avaliada por meio do ensaio *Semicircular Bending Test* - SCB, utilizando carregamento dinâmico e período de descanso de 24 horas. As cápsulas apresentaram resistência e uniformidade que viabilizam sua utilização. As adições não afetaram consideravelmente o volume de vazios, apresentaram efeitos benéficos no módulo de resiliência, na vida de fadiga e no dano por umidade. Embora tenham reduzido a resistência à deformação permanente, à tração e na carga máxima obtida na aplicação do SCB estático, todas as amostras apresentaram valores superiores ao mínimo exigido nas normativas vigentes. As cápsulas elevaram o percentual de regeneração com valores de 169%, 72%, 109% e 90% para as misturas com C/BS_{0,1}; C/BS_{0,2}; C/AGS_{0,1} e C/AGS_{0,2}, respectivamente, enquanto que para a mistura sem cápsulas esse valor atingiu 62%. Diante disso, destaca-se a aplicabilidade técnica do ácido graxo e da borra do óleo de soja para utilização como rejuvenescedor encapsulado em adição às misturas asfálticas.

Palavras-chave: Autorregeneração; Agente rejuvenescedor; Agentes encapsulados.

ABSTRACT

Self-healing is a characteristic of asphalt materials to reverse the cracking process, resuming its initial characteristics, when subjected to a damage. Although this phenomenon occurs naturally, it is associated with internal factors (chemical properties, free surface energy and volumetric properties) and external factors (time, temperature, damage and loading level, aging and humidity). Based on these factors, to occur naturally, long periods of time would be required to recover from damage caused, for example, by fatigue in the layer of an asphalt coating. Thus, mechanisms for accelerating self-healing are needed. This work evaluated the use of fatty acid (AGS) and sludge (BS) from soybean oil as rejuvenating agents encapsulated by the ionotropic alginate gelation procedure in the presence of calcium. The rejuvenators were chosen based on their technical potential and because it is a waste with low added economic value. Four types of capsules were produced: C/BS_{0,1} and C/BS_{0,2} (composed of soybean dregs); C/AGS_{0,1} and C/AGS_{0,2} (composed of fatty acid). The rejuvenator/water ratio varied between 0.1 and 0.2. Initially, the properties of the capsules obtained through their equivalent diameter, uniformity and compressive strength were evaluated. These were added to the mixture at a content of 0.6%. After that, the effect of this addition on void volume, indirect tensile strength, induced moisture damage, stiffness, permanent deformation and fatigue life was evaluated. Finally, the self-regeneration of the mixtures with and without capsules was evaluated using the Semicircular Bending Test - SCB, using dynamic loading and a 24-hour rest period. The capsules presented resistance and uniformity that enable their use. The additions did not significantly affect the void volume, they showed beneficial effects on the resilience module, fatigue life and moisture damage, but reduced the resistance to permanent deformation and tensile, also showing reductions in the strength test performed by the static SCB. All samples increased the percentage of regeneration with values of 169%, 72%, 109% and 90% for mixtures with capsules C/BS_{0,1}; C/BS_{0,2}; C/AGS_{0,1} e C/AGS_{0,2}, respectively, while for the mixture without capsules this value reached 62%. In view of this, the technical applicability of fatty acid and soybean oil sludge for use as an encapsulated rejuvenator in addition to asphalt mixtures stands out.

Keywords: Self-healing; Rejuvenators agents; Encapsulated agents.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Fracionamento feito por meio de cromatografia de camada fina.....	22
Figura 2. Constituintes do asfalto.....	23
Figura 3. Dano por fadiga.....	27
Figura 4. Etapas de desenvolvimento do processo de autorregeneração.....	31
Figura 5. Fluxograma para exemplificação do desenvolvimento da autorregeneração e da fadiga.	32
Figura 6. Imagem MFA do asfalto durante o processo de autorregeneração.....	33
Figura 7. Imagens MEV de um ligante asfáltico (PG 64-28) envelhecido, após diferentes períodos de descanso.....	34
Figura 8. Imagens obtidas por MF do processo de autorregeneração de um ligante asfáltico modificado por SBS.....	35
Figura 9. Tomografia computadorizada de uma amostra de mastiche asfáltico após aquecimento, seguido de diversos períodos de descanso.....	36
Figura 10. Resultados da tomografia computadorizada antes e depois da cicatrização por indução: (a, b) antes da cicatrização e (c, d) após a cicatrização.....	40
Figura 11. Evolução da autorregeneração em relação ao tempo.....	41
Figura 12. Ilustração do processo de rompimento das cápsulas incorporadas na mistura asfáltica.	42
Figura 13. Evolução do processo de cicatrização em uma amostra contendo rejuvenescedores encapsulados.....	43
Figura 14. Reconstrução por meio de Tomografia Computadorizada dos núcleos da mistura asfáltica contendo rejuvenescedores encapsulados (a) 0,5% de cápsulas; (b) 0,75% de cápsulas e (c) cápsula não danificada e (d) cápsula danificada.....	43
Figura 15. Composição dos alginatos: cadeia de ácidos manurônicos; cadeia de ácidos gulurônicos; cadeia de ácidos manurônicos e gulurônicos alternados.....	44
Figura 16. Esquema de formação das micropartículas de alginato via técnica de gelatinização ionotrópica.....	45

Figura 17. Ilustração da reticulação de polímeros de alginato com cátions divalentes: (a) polímeros de alginato, (b) reação de alginato com íons de cálcio, (c) estrutura porosa em "caixa de ovo".....	45
Figura 18. Cápsula de alginato de cálcio: (a) imagem externa individual e (b) estrutura interna das cápsulas.	46
Figura 19. Geometria de execução do teste de flexão por 3 pontos.	47
Figura 20. Avaliação da autorregeneração: (a) tempo de cicatrização e (b) percentual de regeneração.	48
Figura 21. Medições da autorregeneração em porcentagem.	49
Figura 22. Configuração do ensaio de viga de flexão em três pontos sob fundação elástica...50	50
Figura 23. Configuração do ensaio de viga sobre fundação elástica aplicada para medir os comportamentos de fissuração e de cura do material asfáltico: (a) ilustração; (b) o entalhe na amostra; (c) dimensões do bloco de alumínio; (d) tamanho da amostra; (e) largura do bloco de alumínio; e (f) configuração da amostra.	51
Figura 24. Morfologias de microscópio de fluorescência do mecanismo de regeneração: (a) microfissura na amostra; (b) as microcápsulas rompidas por microfissuras; e (c e d) o movimento e direção do rejuvenescedor induzidos pela capilaridade.	52
Figura 25. Modelo de execução e carregamento do SCB.....	53
Figura 26. Caminho percorrido pela fissura durante execução do ensaio.	54
Figura 27. Principais processos para o refino de óleos vegetais.	60
Figura 28. Fluxograma de execução das etapas desta pesquisa.	63
Figura 29. Agregados utilizados nesta pesquisa: (a) Brita 19 mm; (b) Brita 12,5 mm; (c) Pó de Pedra; (c) Areia e (d) Cal hidratada.	64
Figura 30. Curvas granulométricas dos agregados utilizados.	65
Figura 31. Imagem do reservatório de armazenamento da borra e de seu aspecto.	66
Figura 32. FTIR da borra do óleo de soja.	68
Figura 33. Fluxograma do processo de acidulação para obtenção dos ácidos graxos.....	69
Figura 34. Fluxograma do processo de microencapsulação.	73

Figura 35. Etapas do procedimento de microencapsulação (a) reagentes; (b) adição do Alginato de sódio; (c) adição do rejuvenescedor; (d) Solução com cloreto de cálcio e (e) gotejamento.	74
Figura 36 - Aspecto das cápsulas (a) úmidas e (b) após secagem.....	75
Figura 37. Teste de compressão das cápsulas.....	76
Figura 38 - Curvas inferior, intermediária e superior, TMN = 19,0 mm	77
Figura 39 - Adição das cápsulas à mistura asfáltica (a) e sua distribuição (b).....	80
Figura 40. Volume de vazios das misturas estudadas.	80
Figura 41. Fluxograma ilustrativo para mensuração da autorregeneração.....	85
Figura 42 - Processo de obtenção dos corpos de prova: corpo de prova compactado (a); serragem ao meio (b); corpo de prova semicircular (c); garra para suporte (d); entalhe (e) e pintura de uma das faces (f).....	86
Figura 43. Geometria do corpo de prova obtido.....	87
Figura 44. Execução do protocolo 1: teste de força (a); ruptura (b) e dano causado durante o procedimento de teste (c).....	88
Figura 45. Curva de fadiga com ponto de trinca inicial e de ruptura por fadiga.....	89
Figura 46. Diâmetro equivalente das cápsulas estudadas.....	91
Figura 47. Análise de normalidade dos dados (QQ Norm): (a) C/ BS 0,1; (b) C/ AGS 0,1; (d) C/ BS 0,2 e (d) C/ AGS 0,2.	92
Figura 48. Resistência à compressão das cápsulas.	94
Figura 49. Resistência de pico média para as cápsulas poliméricas.....	94
Figura 50. Dados de resistência à tração por compressão diametral.	96
Figura 51. Resultados para resistência à tração retida (RRT) das amostras.....	98
Figura 52. Resultados para o MR das misturas avaliadas.	99
Figura 53. Resultados do Flow Number obtidos pelo ensaio uniaxial de carga repetida.....	101
Figura 54. Número de ciclos até a ruptura <i>versus</i> diferença de tensões no centro da amostra.	103

Figura 55. Número de ciclos até a ruptura <i>versus</i> deformação resiliente inicial.....	103
Figura 56. Processo de surgimento e reparação da trinca.....	106
Figura 57. Curvas tensão \times deformação obtidas do ensaio de SCB Estático para as misturas: sem cápsulas - REF (a); com cápsulas do tipo C/BS _{0,1} (b); C/BS _{0,2} (c); C/AGS _{0,1} (d); C/AGS _{0,2} (e).....	107
Figura 58. Resultados obtidos a partir do ensaio de SCB dinâmico nas amostras: Sem cápsulas - REF (a); com cápsulas do tipo C/BS _{0,1} (b); C/BS _{0,2} (c); C/AGS _{0,1} (d); C/AGS _{0,2} (e).	110
Figura 59. Resultados obtidos a partir da repetição de SCB dinâmico após aplicação de repouso nas amostras: Sem cápsulas - REF (a); com cápsulas do tipo C/BS _{0,1} (b); C/BS _{0,2} (c); C/AGS _{0,1} (d); C/AGS _{0,2} (e).	112
Figura 60. Níveis de autorregeneração para as amostras sem e com cápsulas.....	113

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Resultados da caracterização física e mecânica dos agregados graúdos e miúdos...	65
Tabela 2. Caracterização da borra proveniente do óleo de soja.	66
Tabela 3. Resultados das propriedades físicas e reológicas do ligante asfáltico virgem e daquele adicionado de borra e ácido graxo do óleo de soja.	71
Tabela 4. Proporções utilizadas na formação das cápsulas.	74
Tabela 5. Proporções de agregados para a mistura asfáltica convencional.	77
Tabela 6 - Parâmetros volumétricos das misturas com teor de ligante inicial.	78
Tabela 7 - Resumo dos parâmetros volumétricos da mistura de projeto.....	78
Tabela 8. Teste-t aplicado par a par para compressão das cápsulas.	95
Tabela 9. Resumo das características das curvas de vida de fadiga das misturas.	104
Tabela 10. Resumo dos resultados máximos obtidos para o SCB Estático.....	108
Tabela 11. Parâmetros obtidos com aplicação do Protocolo 2.....	111
Tabela 12. Resultados colhido para o ponto de Ruptura das amostras.....	113

LISTA DE QUADROS

Quadro 1. Principais ensaios de Fadiga.....	28
Quadro 2. Métodos de caracterização da autorregeneração.	37
Quadro 3. Principais fontes de biomassa para produção de bio-óleos.	56
Quadro 4. Alguns estudos com base em bio-ligantes e suas principais características.....	57
Quadro 5. Teste físicos e reológicos para caraterização das amostras utilizadas e suas respectivas padronizações.....	70
Quadro 6. Nomenclatura das amostras analisadas.....	71
Quadro 7. Resumo dos resultados obtidos.....	114

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AASHTO	<i>American Association of State Highway and Transportation Officials</i>
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
AI	Índice de Envelhecimento
AMPT	<i>Asphalt Mixture Performance Tester</i>
AOCS	<i>American Oil Chemists' Society</i>
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
CAI	Chemical Aging Index
CAP	Cimento Asfáltico de Petróleo
CGS	Compactador Giratório SUPERPAVE
CP	Corpo de Prova
DNIT	Departamento Nacional de Infraestrutura de Transportes
DSR	<i>Dynamic Shear Rheometer</i>
FN	<i>Flow Number</i>
FTIR	<i>Fourier Transform Infrared Spectroscopy</i>
G*	Módulo de cisalhamento complexo
ISC	Índice de Suscetibilidade Térmica
LEP	Laboratório de Engenharia de Pavimentos
LVDT	<i>Linear Variable Differential transformer</i>
MR	Módulo de Resiliência
MSCR	<i>Multiple Stress Creep Recovery</i>
NBR	Norma Técnica
PG	<i>Performance Grade</i>
RAI	<i>Rheological Aging Index</i>
REF	Mistura de referência
RRT	Resistência Retida à Tração
RT	Resistência à Tração
RTFO	<i>Rolling Thin-Film Oven</i>
SARA	Saturados, Aromáticos, Resinas e Asfaltenos
SCB	<i>Semi-circular Bending Test</i>
SUPERPAVE	<i>Superior Performance Asphalt Pavements</i>

TMN	Tamanho Máximo Nominal
UFCG	Universidade Federal de Campina Grande
UTM	<i>Universal Testing Machine</i>
VAI	<i>Viscosity Aging Index</i>
VAM	Vazios no Agregado Mineral
δ	Ângulo de fase

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	18
	2.1 Objetivos	20
	1.1.1 Objetivo geral	20
	1.1.2 Objetivos específicos.....	20
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	21
	2.1 LIGANTES ASFÁLTICOS	21
	2.1.1 Envelhecimento do ligante asfáltico.....	23
	2.2 Dano por fadiga	26
	2.3 Autorregeneração de misturas asfálticas	29
	2.3.1 Mensuração da autorregeneração	33
	2.4 Métodos de aceleração da capacidade de autorregeneração	38
	2.4.1 Aquecimento por indução	39
	2.4.2 Agentes rejuvenescedores encapsulados	41
	2.4.3. Gelificação ionotrópica de alginato na presença de cálcio	44
	2.5 MÉTODOS DE ENSAIO PARA AVALIAÇÃO DO AUTORREGENERAÇÃO	46
	2.5.1 Teste de flexão de três pontos	46
	2.5.2 Teste de viga em fundação elástica	49
	2.5.3 Teste de flexão semicircular.....	52
	2.6 REJUVENESCEDORES PARA misturas asfálticas	54
	2.7 USO DE BIO-ÓLEOS COMO REJUVENESCEDORES	55
	2.7.1 Bio-ligantes	57
	2.7.2 Borra de soja.....	59
	2.8 CONSIDERAÇÕES QUANTO À LITERATURA	62
3	MATERIAIS E MÉTODOS	63

3.1 MATERIAIS	63
3.1.1 Agregados.....	64
3.1.2 Borra do óleo de soja.....	66
3.1.3 Ácidos graxos da borra de soja.....	68
3.1.1 Ligante asfáltico	70
3.2 microencapsulação.....	72
3.3 DESEMPENHO DAS CÁPSULAS	75
3.3.1 Diâmetro das cápsulas	75
3.3.2 Resistência à compressão das cápsulas	76
3.5 adição das cápsulas as misturas asfálticas.....	78
3.6 EFEITOS DA ADIÇÃO DE CÁPSULAS NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS.....	81
3.6.1 Resistência à tração por compressão diametral.....	81
3.6.2 Dano por umidade induzida	81
3.6.3 Módulo de resiliência (MR)	82
3.6.4 Resistência à deformação permanente	83
3.6.5 Vida de fadiga	83
3.7 AUTORREGENERAÇÃO DAS MISTURAS ASFÁLTICAS	85
3.7.1 Confeção dos corpos de prova.....	86
3.7.2 Protocolo 1: SCB Monotônico	87
3.7.3 Protocolo 2: Ensaio SCB Dinâmico até a ruptura	88
3.7.4 Protocolo 3: Ensaio SCB Dinâmico e mensuração da autorregeneração	89
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES	91
4.1 ANÁLISE DE DESEMPENHO DAS CÁPSULAS.....	91
4.1.1 Diâmetro equivalente das cápsulas.....	91
4.1.2 Resistência à compressão das cápsulas	93

3.8	DESEMPENHO MECÂNICO DA MISTURA ASFÁLTICA.....	95
3.8.1	Resistência à tração por compressão diametral.....	95
3.8.2	Dano por umidade induzida	97
3.8.3	Módulo de Resiliência.....	99
3.8.4	Resistência à deformação permanente	100
3.8.5	Vida de Fadiga.....	102
3.9	MEDIÇÃO DA AUTORREGENERAÇÃO	106
4.3.1	Protocolo 1: SCB Estático.....	106
4.3.2	Protocolo 2: Ensaio SCB Dinâmico até a ruptura.....	109
4.3.2	Protocolo 3: Determinação dos níveis de autorregeneração	111
4	CONCLUSÕES E SUGESTÕES.....	116
4.1	CONSIDERAÇÕES FINAIS	116
4.2	SUGESTÕES PARA PESQUISAS FUTURAS	117
	REFERÊNCIAS	118

1 INTRODUÇÃO

O pavimento asfáltico, durante a sua vida útil de serviço, pode apresentar manifestações patológicas sob o efeito de cargas e de fatores ambientais. Dentre elas, o surgimento de fissurações causadas pela fadiga é um dos principais problemas enfrentados (SHADMAN; ZIARI, 2017; WANG *et al.*, 2017; LV *et al.*, 2020). Esse tipo de fissura tem início em camadas inferiores do pavimento por meio de pequenas trincas que evoluem podendo levá-lo a ruptura total (VAMEGH *et al.*, 2019).

Desde a década de 1960, sabe-se que os materiais asfálticos possuem capacidade de regeneração, em um fenômeno que se tornou conhecido pelo termo em inglês “self-healing” (BAZIN; SAUNIER, 1967; RAITHBY; STERLING, 1970). Este fenômeno corresponde à capacidade dos materiais asfálticos de recuperar, parcialmente ou até totalmente, suas características iniciais, após a formação de fissuras, sem a realização de estímulos externos, revertendo o processo de fissuração (TABAKOVIC *et al.*, 2017; SUN *et al.*, 2018; XU *et al.*, 2018).

Embora a autorregeneração seja um fenômeno natural, existem alguns fatores que influenciam diretamente no seu funcionamento e podem ser classificados em internos (as características físicas do ligante, a sua composição química, a energia superficial livre e as propriedades volumétricas) e externos (o tempo de cura, a temperatura, nível de dano e de carregamento, o envelhecimento e a umidade) (QIU, 2012).

Para que a autorregeneração ocorra de maneira natural é necessária a existência de longos períodos com ausência de tráfego e de temperaturas específicas que variam entre 30 e 70 °C, a depender do tipo de ligante utilizado e de características ambientais (MENOZZI, *et al.* 2015). Para solucionar essas limitações, é necessário o desenvolvimento de mecanismos para promover a aceleração da autorregeneração de modo que não seja necessário interrupções de tráfego por tempos elevados. Entre os mecanismos de aceleração da autorregeneração estão a cura por indução e o uso de agentes rejuvenescedores encapsulados (AYAR *et al.*, 2016).

Pesquisas (GARCIA *et al.* 2015; GILABERT *et al.*, 2015; SU *et al.* 2016; XUE *et al.*, 2017; AL-MANSOORI *et al.*, 2018) utilizaram os agentes rejuvenescedores encapsulados, como método para acelerar a capacidade de autorregeneração da mistura asfáltica, e obtiveram que o nível de autorregeneração alcançado pelas misturas com cápsulas é maior do que o das

misturas equivalentes sem cápsulas e que uma maior quantidade de cápsulas na mistura aumenta a autorregeneração, sem promover prejuízo significativo no desempenho mecânico, comprovando a viabilidade da utilização desta técnica. Esses estudos avaliaram a quantidade de ciclos aplicada em ensaios de fadiga.

Entretanto ainda existe um número restrito de materiais que podem ser utilizados para este fim. Este fato indica a carência de estudos que avaliem a utilização de novos materiais para formação dos agentes rejuvenescedores encapsulados assim como de novos mecanismos para resolução dos danos causados com a liberação prematura de rejuvenescedor nas misturas asfálticas.

Pesquisas recentes (BARZEGARI; SOLAIMANIAN, 2020; AI-SABAEI *et al.*, 2021; ZHANG *et al.*, 2022) avaliaram a utilização de óleos vegetais como agentes rejuvenescedores junto ao ligante asfáltico e seu desempenho reológico. Os estudos comprovaram a capacidade destes materiais de aumentarem os componentes leves do ligante, agindo de maneira contrária ao processo de envelhecimento.

A indústria de refino de óleos vegetais gera em seu processo de fabricação um resíduo conhecido como borra. A borra gerada nesse processo pode ser descrita como uma emulsão oleosa alcalina constituída por água, ácidos graxos saponificados, fosfatídeos, triglicerídeos, pigmentos e outros compostos em menor quantidade (DA FRÉ; RECH; MARCÍLIO, 2013). A borra de soja é considerada um resíduo de Classe I, segundo a NBR 10004, ou seja, é um resíduo que pode apresentar risco à saúde pública quando manuseado ou disposto de forma inadequada. Portanto, a borra de soja bruta, ao ser submetida aos tratamentos químicos necessários de neutralização, pode apresentar grande aplicabilidade e ser utilizada na produção de sabões, na alimentação de aves e suínos e na indústria do biodiesel (DA FRÉ, 2009).

Melo Neto *et al.* (2022) avaliaram a utilização da borra de soja após processo de acidulação como um rejuvenescedor para o ligante asfáltico na produção de misturas asfálticas recicladas e obtiveram redução na viscosidade (valor máximo de aproximadamente 50%) do ligante recuperado, maior trabalhabilidade e redução de sua rigidez causada pelo efeito de amolecimento gerado pelo rejuvenescedor, o que indica o seu potencial para este fim.

Estudos (BARROS *et al.*, 2022; NORAMBUENA-CONTRERAS *et al.*, 2019; AL-MANSOORI *et al.*, 2017; MICAELO *et al.*, 2016; GARCÍA *et al.*, 2015) com incorporação de agentes rejuvenescedores encapsulados em misturas asfálticas têm sido realizados nos últimos

anos. Porém, existem lacunas que necessitam serem preenchidas: a necessidade de estudos com novos materiais que apresentem potencial rejuvenescedor; e a pequena quantidade de estudos que avaliem seus efeitos nas propriedades autorregenerativas e mecânicas da mistura asfáltica.

Portanto, esse estudo avaliou a utilização dos subprodutos do processo de refino do óleo de soja, a borra e o ácido graxo oriundo da acidulação da borra, como agentes rejuvenescedores encapsulados e sua utilização para promover aceleração da autorregeneração de misturas asfálticas.

2.1 OBJETIVOS

1.1.1 Objetivo geral

Avaliar a capacidade autorregenerativa de misturas asfálticas com incorporação de borra de soja e ácido graxo proveniente da borra como rejuvenescedores encapsulados.

1.1.2 Objetivos específicos

- analisar a influência da adição dos rejuvenescedores nas propriedades físicas e reológicas do ligante asfáltico com grau de penetração 50/70;
- verificar a capacidade autorregenerativa da mistura asfáltica contendo cápsulas de alginato compostas por borra de óleo de soja, assim como o ácido graxo proveniente dessa borra;
- analisar os efeitos da incorporação das cápsulas de alginato rejuvenescedores, nas propriedades mecânicas da mistura asfáltica;
- avaliar as características das cápsulas de alginato obtidas contendo rejuvenescedores.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste capítulo serão discutidos temas que fornecem o embasamento teórico necessário para as discussões propostas nesta pesquisa. Inicialmente, fez-se uma abordagem sobre os ligantes asfálticos e seu processo de envelhecimento, assim como generalidades sobre misturas asfálticas e o principal defeito que se desenvolve nos pavimentos flexíveis, o trincamento por fadiga.

Em seguida, foi abordado o uso de agentes rejuvenescedores em misturas asfálticas, com destaque para os chamados “bio óleos” e sua utilização como agente rejuvenescedor. Neste contexto, foram tratados os conceitos e propriedades básicas envolvendo a borra de soja.

Após isso, alguns conceitos introdutórios sobre o fenômeno da autorregeneração em materiais asfálticos foram discutidos. Ainda nesta temática, os principais mecanismos de aceleração da autorregeneração e seus principais métodos de mensuração foram também debatidos, apresentando as principais referências e resultados em pesquisas recentes.

2.1 LIGANTES ASFÁLTICOS

O ligante asfáltico pode ser definido como um material não volátil, aglutinante, de cor escura, oriundo da destilação ou refino do petróleo e que é, basicamente, composto por hidrocarbonetos e heteroátomos (oxigênio, nitrogênio, enxofre, vanádio, níquel, etc.) (MARINHO FILHO, 2017).

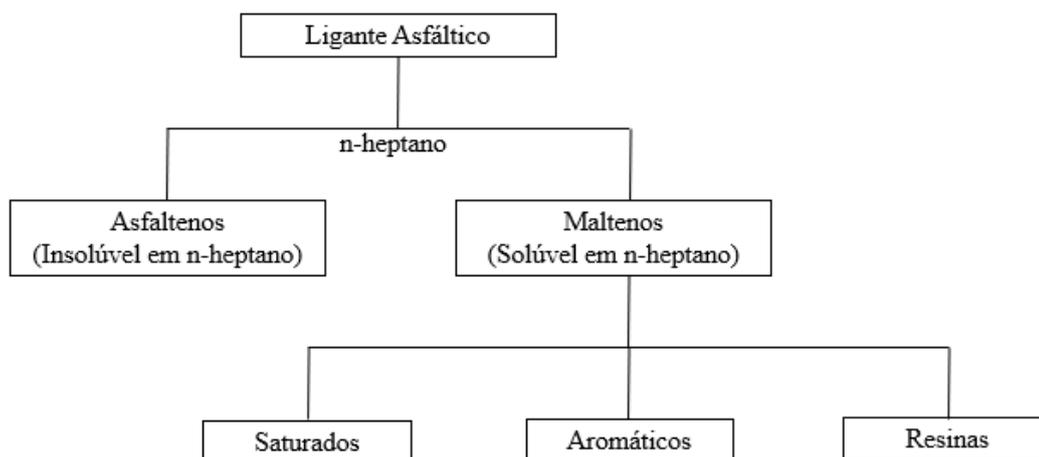
Além disso, o ligante asfáltico é utilizado frequentemente na pavimentação como parte constituinte da camada de revestimento por se tratar de um material impermeável a água, com comportamento termoviscoelástico, propriedades adesivas, pouca reatividade e, além disso, apresenta características de flexibilidade e elevada resistência à ação de ácidos inorgânicos, sais e álcalis (BERNUCCI *et al.*, 2022).

A composição química do ligante é complexa e variável a depender da fonte do petróleo, das modificações sofridas durante seu processo produtivo e do tipo de fracionamento a que vai ser submetido o ligante asfáltico. Assim, a composição do ligante exerce grande importância

na determinação de seu desempenho físico e mecânico e, principalmente, de seu comportamento na interação com a incorporação de outros materiais.

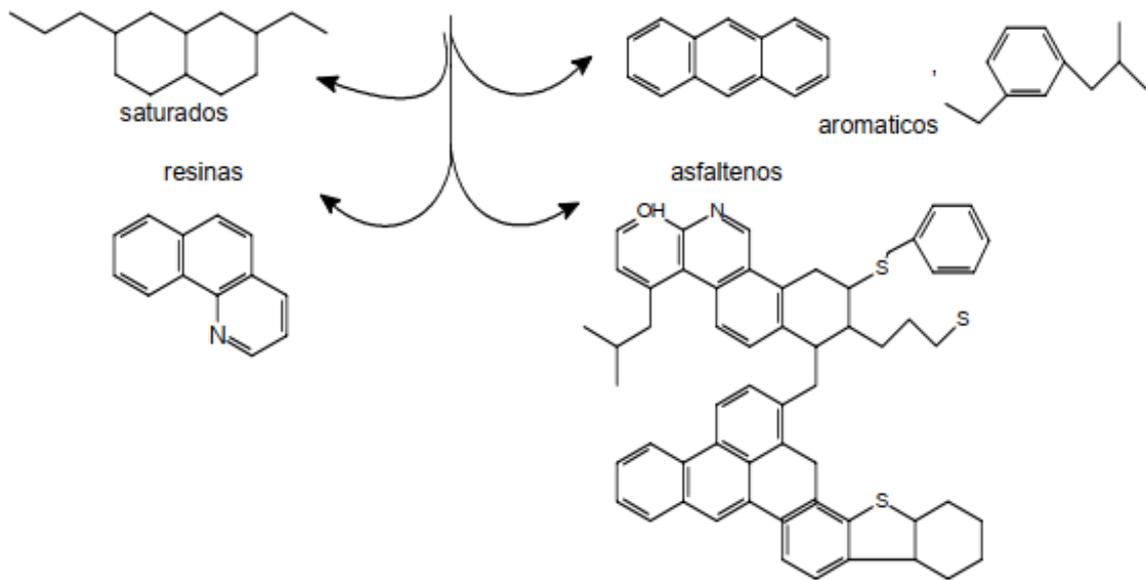
Dada a complexidade da composição química do ligante asfáltico, foram avaliados alguns métodos para determinação das frações presentes nele. O método mais empregado é o proposto pelo químico Corbett (1969) que consiste na separação dos constituintes do ligante asfáltico em quatro grupos: os saturados, aromáticos, resinas e asfaltenos (MARINHO FILHO, 2017). Este fracionamento é feito por meio de cromatografia de camada fina com detecção por ionização de chama, método conhecido como SARA (Saturados, Aromáticos, Resinas, Asfaltenos), representado na Figura 1.

Figura 1. Fracionamento feito por meio de cromatografia de camada fina.



Este método divide os componentes do ligante asfáltico em grupos que podem ser separados em duas frações que apresentam características distintas. A fração maltênica (composta por saturados, aromáticos e resinas) que apresenta baixa polaridade e massa molar e é solúvel em n-heptano. A fração asfáltica (composta pelos asfaltenos) que é mais polar e pesada, não se apresentando solúvel em n-heptano. (PAMPLONA, 2017). Essas frações estão descritas na Figura 2.

Figura 2. Constituintes do asfalto.



Fonte: Lucena (2005).

2.1.1 Envelhecimento do ligante asfáltico

O ligante asfáltico se tornou o principal material a ser utilizado na pavimentação devido às suas propriedades viscoelásticas e aglutinantes. Entretanto, quando em contato com variações de temperatura, em sua fase de produção, e com a ação das intempéries, em sua vida de serviço, o ligante asfáltico apresenta deterioração de sua resistência. Após sofrer um processo intenso de envelhecimento assume um aspecto rígido e quebradiço que sujeita o pavimento ao surgimento de rachaduras térmicas e por fadiga, sob condições usuais de serviço, podendo levar o material a ruptura total (ZHANG *et al.*, 2018a).

O envelhecimento do ligante asfáltico ocorre, principalmente, em presença de oxigênio, de radiação UV, variações de temperatura e pela ação das cargas impostas pelo tráfego de veículos. Durante o processo de envelhecimento, as resinas polares se oxidam, tornando-se mais polares e propensas a se unir aos conjuntos de asfaltenos, este fato gera uma alteração nas proporções de asfaltenos e maltenos. Isto é, à medida que o teor de asfaltenos aumenta, a quantidade de maltenos é perdida no contato com agregados e no ar, o que leva ao aumento da

rigidez e viscosidade do ligante e a diminuição da ductilidade, alterando suas propriedades iniciais (ZAUMANIS; MALLICK; FRANK *et al.*, 2014).

Este fenômeno pode ser compreendido em duas fases principais, a primeira chamada de envelhecimento a curto prazo (que compreende as fases de usinagem, manuseio e aplicação) e a segunda chamada de envelhecimento a longo prazo (que compreende o período de serviço). O envelhecimento a curto prazo, representa a parte mais crítica do processo e ocorre de maneira rápida, é causado pelo contato do ligante asfáltico com altas temperaturas e, portanto, ocorre devido à volatilização dos componentes leves do ligante (GRILLI; GNISCI; BOCCI, 2016).

Já no envelhecimento a longo prazo, o envelhecimento ocorre de forma lenta com a oxidação atuando como principal mecanismo e com pouca perda de voláteis comparado ao processo de curto prazo. Esta etapa atua durante toda a vida útil do pavimento, e depende diretamente da profundidade da camada de revestimento, uma vez que a parte superior da camada sofre mais exposição que as partes inferiores (ROSSI, 2018).

Para avaliar o efeito do envelhecimento no desempenho do pavimento asfáltico é importante adotar índices que possam relacionar o desempenho do pavimento com as propriedades do ligante asfáltico para avaliar o seu comportamento ao ser submetido a um processo de envelhecimento. Os índices fornecem um meio de deduzir as alterações sofridas no desempenho do pavimento a partir do ligante asfáltico envelhecido (Zhang *et al.*, 2018b).

Mousavi *et al.* (2016) avaliaram os efeitos do envelhecimento do ligante asfáltico após utilização de moléculas biomodificadoras que retardaram o processo de envelhecimento do ligante. Para avaliação, os autores consideram três índices com base na viscosidade rotacional determinando o índice descrito como *VAI - Viscosity Aging Index* (Equação 1), no módulo de cisalhamento complexo (G^*) e ângulo de fase (δ) determinando o índice descrito como *RAI - Rheological Aging Index* (Equação 2) e com base em mudanças nas quantidades de grupos funcionais de carbonila e sulfóxido, por meio de Espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR), a soma de ambos os índices foi utilizada pelos autores para determinar o *CAI - Chemical Aging Index* (Equação 3 e 4).

$$VAI = \frac{\text{viscosidade (envelhecida)} - \text{viscosidade (não envelhecida)}}{\text{viscosidade (não envelhecida)}} \quad \text{Equação 1}$$

$$RAI = \frac{G^*_{\text{após envelhecimento}}}{G^*_{\text{antes do envelhecimento}}} e^{(\delta_{\text{após envelhecimento}} - \delta_{\text{antes do envelhecimento}})} \quad \text{Equação 2}$$

$$I_{C=O} = \frac{\text{área de carbonila } 1700\text{cm}^{-1}}{\text{área do espectro entre } 2000 \text{ e } 600\text{cm}^{-1}} \quad \text{Equação 3}$$

$$I_{S=O} = \frac{\text{área de sulfóxido } 1030\text{cm}^{-1}}{\text{área do espectro entre } 2000 \text{ e } 600\text{cm}^{-1}} \quad \text{Equação 4}$$

Marinho Filho *et al.* (2019) utilizou *Aging Index (AI)* para avaliar o efeito do envelhecimento do ligante asfáltico com base na relação entre os parâmetros $G^*/\sin\delta$ dos ligantes antes e após o procedimento de envelhecimento em estufa *RTFOT - Rolling Thin Film Oven Test*, para cada temperatura de aferição dos parâmetros, valores mais baixos de AI (Equação 5) representam uma maior resistência a oxidação e conseqüentemente ao envelhecimento.

$$AI = \frac{G^*}{\sin \delta} \quad \text{Equação 5}$$

A análise do envelhecimento do ligante asfáltico também é possível com base em índices físicos convencionais como: ponto de amolecimento e a penetração. Embora estes índices apresentem valores até certo ponto empíricos e que não possam descrever com efetividade as características viscoelásticas do ligante asfáltico (ZHANG *et al.*, 2018b) eles são amplamente difundidos e facilmente executados o que soma a sua relevância ao se analisar o envelhecimento do ligante asfáltico. Entre estes índices, podemos citar o Índice de Penetração Retida (Equação 6), que representa a relação percentual entre os resultados de penetração das amostras envelhecidas e não envelhecidas, quanto maior o valor da Penetração Retida menor será a sensibilidade do ligante ao envelhecimento.

$$PEN_{RETIDA}(\%) = \frac{PEN_{pósRTFOT}}{PEN_{antesRTFOT}} \times 100 \quad \text{Equação 6}$$

A análise do desempenho do ligante quanto ao envelhecimento deve ser avaliada ao se analisar o comportamento de uma mistura asfáltica, principalmente, dada a avaliação e o estudo de novos modificadores que promovam alterações nas características do ligante virgem utilizado.

2.2 DANO POR FADIGA

O fenômeno da fadiga é o principal mecanismo que promove a degradação dos pavimentos do tipo flexível. Além disso, este fenômeno influencia no desempenho e durabilidade. Pesquisas realizadas recentemente (NUÑEZ, 2013; LUCAS JÚNIOR, 2018; SANTIAGO; BABADOPULOS; SOARES, 2020) apontaram para a preocupação em buscar formas de compreender o fenômeno da fadiga e em como tornar o pavimento mais resistente a esse fenômeno analisando a influência de características da mistura, como: o tipo de ligante, suas modificações e o volume de vazios, além da compreensão de métodos e modelos matemáticos que possibilitem a representação deste fenômeno.

O desenvolvimento do fenômeno de fadiga na mistura asfáltica está interligado com aspectos externos (condições ambientais e de tráfego) e internos (estrutura do pavimento e as propriedades dos materiais que compõem a mistura). Os pavimentos flexíveis representam a maior parte dos pavimentos brasileiros e são compostos por uma estrutura onde a única camada coesiva, que apresenta mais relevante resistência à tração, é o revestimento asfáltico. Assim, as tensões de tração são principalmente absorvidas por esta camada (BERNUCCI *et al.*, 2022).

O dano por fadiga, representado na Figura 3, consiste na formação de microtrincas que se propagam até formar macrotrincas. Esse fenômeno ocorre devido a exposição à carregamentos cíclicos, provenientes do próprio tráfego de veículos. Estas cargas ocasionam falhas nos materiais para valores de tensão mais baixos do que os ocasionados por cargas estáticas e produzem danos intermitentes, isto é, na fase de carregamento o dano cresce e no descarregamento se mantém constante (COUTINHO, 2012).

Figura 3. Dano por fadiga.



Fonte: DNIT 005/2003 – TER.

As trincas por fadiga se originam nas camadas inferiores do revestimento do pavimento e se propagam levando o material à ruptura total. Este fenômeno está diretamente ligado ao envelhecimento sofrido pelo ligante, seu tipo e qualidade, além das condições climáticas e da mistura asfáltica utilizada (ARAO, 2014). Além disso, as cargas repetidas devido ao fluxo de veículos influenciam no seu processo de deterioração estrutural, sendo essa a principal causa da redução de desempenho estrutural dos pavimentos.

Em uma estrutura sujeita a carregamentos cíclicos, os estágios do processo de fadiga podem ser diferenciados em três regiões. No primeiro trecho: ocorre a acomodação da estrutura, redução de vazios; no segundo trecho: formam-se microfissuras, os deslocamentos crescem e as zonas de danos se iniciam; no terceiro momento: surgem as macrofissuras originadas da coalescência das microfissuras, conduzindo rapidamente ao colapso total (GAO; LING, 2016).

Assim, a vida de fadiga de uma mistura asfáltica pode ser definida em números de ciclos que expressa o número necessário de repetições de uma carga para reduzir o desempenho até um critério de ruptura pré-estabelecido.

O comportamento das misturas asfálticas frente ao fenômeno da fadiga vem sendo estudado (BOEIRA *et al.*, 2018; COLPO, 2019) no decorrer dos anos. Dois métodos podem ser aplicados para avaliar o desempenho do material asfáltico à fadiga, o primeiro baseado na

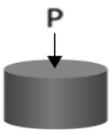
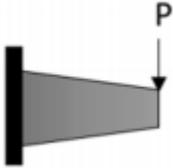
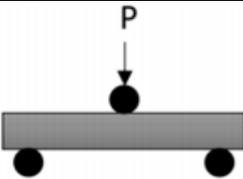
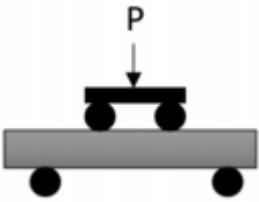
energia dissipada no processo de ensaio e o segundo que se baseia na perda de rigidez que a amostra irá apresentar durante a execução do ensaio.

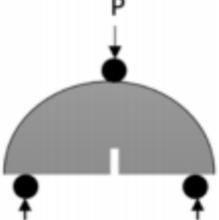
No Brasil, o comportamento à fadiga de misturas asfálticas pode ser analisado em laboratório por meio de diferentes configurações de ensaios, cada uma com suas particularidades e limitações. Em geral, os ensaios são realizados sob carregamento cíclico com frequência, temperatura, tensão ou deformação controladas (MOCELIN, 2018).

Os procedimentos de ensaio desenvolvidos têm o objetivo de simular da maneira mais próxima possível o carregamento dinâmico oriundo do tráfego de veículos no dia a dia de utilização do pavimento asfáltico em rodovias. Entretanto, vale ressaltar, que ainda existem limitações, principalmente quanto a representação de condições de temperatura e do próprio carregamento que é imposto.

O Quadro 1 apresenta os principais ensaios atualmente utilizados em escala mundial, com base em uma revisão recente de literatura, e suas representações de ensaio.

Quadro 1. Principais ensaios de Fadiga.

Representação	Carregamento	Alguns estudos
	Tração/Compressão Direta	Boeira <i>et al.</i> (2018) Mocelin (2018)
	Flexão em dois pontos	Poulikakos <i>et al.</i> (2015) Benaboud <i>et al.</i> (2021)
	Flexão em três pontos	Gao, Yang e Zhang (2015) Sun <i>et al.</i> (2018)
	Flexão em quatro pontos	Pasetto <i>et al.</i> (2017) Xiang <i>et al.</i> (2020)

	<p>Tração indireta</p>	<p>Cheng <i>et al.</i> (2021) Barman et al (2018)</p>
	<p>Semi-circular Bending Test (SCB)</p>	<p>Serin, Emirog e Gonul (2021) Yang (2021)</p>

2.3 AUTORREGENERAÇÃO DE MISTURAS ASFÁLTICAS

O fenômeno de autorregeneração ou em inglês “*self-healing*” corresponde a capacidade que alguns materiais possuem de recuperar, parcialmente ou até totalmente, suas características iniciais, após a formação de fissuras, sem a realização de estímulos externos (SHEN; CARPENTER, 2007)

Em geral, são considerados materiais que possuem capacidade autorregenerativa os polímeros, metais, cerâmica, vidro, concreto e o asfalto. Entretanto, são poucos os materiais que apresentam a autorregeneração como uma característica intrínseca, como é o caso dos materiais asfálticos que apresentam ganhos como a recuperação de sua rigidez e de resistência e a extensão da vida de fadiga. (WOOL, 2008; BARROS, 2020).

A ocorrência da autorregeneração está relacionada a uma série de fatores internos e externos que foram descritos detalhadamente por Qiu (2012). Entre os fatores internos de influência na autocura dos materiais asfálticos estão as características físicas do ligante, que podem ser representadas por meio do ponto de amolecimento e da penetração, a sua composição química, a energia superficial livre e as propriedades volumétricas. Já entre os fatores externos estão o tempo de cura, a temperatura, nível de dano e de carregamento, o envelhecimento e a umidade.

A ocorrência da autorregeneração se deve à natureza de compósito do ligante asfáltico e as suas propriedades viscosas e tem como principal mecanismo a existência do fluxo capilar do ligante da mistura asfáltica para as rachaduras, promovendo uma remistura de suas

moléculas. A proporção de autorregeneração vai depender do comprimento e largura das fissuras formadas, do tipo de material utilizado na mistura e da própria viscosidade do ligante que varia com a temperatura (GROSSEGGER; GARCIA, 2019; QIU, 2012).

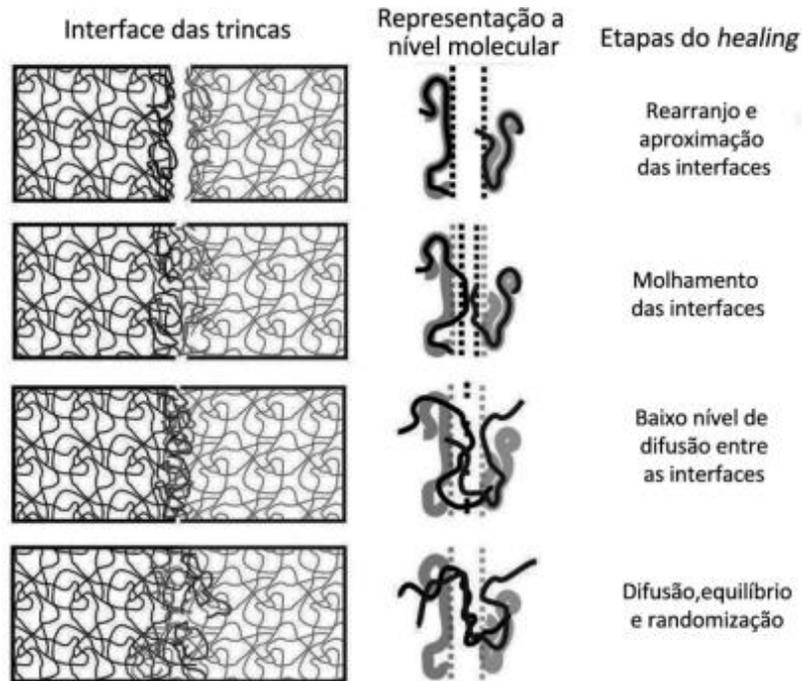
Grossegger e Garcia (2019) destacaram que para que ocorra a drenagem do ligante pelas fissuras é necessário que se atinja uma temperatura limite que foi relacionada por Menozzi *et al.* (2015) como sendo a temperatura que dita a mudança de comportamento de fluido não-newtoniano para o newtoniano.

A autorregeneração é um fenômeno natural, que se desencadeia sem intervenção humana. Entretanto, para que ocorra se faz necessária a existência de períodos com ausência de tráfego e com altas temperaturas que variam entre 30 e 70 °C, a depender do tipo de ligante utilizado. Assim, a autorregeneração pode ser caracterizada como um fenômeno induzido termicamente e que ocorre de maneira natural em regiões de climas mais quentes ou no verão de regiões com climas frios (MENOZZI, *et al.* 2015).

Em caso de materiais asfálticos, a capacidade de cura se restringe apenas à recuperação de microfissuras, pois o reparo de macrofissuras necessitam da aplicação de forças externas que forcem o encontro das duas faces rachadas. Assim, a autorregeneração não se aplica à reparação de deformações permanentes (DANIEL; KIM, 2001).

Ao estudar o fenômeno de autocura em interfaces poliméricas Wool *et al.* (1981) identificaram a presença de cinco etapas para explicar a cicatrização de fissuras e danos microscópicos, são elas: (a) o rearranjo da superfície, (b) aproximação das superfícies, (c) molhamento das superfícies, (d) baixo nível de difusão entre as interfaces e (e) difusão, equilíbrio e randomização, este processo está representado na Figura 4. Os autores concluíram que as etapas de molhamento e difusão são responsáveis pela maior parte da capacidade regenerativa intrínseca do material.

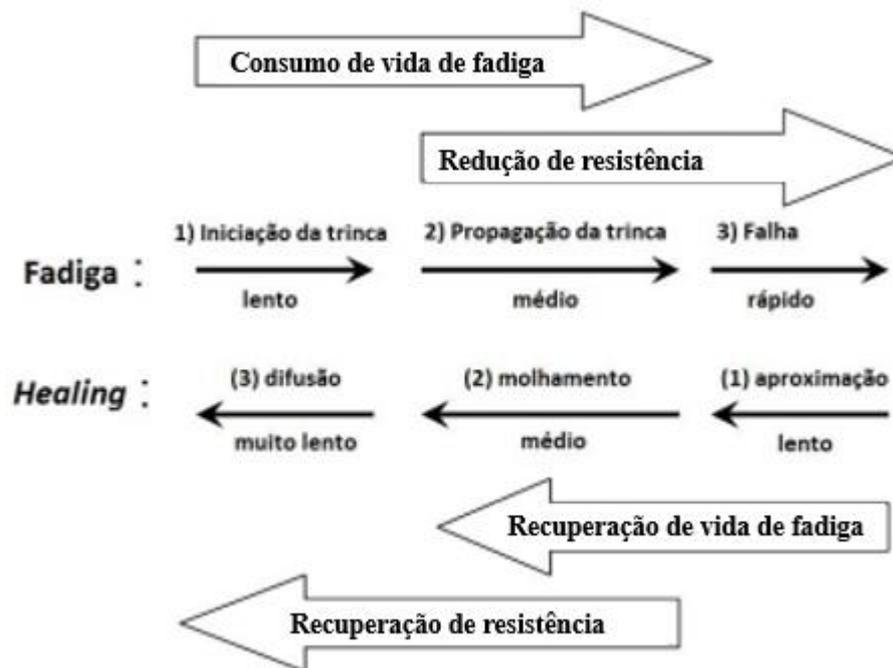
Figura 4. Etapas de desenvolvimento do processo de autorregeneração.



Fonte: Adaptado de Wool (2008).

Devido à semelhança entre os estudos apresentados por Wool *et al.* (1981) para as superfícies poliméricas e as características apresentadas pelos materiais asfálticos Phillips (1998) adotou este modelo para avaliar o fenômeno de fadiga e de autorregeneração em materiais asfálticos, pois ambos atuam em uma “competição” entre o surgimento de fissuras e sua restauração, como representado na Figura 5. A autorregeneração pode ser descrito em três etapas principais que são: (1) aproximação das interfaces devido à consolidação de tensões e fluxo no ligante asfáltico; (2) fechamento das microfissuras devido ao molhamento, isto é, adesão das superfícies fissuradas impulsionadas pela energia superficial livre e (3) a recuperação das propriedades mecânicas devido à difusão e randomização da estrutura dos asfaltenos.

Figura 5. Fluxograma para exemplificação do desenvolvimento da autorregeneração e da fadiga.



Fonte: Adaptado de Qiu (2012).

A etapa (1) é considerada a mais rápida, resultando na recuperação da rigidez, e as etapas (2) e (3) ocorrem mais lentamente, proporcionando aumentos na rigidez e resistência do material de modo que as propriedades mecânicas voltam a se apresentarem semelhantes as iniciais. A etapa (2) de umedecimento está relacionada ao tipo de ligante, quanto mais elevada for a energia superficial maior será a capacidade de umedecimento. Já na etapa (3) o processo de difusão se relaciona a composição do ligante, um ligante com moléculas de cadeias mais longas e menos ramificações apresenta maior mobilidade molecular (QIU, 2012; ASHOURI, 2014; AYAR, 2016).

Alguns pesquisadores (KIM; ROQUE, 2006; SHEN; SUTHARSAN, 2011; AYAR, 2016) destacam que a diferença existente entre a vida de fadiga obtida em laboratório e aquela apresentada em campo está relacionada com efeitos positivos que os períodos de descanso podem ter entre as aplicações de carga pelo tráfego sucessivo de veículos. Ao desconsiderar os efeitos da autorregeneração a previsão de vida útil do pavimento pode ser significativamente reduzida.

2.3.1 Mensuração da autorregeneração

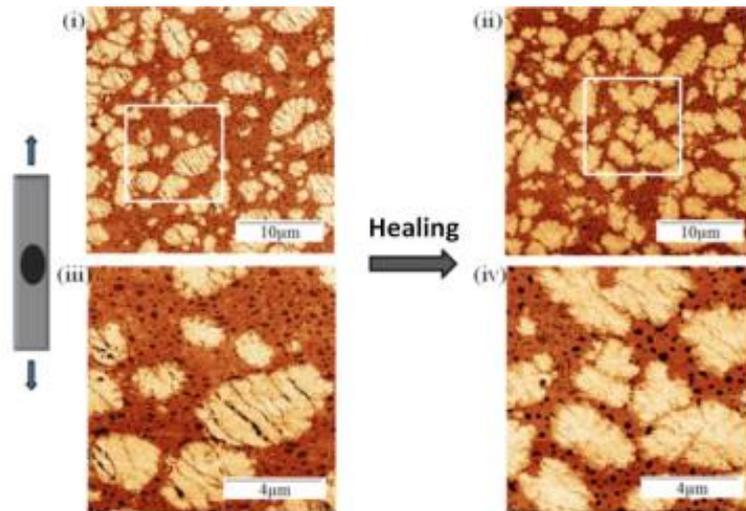
Para mensurar a capacidade regenerativa dos materiais asfálticos (entre eles o ligante, mástique e a mistura asfáltica) foram desenvolvidos métodos realizados em laboratório ou em campo que, concentrando-se em diferentes níveis. São métodos em microescala, mesoescala, macroescala e também simulações computacionais (SUN *et al.*, 2018).

Na maior parte dos métodos de caracterização, o efeito da autorregeneração é obtido por meio da comparação entre os materiais com e sem períodos de descanso, em diferentes condições de temperatura e de carregamentos. Entretanto, ainda não existe um método universal ou critérios universais para quantificar a capacidade de recuperação em materiais asfálticos. Assim, diferentes pesquisadores desenvolveram diferentes metodologias em multiescala para avaliação desta característica (QIU, 2012; SUN *et al.*, 2018).

Em escala microscópica, os principais métodos de análise são Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e a Microscopia de Força Atômica (MFA) que são ferramentas eficazes para caracterização da morfologia dos materiais asfálticos (WU, 2019).

O MFA é um instrumento analítico que pode ser utilizado para estudar a estrutura presente na superfície dos materiais. O equipamento utiliza a força de interação entre um microelemento e os átomos da superfície das amostras para caracterizar a estrutura e propriedades destes elementos, obtendo a morfologia de superfície em nano escala (YU, 2020). A Figura 6 apresenta um exemplo de análise em escala microscópica realizada por MFA em um ligante classificado como Pen 70/100, em um procedimento conduzido à 25°C. Na imagem é possível perceber as pequenas fissuras existentes que logo são ocupadas pelo ligante asfáltico que flui e atua restaurando suas propriedades iniciais.

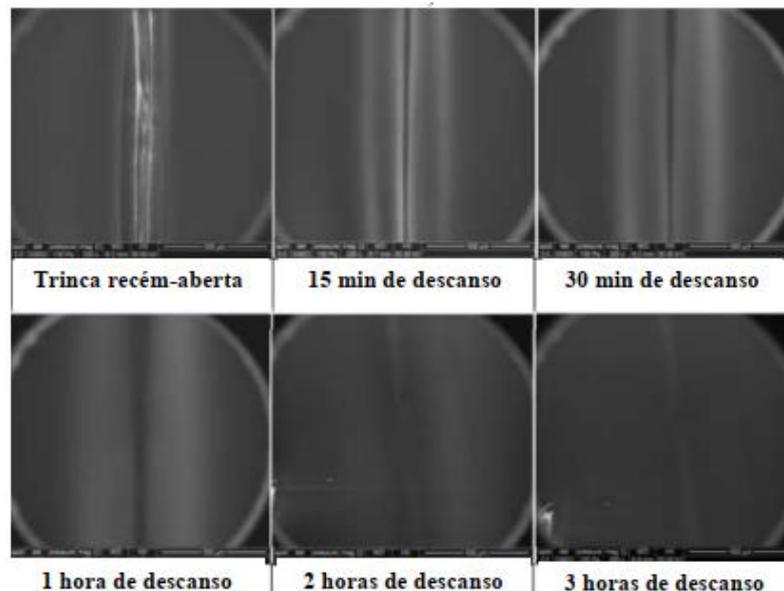
Figura 6. Imagem MFA do asfalto durante o processo de autorregeneração.



Fonte: Sun *et al.* (2018)

A formação de imagens no MEV depende da aquisição dos sinais produzidos pelo feixe de elétrons e as interações entre espécimes e pode produzir imagens melhores para a visualização dos asfaltenos do que a MFA. (LOEBER, 1996; ZHOU, 2006; SUN *et al.* 2018). A Figura 7, obtida por MEV, também possibilita a visualização do processo de autorregeneração de uma trinca induzida em uma amostra de ligante. É possível verificar que as imagens obtidas por MEV favorecem a visualização desta etapa quando comparadas com a imagem anterior.

Figura 7. Imagens MEV de um ligante asfáltico (PG 64-28) envelhecido, após diferentes períodos de descanso.



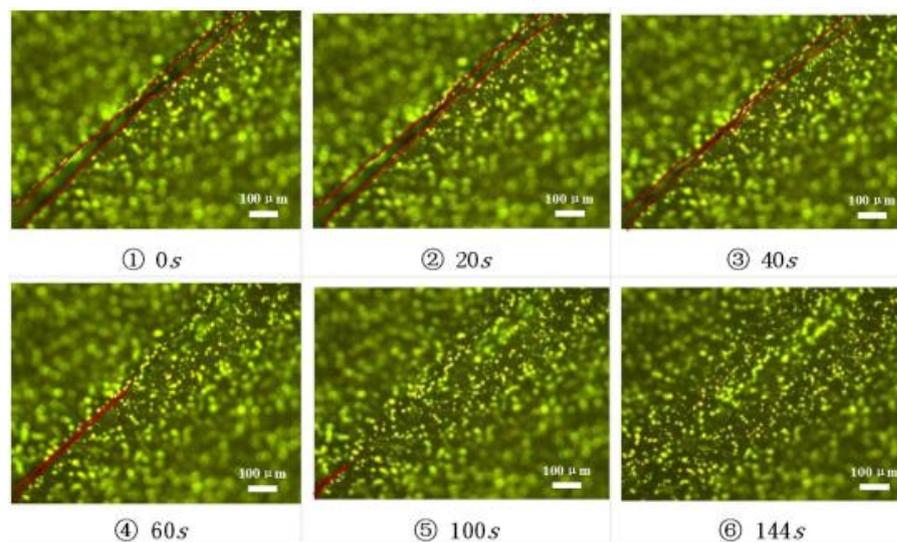
Fonte: Lu *et al.* (2013)

Assim, a utilização das duas ferramentas pode se apresentar de maneira complementar, pois enquanto o MEV é, principalmente, utilizado para observar os estágios da autorregeneração em nano escala por imagens, o MFA é mais utilizado para medir as forças adesivas e coesivas no material (QUI, 2012; LU, 2013; BARROS, 2020).

Embora o fenômeno de autorregeneração seja baseado principalmente no mecanismo de difusão molecular e de transição termodinâmica de fase, o processo de autocura também pode ser observado em nível de meso escala. Os métodos mais comuns são a microscopia de fluorescência (MF) e tomografia computadorizada de raios-X (TC de raios-X) (SUN *et al.* 2018).

A Figura 8 apresenta uma imagem obtida por Sun *et al.* (2017) por microscopia de fluorescência, os autores observaram o processo de regeneração de fissuras e apresentaram o índice de cicatrização baseado na mudança da área de fissura pelo processamento das imagens FM.

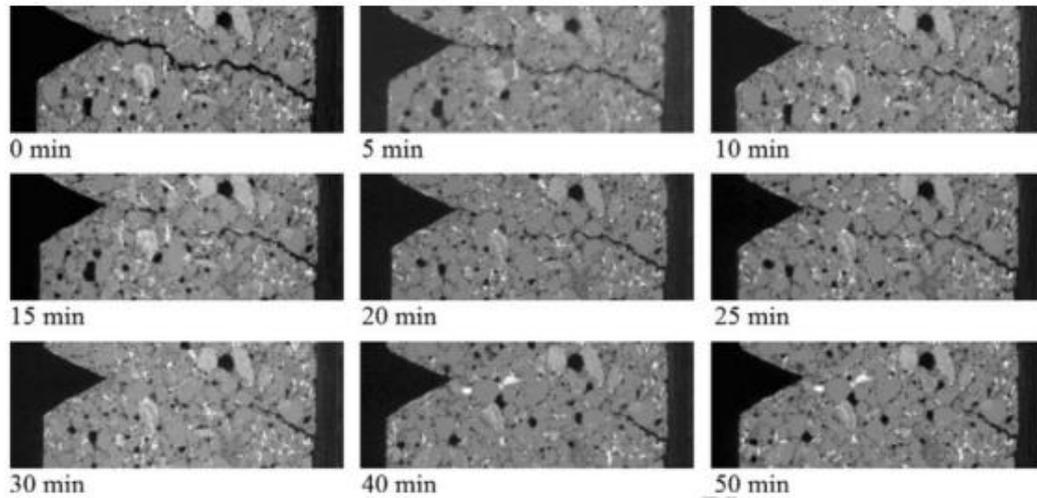
Figura 8. Imagens obtidas por MF do processo de autorregeneração de um ligante asfáltico modificado por SBS.



Fonte: Sun *et al.* (2017).

García *et al.* (2011) registraram o processo de autorregeneração de amostras de masticue asfáltico por meio de tomografia computadorizada, após a realização do ensaio de fadiga por flexão em três pontos. Os autores registraram e analisaram as imagens a cada 5 ou 10 minutos. A Figura 9 mostra o processo de fechamento de uma trinca com inicialmente 200 μm , cuja amostra foi aquecida à 70°C.

Figura 9. Tomografia computadorizada de uma amostra de mastique asfáltico após aquecimento, seguido de diversos períodos de descanso.



Fonte: Garcia *et al.* (2011).

Embora os métodos não destrutivos de imagem possam fornecer nitidez em nano, micro e mesoescala, as condições para análise adequada dos resultados requerem um conhecimento abrangente de matemática, estatísticas e processamento de imagens (AYAR, 2016). Além disso, o curto tempo entre o final da execução de um ensaio de fadiga e a realização da tomografia também dificulta a aplicação do método. Pois, no Brasil atualmente, o tomógrafo é um equipamento de difícil acessibilidade não estando disponível na maioria dos laboratórios de materiais asfálticos.

Os métodos em macroescala, por sua vez, são os mais utilizados e tem como principais métodos os ensaios de fadiga, ensaios de fratura e medições de campo, não se limitando apenas a estes. Os ensaios baseados no fenômeno de fadiga possibilitaram identificar a relação existente entre a extensão de vida de fadiga e a existência de períodos de descanso. Estes ensaios podem ser de dois tipos, os interrompidos e os intermitentes.

No tipo de carregamento interrompido as amostras são submetidas ao ensaio de fadiga convencional, após isso, são deixadas descansar por períodos durante o qual as amostras são mantidas em uma determinada condição sem carregamento. Nesses testes, normalmente, variam-se os períodos de descanso e o nível de dano causado na amostra. Após o período de descanso, submete-se a amostra novamente ao ensaio convencional de fadiga para verificar a resposta do material (AYAR *et al.*, 2016; BARROS, 2020).

Nos ensaios intermitentes, cada ciclo de carregamento é seguido por um período de repouso. Esta condição de carregamento pode refletir um ensaio mais realista, pois existe em campo um intervalo entre as aplicações de carga dos eixos sucessivos dos veículos que passam em situações reais (ZEIADA, 2012; QIU, 2012).

Os métodos de medição da autorregeneração baseados na fratura das amostras são utilizados para avaliar a resposta de autocura, aplicando períodos de descanso, entre duas superfícies fraturadas na amostra de asfalto. Estes consistem em romper a amostra do material asfáltico, deixar as faces em contato por períodos de descanso, e por fim repetir o ensaio que causou inicialmente o rompimento. Além disso, este método permite visualizar que as fissuras abertas visíveis podem ser fechadas gradualmente e a rigidez e a resistência podem ser recuperadas. Também revela que os complicados movimentos intermoleculares como difusão ocorrem entre as faces da fissura (QIU, 2012; SUN *et al.* 2018).

Já os métodos para medição da autorregeneração em campo são limitados quando comparados a disponibilidade de métodos laboratoriais. Entre os métodos de campo estão a observação, as observações dos resultados de *Falling Weight Deflectometer* (FWD) e a análise espectral de ondas de superfície (SW) (SUN *et al.*, 2018).

O Quadro 2 apresenta um resumo dos métodos de caracterização para investigações macroscópicas da autorregeneração de materiais asfálticos.

Quadro 2. Métodos de caracterização da autorregeneração.

Método		Ligante/ Mastique asfáltico	Misturas asfálticas	Pavimento asfáltico
Testes baseados em fadiga	Intermitente	Dynamic Shear Rheometer – DSR (VAN DEN BERGH <i>et al.</i> , 2009); Análise Mecânica	Flexão em dois pontos – 2PB; Flexão em três pontos – 3PB (CASTRO <i>et al.</i> , 2006); Flexão em quatro pontos - 4PB (CARPENTER; SHEN, 2007);	

		Dinâmica (KIM et al., 2002)	Tração por compressão diametral (GRANT, 2001);	
	Interrompido	DSR (SHAN et al., 2010)	2PB (POULIKAKOS et al., 2015); 3PB (GARCÍA et al., 2020); 4PB (LIU et al., 2017) Tração por compressão diametral	
Testes baseados em fratura		DSR (BHASIN et al., 2008), Análise Mecânica Dinâmica	Tração por compressão diametral (PACIÊNCIA, 2018); Teste de tração uniaxial; Testes de flexão – (QIU, 2012; AL-MANSOORI, 2018; LIU et al., 2013)	
Em campo				Falling Weight Deflectometer (GROENENDIJK, 1998); Análise espectral de ondas de superfície (WILLIAMS et al., 2001)

Fonte: Sun et al. (2018)

2.4 MÉTODOS DE ACELERAÇÃO DA CAPACIDADE DE AUTORREGENERAÇÃO

Mesmo com a capacidade de autorregeneração do asfalto sendo um fenômeno comprovado, o seu efeito sem intervenções é limitado pelas condições de campo e não é suficientemente eficaz para resistir ao de deterioração oriundo do tráfego. Para que ocorresse regeneração de maneira natural seriam necessários longos períodos com ausência de tráfego (XU *et al.*, 2018). Portanto pesquisas (YOO *et al.*, 2019; GARCIA *et al.*, 2020; ZHU *et al.*, 2020) foram desenvolvidas para explorar materiais e métodos para potencializar essa característica, incluindo a utilização de nanopartículas, a cura por indução e o uso de agentes rejuvenescedores encapsulados.

2.4.1 Aquecimento por indução

A autorregeneração de materiais asfálticos foi classificada por Menozzi *et al.* (2015) como um fenômeno termicamente induzido, isto é, a temperatura se apresenta como um fator dominante nas propriedades regenerativas da mistura asfáltica. Assim, um aumento na temperatura de condicionamento em ensaio não só aumenta a taxa de autorregeneração, como também reduz o tempo total necessário para obtenção da restauração completa (QUI, 2012).

Para acelerar a capacidade de autorregeneração das misturas asfálticas por meio de variação da temperatura, a abordagem de aquecimento por indução foi desenvolvida na *Delft University of Technology*, na Holanda (BARROS, 2020).

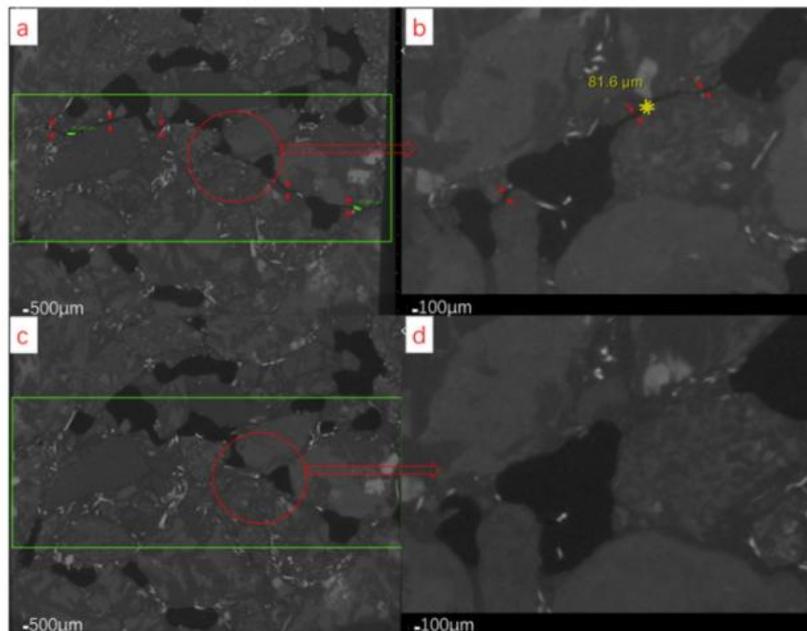
O aquecimento por indução consiste em inserir materiais ferrosos na mistura asfáltica e expô-la a um campo eletromagnético alternado com frequência da ordem de kHz. Este procedimento induz uma corrente elétrica nas partículas ferrosas que aumentam sua temperatura pelo princípio de Joule, e a energia térmica se difunde na mistura asfáltica, aumentando a temperatura do material asfáltico (NORAMBUENA-CONTRERAS; GARCIA, 2016).

Assim, durante o aquecimento por indução, a mistura asfáltica, contendo partículas condutoras, é exposta a um campo eletromagnético alternado de alta frequência, que é capaz de induzir correntes em materiais que são eletricamente e magneticamente suscetíveis (XU *et al.* 2018).

A Figura 10 apresenta o processo de cicatrização de uma amostra, de mistura asfáltica contendo fibras de aço, em formato de viga após submetida ao ensaio de Fadiga por Flexão em

Três Pontos e posteriormente ao aquecimento por indução. Os autores Li *et al.* (2019) avaliaram a possibilidade de obter cura total ou não, após 60s de aquecimento por indução, escaneando a amostra trincada por Tomografia Computadorizada para obter o volume inicial e final da trinca. Ao comparar as imagens “a” e “b” (antes do aquecimento por indução) com “c” e “d” (após o aquecimento por indução), percebe-se que a fissura na viga foi restaurada ou até mesmo desapareceu, o que indicou que a parte danificada do concreto asfáltico foi reparada por indução eletromagnética. A taxa de cicatrização da fissura foi de 91,7%, isto é, quase todas as rachaduras estavam totalmente curadas, exceto os agregados quebrados.

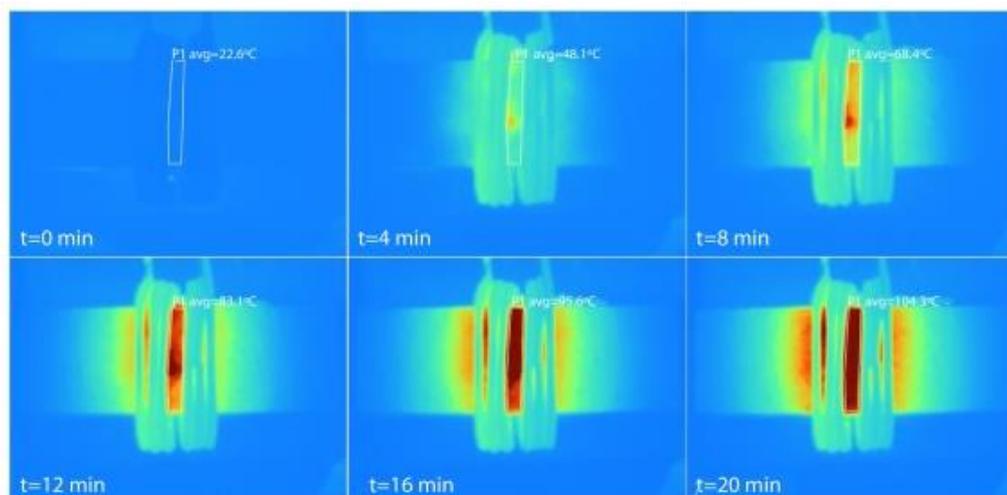
Figura 10. Resultados da tomografia computadorizada antes e depois da cicatrização por indução: (a, b) antes da cicatrização e (c, d) após a cicatrização.



Fonte: Li *et al.* (2019).

Os autores Yoo *et al.* (2019) avaliaram a capacidade regenerativa de misturas asfálticas com incorporação de materiais à base de carbono e após aquecimento por indução. Os autores obtiveram um valor máximo de cicatrização da ordem de aproximadamente 40%. A Figura 11 apresenta a evolução, com o tempo, do aquecimento interno da mistura asfáltica durante o procedimento de aquecimento por indução.

Figura 11. Evolução da autorregeneração em relação ao tempo.



Fonte: Yoo *et al.*, (2019)

Além das pesquisas supracitadas, outros pesquisadores (LIU *et al.*, 2011; LIU *et al.*, 2012; GARCIA *et al.*, 2012; DAI *et al.*, 2013; GARCIA *et al.*, 2014; APOSTOLIDIS *et al.*, 2016; GROSSEGER *et al.* 2018; GARCIA *et al.*, 2020) se debruçaram sobre essa técnica e seus resultados. Estas pesquisas comprovaram a viabilidade da técnica e da relação entre a autorregeneração e a temperatura, com atenção especial para o uso de fibras de lã de aço como um dos mais eficientes materiais aceleradores de autorregeneração, nesse método.

2.4.2 Agentes rejuvenescedores encapsulados

A mistura asfáltica em alguns momentos pode apresentar uma maior capacidade autorregenerativa em um menor tempo com a adição de um agente rejuvenescedor, que (como discutido nas seções anteriores) é utilizado como método de recuperação de pavimentos envelhecidos. Recapitulando, um rejuvenescedor seria, uma emulsão catiônica contendo maltenos e saturados que tem como objetivo principal se difundir no ligante asfáltico envelhecido e restaurar sua estrutura molecular original (XU *et al.* 2018).

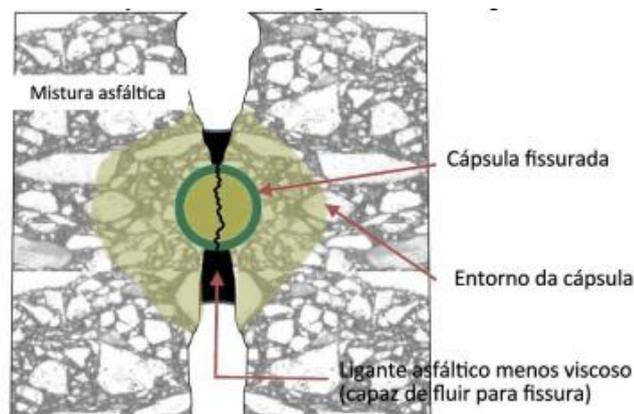
Entretanto, existem algumas limitações quanto à aplicação de agentes rejuvenescedores na superfície da camada de revestimento, como tratamento superficial (técnica discutida na seção 2.2.3). Entre estas limitações, pode-se citar: a dificuldade de penetração direta do rejuvenescedor, não superior a 20mm, e a potencialidade de contaminação das superfícies próximas devido um provável escoamento das substâncias utilizadas como rejuvenescedores.

Além disso, o atrito pneu-pavimento pode ser reduzido devido a superfície escorregadia, principalmente em clima úmido, possibilitando a interrupção do tráfego de veículos (SHEN *et al.*, 2007; SU; SCHLANGEN, 2012; BARROS, 2020).

Uma das formas de contornar essas desvantagens, e seguir com o objetivo inicial de restaurar propriedades danificadas na mistura asfáltica, ocorre por meio do uso de rejuvenescedores encapsulados. Esta técnica consiste em “aprisionar” o rejuvenescedor de forma que ele possa ser adicionado à mistura asfáltica durante sua produção. Com isso, as cápsulas ficam distribuídas ao longo de toda profundidade da camada de revestimento asfáltico quando aplicada em campo (MICAELO *et al.*, 2016).

À medida que a camada de revestimento recebe carregamentos e as microtrincas começam a surgir, as cápsulas rompem gradualmente e liberam o rejuvenescedor. Como consequência da concentração de tensões nas proximidades das trincas, as cápsulas tendem a romper nesta região, liberando o rejuvenescedor para se difundir e restaurar as propriedades originais do ligante asfáltico já envelhecido. Desta forma, o ligante poderá fluir com mais facilidade para as trincas, acelerando o processo natural de autorregeneração (AL-MANSOORI *et al.*, 2018; BARROS *et al.*, 2022). A Figura 12 apresenta uma ilustração desse processo.

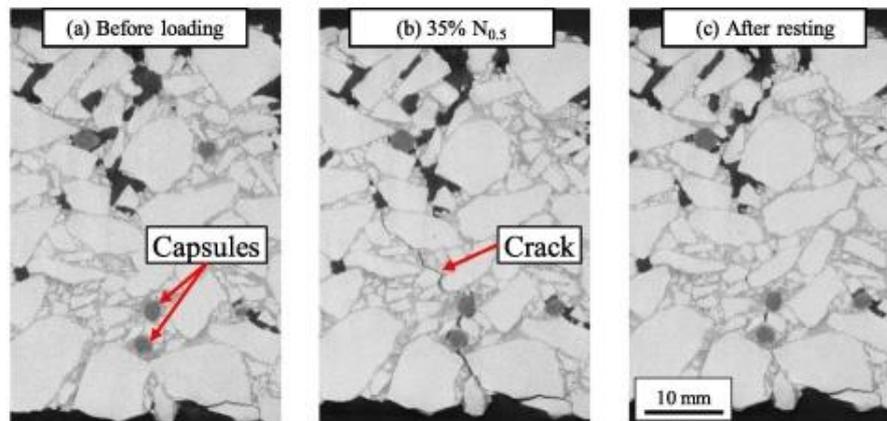
Figura 12. Ilustração do processo de rompimento das cápsulas incorporadas na mistura asfáltica.



Fonte: Adaptado de Al-Mansoori *et al.* (2018).

A Figura 13 apresenta o processo de regeneração de uma amostra de mistura asfáltica após receber um dano e ser submetida a um período de repouso no estudo realizado por García *et al.*, (2020). Na imagem a trinca, formada após a realização de um ensaio de Fadiga por Flexão em Três Pontos, não é mais visivelmente percebida após liberação do rejuvenescedor (óleo de girassol) por meio da ruptura das cápsulas de alginato de cálcio.

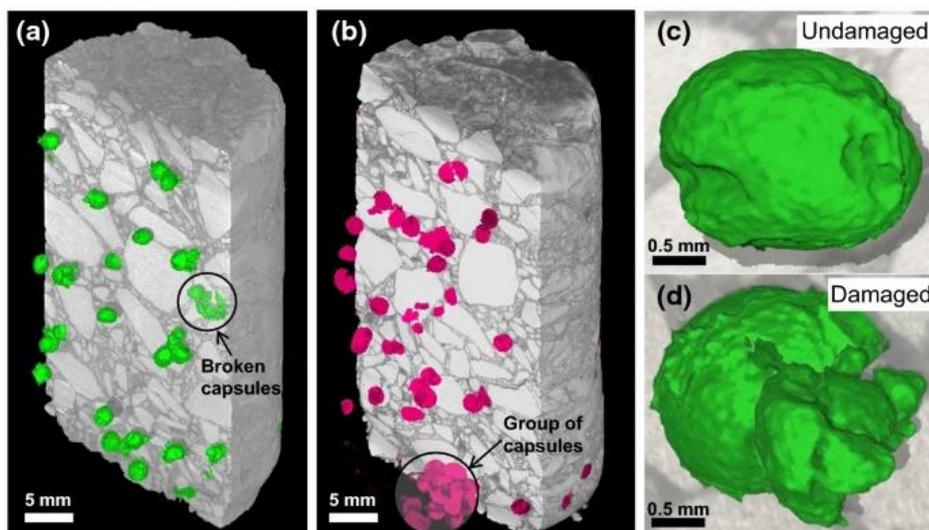
Figura 13. Evolução do processo de cicatrização em uma amostra contendo rejuvenescedores encapsulados.



Fonte: Garcia-Hernández *et al.*, (2020).

Segundo Norambuena-Contreras *et al.* (2019b) as cápsulas podem resistir ao processo de fabricação em elevadas temperaturas e, principalmente, manter seu teor de óleo até que se rompam devido ao efeito do carregamento externo. A Figura 14 mostra a boa dispersão das cápsulas ao longo da amostra por meio de Tomografia Computadorizada. Além disso, também pode ser percebido o rompimento de algumas cápsulas devido ao processo de fabricação.

Figura 14. Reconstrução por meio de Tomografia Computadorizada dos núcleos da mistura asfáltica contendo rejuvenescedores encapsulados (a) 0,5% de cápsulas; (b) 0,75% de cápsulas e (c) cápsula não danificada e (d) cápsula danificada.



Fonte: Norambuena-Contreras *et al.* (2019b).

Até o presente momento, vários métodos de encapsulamento de rejuvenescedores foram investigados com o objetivo de acelerar a autorregeneração do asfalto, entre eles: areia porosa

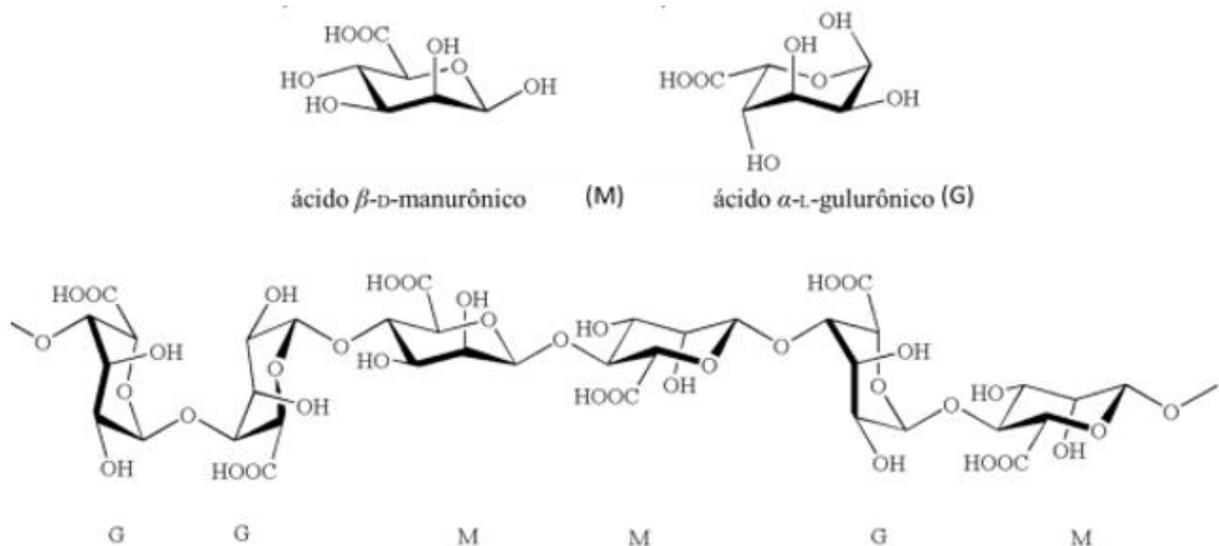
saturante (GARCIA *et al.*, 2010), polimerização in situ de uréia-formaldeído ou outros polímeros (AGUIRRE *et al.*, 2017; WANG *et al.*, 2019) e o método de gelificação ionotrópica de alginato de sódio na presença de íons de cálcio (AL-MANSOORI *et al.*, 2018; GARCIA *et al.*, 2020; BARROS *et al.*, 2022) que é um dos mais utilizados.

2.4.3. Gelificação ionotrópica de alginato na presença de cálcio

O processo de gelificação ionotrópica consiste na capacidade que os polieletrólitos possuem de formarem ligações cruzadas na presença de contra íons, dando origem a hidro géis. Este método permite o encapsulamento de materiais sensíveis às condições do meio. Polieletrólitos de fonte renovável (quitosana, fibrina, colágeno, gelatina, dentre outros) podem ser usados por este método, entre estes o alginato de sódio (SILVA, 2018).

O alginato de sódio refere-se ao grupo dos polissacarídeos lineares hidrossolúveis extraídos das algas marinhas marrons. Sua estrutura química é composta por copolímeros de blocos individuais de ácido β -D-manurônico(M), α -L-gulurônico (G) e seus blocos alternados (GM) (COSTA, 2021). Sua fórmula estrutural está ilustrada na Figura 15.

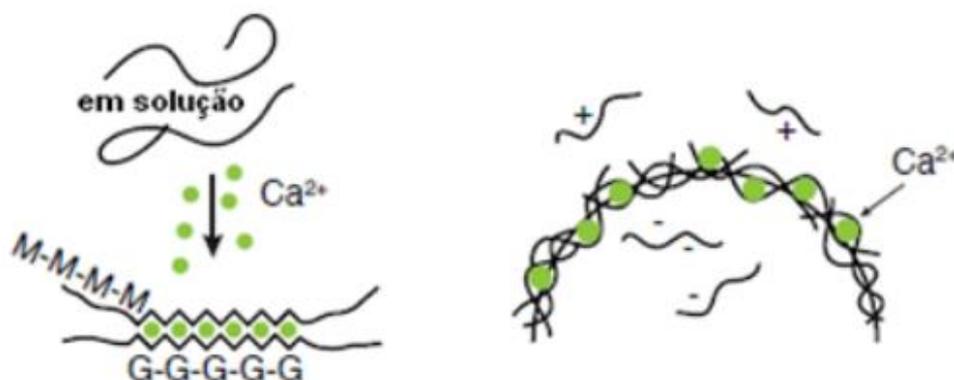
Figura 15. Composição dos alginatos: cadeia de ácidos manurônicos; cadeia de ácidos gulurônicos; cadeia de ácidos manurônicos e gulurônicos alternados.



Fonte: Silva (2018).

Os íons de sódio carregados positivamente (Na^+) no alginato de sódio são prontamente dissociados do alginato quando dissolvidos na solução líquida. Cátions bivalentes, como Ca^{2+} e Ba^{2+} , podem se ligar a duas moléculas de alginato diferentes, resultando na reticulação e na solidificação da solução (XU *et al.*, 2018). A Figura 16 mostra a reação entre alginato de sódio e cálcio para encapsular o rejuvenescedor.

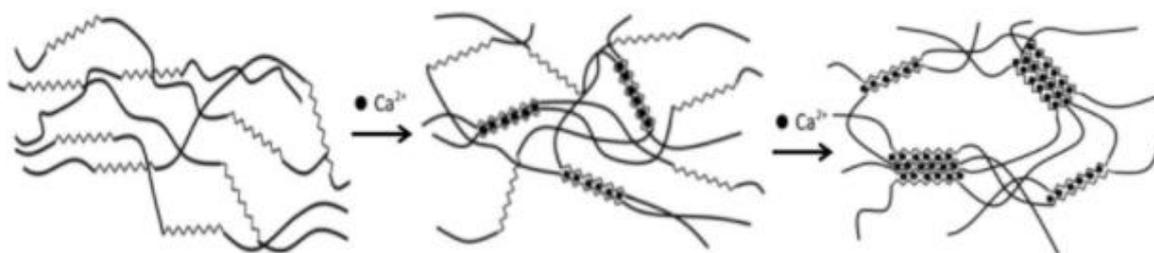
Figura 16. Esquema de formação das micropartículas de alginato via técnica de gelatinização ionotrópica.



Fonte: Maciel (2013).

Enquanto a reação ocorre uma estrutura porosa tridimensional chamada *egg-box* (caixa de ovo) é formada mantendo o material rejuvenescedor em seu núcleo (LI; HAO; ZHANG, 2021), conforme ilustrado na Figura 17.

Figura 17. Ilustração da reticulação de polímeros de alginato com cátions divalentes: (a) polímeros de alginato, (b) reação de alginato com íons de cálcio, (c) estrutura porosa em "caixa de ovo".

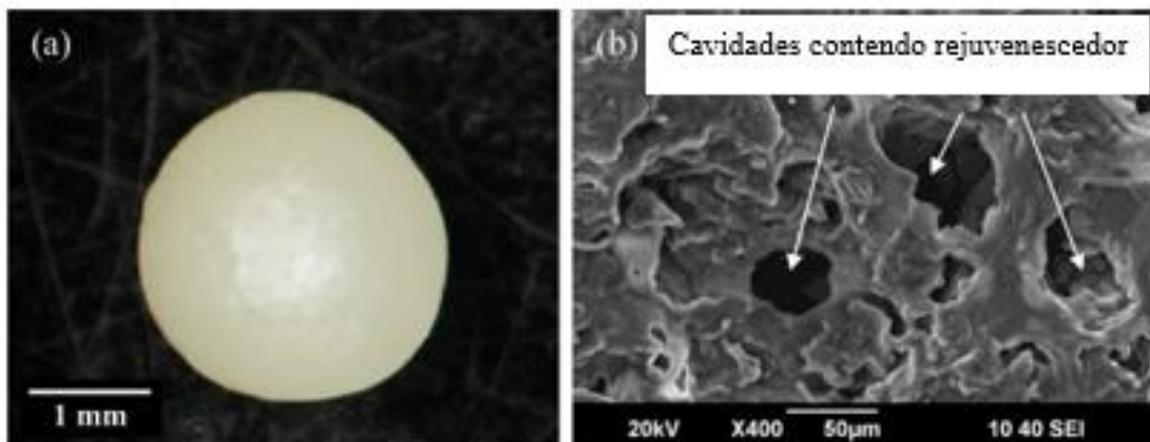


Fonte: Mookhoek *et al.* (2012).

Atualmente, os hidrogéis de alginato têm sido representativamente considerados em diversas aplicações como: na cura de ferimentos, encapsulamentos de medicamentos (enzimas, antifúngicos, entre outros), na indústria de tecidos (por possuírem semelhança estrutural com as matrizes extracelulares dos tecidos) e também na pavimentação no encapsulamento de

agentes rejuvenescedores (XU *et al.*, 2018; BARROS, 2020). A Figura 18 apresenta em imagem microscópica uma amostra de cápsula de Alginato de cálcio, formada pelo processo de gelificação ionotrópica.

Figura 18. Cápsula de alginato de cálcio: (a) imagem externa individual e (b) estrutura interna das cápsulas.



Fonte: Norambuena-Contreras *et al.* (2019).

As cápsulas formadas nesse processo devem ser produzidas de acordo com as proporções corretas, de maneira a produzir estruturas fortes o suficiente para manterem o rejuvenescedor em seu núcleo evitando a liberação prematura do mesmo. Assim, a interação de cada rejuvenescedor com a estrutura polimérica deve ser avaliada do ponto de vista térmico e mecânico.

2.5 MÉTODOS DE ENSAIO PARA AVALIAÇÃO DO AUTORREGENERAÇÃO

Entre os métodos de avaliação da autorregeneração em misturas asfálticas Li, Hao e Zhang (2020) citam que os principais métodos utilizados atualmente são: teste de flexão em 3 pontos, teste de flexão em 3 pontos sob fundação elástica e o teste de flexão semicircular.

2.5.1 Teste de flexão de três pontos

Para avaliar a autorregeneração da mistura asfáltica, pesquisadores como: Al-mansoori *et al.* (2018) e Norambuena-Contreras (2018) realizaram o teste de Flexão em 3 pontos (3PB)

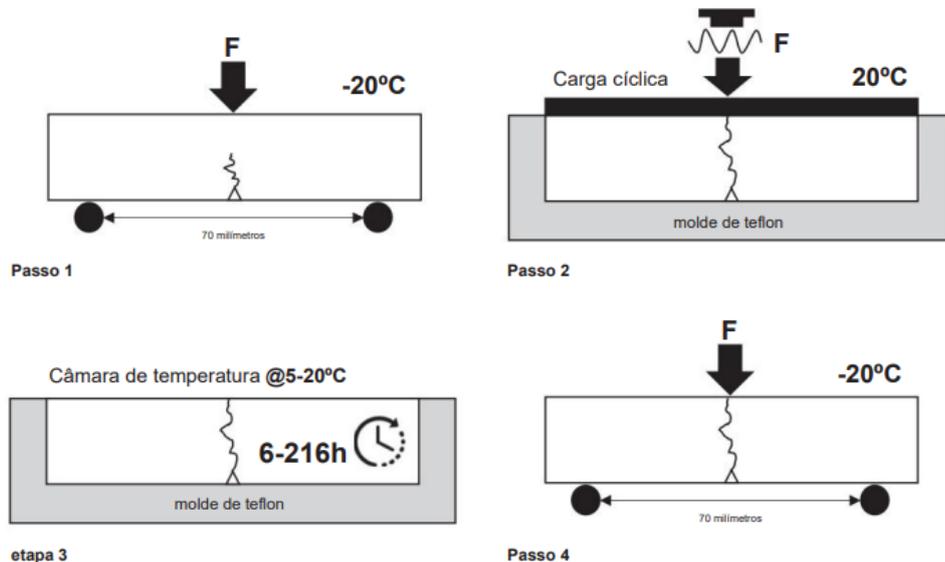
em viga de mistura asfáltica. A configuração utilizada está representada na Figura 19. O teste consiste principalmente em três etapas principais:

(1) Geração de trincas: A viga de mistura asfáltica com entalhe transversal no ponto médio da superfície inferior rachada em duas partes depois de condicionado a $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$.

(2) Ativação de cápsulas: A viga rachada com uma fina membrana plástica entre as superfícies foi colocada em um molde de aço a $20\text{ }^{\circ}\text{C}$. Em seguida, uma carga compressiva foi aplicada uniformemente em sua superfície superior para quebrar as cápsulas para liberar o rejuvenescedor.

(3) Processo de cura: Após a remoção da membrana plástica, a viga quebrada foi colocada em o molde de aço novamente por várias horas para curar as rachaduras. Finalmente, o corpo de prova curado foi retirado e o passo 1 foi repetido. A eficiência de cura foi determinada usando a carga máxima da viga medida pelo teste 3PB antes e após o processo de cicatrização

Figura 19. Geometria de execução do teste de flexão por 3 pontos.



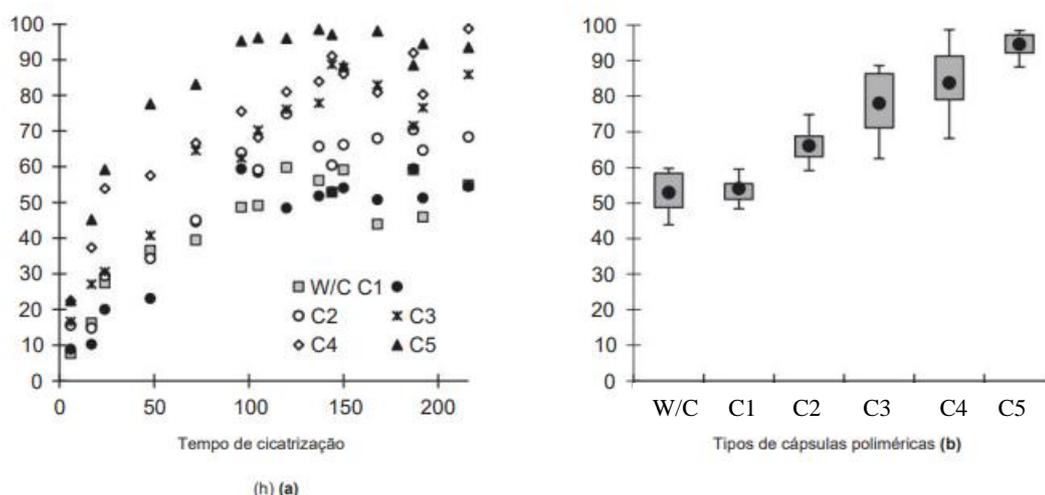
Fonte: Norambuena-Contreras *et al.* (2018)

Al-mansoori *et al.* (2018) estudaram a autorregeneração da mistura asfáltica pela ação de cápsulas de alginato de cálcio contendo óleo de girassol. Os autores avaliaram as propriedades morfológicas, físicas, térmicas e mecânicas das cápsulas e o efeito do teor de óleo da cápsula e da temperatura nestas propriedades.

A pesquisa mostrou que as cápsulas resistem aos processos de mistura e compactação e quebram em meio a mistura asfáltica devido a cargas mecânicas, liberando o óleo. Os níveis de regeneração com cápsulas foram maiores do que amostras sem cápsulas e dependia do teor de óleo das cápsulas.

O nível de autorregeneração chegou a ser cerca de 40% maior que o apresentado pelas amostras sem cápsulas, como demonstrado na Figura 20 (a) e (b) para a cápsula do tipo C5 quando comparada a mistura sem cápsulas (W/C).

Figura 20. Avaliação da autorregeneração: (a) tempo de cicatrização e (b) percentual de regeneração.



Fonte: Al-mansoori *et al.* (2018)

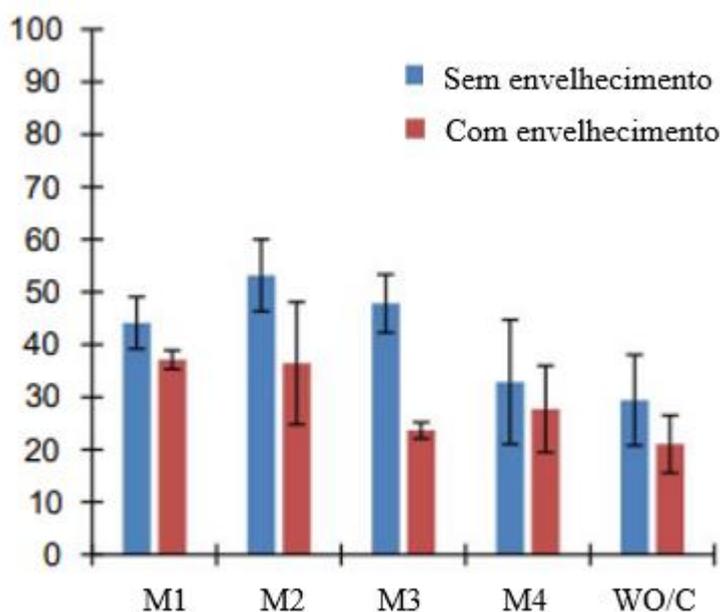
Norambuena-Contreras *et al.* (2018) utilizaram cápsulas poliméricas com óleo de girassol como rejuvenescedor adicionadas a mistura asfáltica para melhorar suas propriedades de regeneração. As cápsulas foram adicionadas em um teor de cápsula de 0,5% do total de massa da mistura.

Os autores avaliaram as propriedades físicas, térmicas e mecânicas das cápsulas. Adicionalmente, avaliou-se o efeito da ordem de mistura e do tempo de envelhecimento na estabilidade mecânica e propriedades de autocura de misturas asfálticas com e sem cápsulas. através de testes de módulo de rigidez e resistência à flexão.

Além disso, os autores avaliaram as propriedades autorregenerativas das misturas asfálticas com uso do ensaio de flexão em três pontos em vigas asfálticas trincadas com e sem cápsulas.

Os principais resultados comprovaram que as cápsulas resistem às condições de mistura e compactação e quebram dentro da composição liberando o óleo encapsulado em pequenos volumes. Além disso, os autores observaram que as porcentagens de autorregeneração obtidas pelas misturas variaram de acordo com o teor de adição das cápsulas, e as misturas com cápsulas apresentaram maiores resultados do que as misturas sem cápsulas. Os resultados estão representados na Figura 21.

Figura 21. Medições da autorregeneração em porcentagem.



Fonte: Norambuena-Contreras *et al* (2018).

2.5.2 Teste de viga em fundação elástica

Entre os ensaios aplicados a medição da autorregeneração, o ensaio de viga em fundação elástica se apresentou como uma ferramenta viável.

Barros *et al.* (2022) estudaram a incorporação de cápsulas contendo óleo de soja e óleo de cozinha residual como agentes rejuvenescedores, utilizando o procedimento de gelificação ionotrópica de alginato na presença de cálcio.

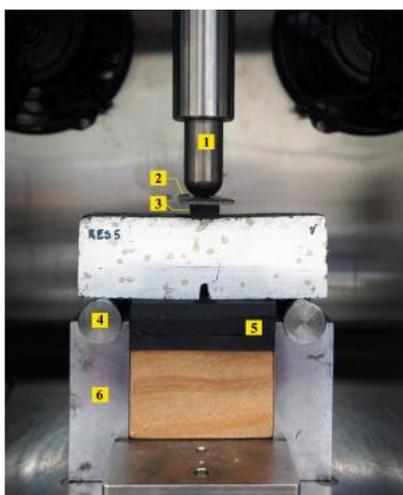
Os autores avaliaram as cápsulas pela sua composição química, tamanho, resistência térmica e à compressão. As cápsulas foram incorporadas em uma mistura asfáltica e o efeito

dessa adição sobre as propriedades mecânicas foi avaliado não apresentando interferência significativa.

Além disso, os autores estudaram a aplicabilidade do método de fadiga por flexão de três pontos sobre fundação elástica para a avaliação da capacidade de autorregeneração das misturas, usando períodos de descanso distintos. Os resultados demonstraram que as cápsulas possuem propriedades térmicas e mecânicas que viabilizam sua adição nas misturas asfálticas.

O método de fadiga por flexão de três pontos sobre fundação elástica mostrou um potencial de autorregeneração elevado para as misturas com cápsulas, com porcentagens que variaram entre 138% e 193% de autorregeneração quando comparados as misturas sem cápsulas que atingiu 52%. A Figura 22 apresenta a configuração de ensaio utilizada pelos autores.

Figura 22. Configuração do ensaio de viga de flexão em três pontos sob fundação elástica.



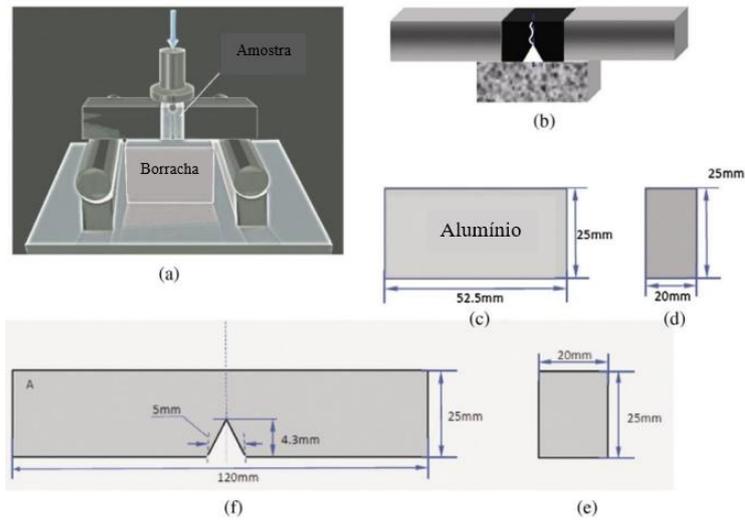
Fonte: Barros (2020)

Su *et al.* (2016) investigaram o comportamento autorregenerativo de misturas asfálticas usando microcápsulas contendo rejuvenescedor com diferentes espessuras de casca e distribuição de tamanhos.

A amostragem foi composta por três tipos de microcápsulas com diferentes valores médios de tamanho e espessura de casca. O teste de viga sobre fundação elástica foi aplicado para investigar as propriedades das misturas com e sem microcápsulas. Os resultados mostram que as microcápsulas foram quebradas por microfissuras sob diferentes condições, ocasionando a distribuição do seu conteúdo na mistura asfáltica. As microcápsulas restantes próximas à microfissura tiveram a capacidade de vazarem rejuvenescedor mais tarde, quando outra microfissura foi gerada mesmo com alta tensão na ponta da trinca.

Os autores identificaram que após os ciclos de carga e descarga, a capacidade de autorregeneração devido as microcápsulas contendo rejuvenescedor aumentaram alcançando porcentagens em torno de 95%. A Figura 23 apresenta a configuração diferenciada utilizada pelos autores para permitir o estudo da propagação de trinca com uso deste método de ensaio.

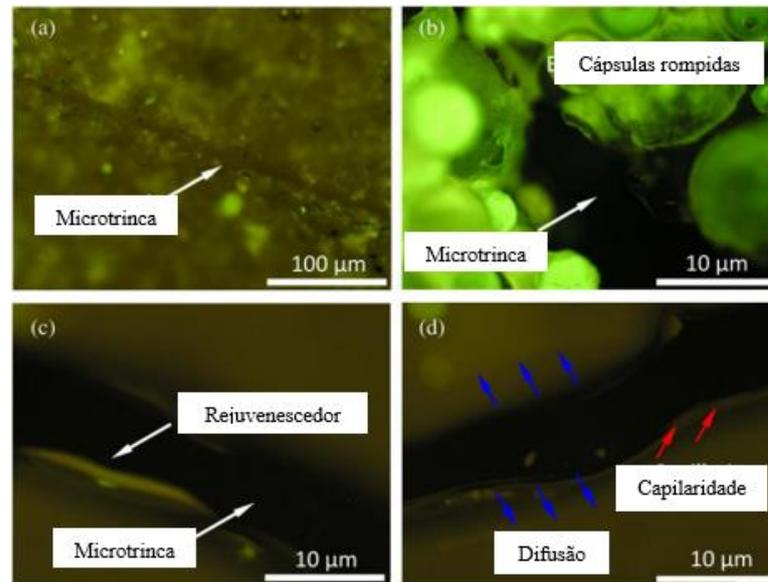
Figura 23. Configuração do ensaio de viga sobre fundação elástica aplicada para medir os comportamentos de fissuração e de cura do material asfáltico: (a) ilustração; (b) o entalhe na amostra; (c) dimensões do bloco de alumínio; (d) tamanho da amostra; (e) largura do bloco de alumínio; e (f) configuração da amostra.



Fonte: Su *et al.* (2016)

A Figura 24 apresenta o estudo realizado pelos autores supracitados a fim de confirmar que a melhora no efeito de autorregeneração se dava devido a difusão do rejuvenescedor junto ao ligante. Com isso, é possível observar a quebra da cápsula no estágio de microfissura atrelado a sua distribuição pela trinca junto ao ligante.

Figura 24. Morfologias de microscópio de fluorescência do mecanismo de regeneração: (a) microfissura na amostra; (b) as microcápsulas rompidas por microfissuras; e (c e d) o movimento e direção do rejuvenescedor induzidos pela capilaridade.



Fonte: Su *et al.* (2016)

2.5.3 Teste de flexão semicircular

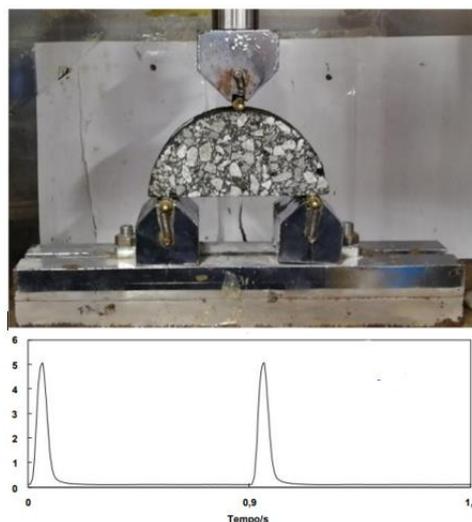
A utilização do SCB para medição do percentual de autorregeneração tem se mostrado uma alternativa viável. Entre os métodos apresentados anteriormente o SCB facilita a obtenção dos corpos de prova, com maior aproveitamento de material. Após a confecção do corpo de prova circular (utilizando molde padrão SUPERPAVE) o mesmo é dividido em duas partes iguais, semicirculares, e ambas serão utilizadas para o ensaio (TABAKOVIC *et al.*, 2017).

Jiang *et al.* (2019) avaliaram a mistura asfáltica em diferentes composições, desde o tipo de composição granulométrica (mistura asfáltica densa e com matriz de pedras) até o ligante de sua composição (PG 76-22; PG70-22; PG 58-28) e também a adição de Fibra de Celulose no teor de 0,3% em peso de ligante.

Os autores utilizaram o teste de flexão semicircular (SCB) adicionando períodos de descanso (0 s; 0,4 s; 0,8 s e 1,2 s) em cada ciclo de carregamento para avaliar o potencial de autorregeneração de diferentes misturas asfálticas. Os resultados dos testes mostram que a melhor recuperação do desempenho ocorre dentro do período de descanso de 0,8 s. Portanto, é melhor conduzir o ensaio cíclico com período de descanso de 0,8 s.

Os autores obtiveram que para todos os índices avaliados um percentual de recuperação superior a 10% comparados a análise sem nenhuma intervenção, seja do tempo de aquecimento como da taxa de propagação da fissura. A configuração de ensaio utilizada e carregamento aplicado para 0,8 s de descanso estão apresentados na Figura 25.

Figura 25. Modelo de execução e carregamento do SCB.



Fonte: Ji *et al.* (2019).

Zhu *et al.* (2020) afirmam que poucos métodos estão disponíveis atualmente que ofereçam a possibilidade de analisar quantitativamente e monitorar a propagação de trincas em uma amostra de mistura asfáltica. A autorregeneração por sua vez, está totalmente ligada ao estágio de fissuração antes e depois da cicatrização.

Arelado as técnicas de correlação de imagem digital (DIC), que foram utilizadas pelos autores, o teste de fadiga de flexão de três pontos, na configuração de SCB, permite estudar as influências do tempo de aquecimento e do tempo de cura em amostras à base de asfalto.

Os autores avaliaram a influência da ferrita, com teor de 5%, no processo de desenvolvimento de deformações dos corpos de prova com base nos índices de tempo de iniciação de trinca, taxa de propagação de trinca e deformação horizontal. Obtiveram com a análise que a adição de ferrita pode retardar em até 50% a propagação das trincas, sendo necessárias deformações superiores para que as fissuras sua propagação máxima na mistura asfáltica.

Com base nas observações do DIC o tempo ideal de aquecimento por micro-ondas para a mistura asfáltica com 5% de ferrita é de 80 s. Enquanto isso, quanto maior o tempo de cura,

mais forte é o efeito de cura, mas a influência do tempo de cura é menos efetiva que a do tempo de aquecimento.

Além disso, com base na mudança na deformação horizontal durante o desenvolvimento da trinca, pode-se concluir que a adição de ferrita melhora significativamente o efeito de cicatrização apresentando melhoria de aproximadamente 17%. A Figura 26 representa o caminho de fissuração obtido por meio do estudo supracitado.

Figura 26. Caminho percorrido pela fissura durante execução do ensaio.



Fonte: Zhu *et al.* (2020).

2.6 REJUVENESCEDORES PARA MISTURAS ASFÁLTICAS

Como discutido nos tópicos anteriores, a camada de revestimento dos pavimentos flexíveis passa pelo processo de envelhecimento devido ao efeito da temperatura e das próprias condições ambientais, como: luz solar, chuva, contato com o oxigênio e a própria ação do tempo. Desta forma, a mistura asfáltica assume aspecto mais rígido, devido ao aumento na quantidade de resinas e asfaltenos do ligante asfáltico, e assim mais sujeito a degradações.

Além disso, como as condições ambientais, por meio da oxidação, aumentam a fragilidade da mistura asfáltica e diminuem a resistência aos fenômenos de deterioração, como a fadiga, surge a crescente necessidade de técnicas de intervenção e de reciclagem nos pavimentos asfálticos. Por meio da intervenção a camada de revestimento pode ganhar sobrevida em condições de uso que possibilitem conforto ao usuário, assim como menores perdas do ponto de vista econômico.

Neste contexto, surge a busca no desenvolvimento de tecnologias que promovam o rejuvenescimento dos ligantes a partir da recomposição de frações perdidas após o

envelhecimento (OSMARI; ARAGÃO, 2016; GREESHMA *et al.*, 2019; RŽEK; TUŠAR; PERŠE, 2019; DOKANDARI; TOPAL; OZDEMIR, 2021).

O rejuvenescimento funciona de forma inversa ao processo de envelhecimento e é utilizado na busca por restaurar as propriedades iniciais do ligante asfáltico envelhecido por meio da adição um agente dito “rejuvenescedor” (YANG *et al.*, 2022).

Por esta razão, um produto para atuar como rejuvenescedor deve ser capaz de restaurar a proporção original de asfaltenos para maltenos, bem como reduzir a rigidez do ligante asfáltico envelhecido. Desta forma, o rejuvenescedor pode restaurar as propriedades do ligante, retornando ao seu estado original (CAPUTO *et al.*, 2019).

Os rejuvenescedores à base de óleo de xisto e à base de alcatrão são os principais produtos disponíveis de forma comercial, destinados para este fim. Este produto, à base de óleo de xisto, é dividido em duas categorias: à quente e a frio (SILVA, 2011).

Os agentes à quente são denominados "Aditivos Asfálticos de Reciclagem para Misturas a Quente" (AR) e os à frio recebem o nome de "Agentes de Reciclagem Emulsionados" (ARE). Outro agente rejuvenescedor encontrado no mercado brasileiro é o produto a base de alcatrão que foi desenvolvido pela empresa americana PRI (*Pavement Rejuvenation International*), conhecido comercialmente pelo nome de RejuvaSeal®, este é comercializado no mercado nacional pela empresa SPM que se associou à empresa americana (SILVA; FARIAS, 2018).

Entretanto, esses materiais ainda representam um custo oneroso em relação a sua utilização, portanto surge a necessidade de novos materiais que possam ser utilizados como rejuvenescedores promovendo a diminuição dos custos para sua obtenção e sua produção e permitindo a utilização de fontes renováveis. Dentre os agentes rejuvenescedores estudados recentemente os óleos orgânicos, de base vegetal, e os resíduos gerados em sua produção têm ganhado atenção por pesquisadores recentemente: são os chamados bio-óleos (SANTOS; FAXINA, 2019).

2.7 USO DE BIO-ÓLEOS COMO REJUVENESCEDORES

O bio-óleo são produtos obtidos a partir de culturas, algodão, palha, resíduos de madeira, estrume animal, entre outras fontes, por meio do processo de pirólise, e que se destaca por suas

diferentes aplicações, como combustível renovável ou material de partida para novos produtos químicos ou até mesmo seu uso em adição ao ligante asfáltico. Como resultado da decomposição da biomassa, o bio-óleo apresenta-se como uma mistura complexa de compostos químicos com alto teor de oxigênio e de diferentes grupos funcionais, distribuídos em duas fases imiscíveis, uma orgânica e outra aquosa (VALADÃO *et al.*, 2021).

Na pavimentação, os bio-óleos vêm ganhando grande destaque na utilização como agentes rejuvenescedores se colocando como uma alternativa aqueles oriundos de fontes não renováveis. Isto se deve ao fato de que os bio-óleos são produtos oriundos de fonte renovável, com preços mais baixos e que são ambientalmente benéficos, do ponto de vista de redução de descarte de alguns materiais, garantindo pavimentos asfálticos menos nocivos ao meio ambiente (SANTOS; FAXINA, 2019).

O Quadro 3 apresenta alguns exemplos de materiais que podem ser fontes alternativas para produção de bio-óleos e seus respectivos autores que utilizaram esses materiais com o objetivo de produzir ligantes asfálticos sustentáveis.

Quadro 3. Principais fontes de biomassa para produção de bio-óleos.

Autores	Fonte do bio-óleo
Abele <i>et al.</i> (2021)	Canola
Zhang <i>et al.</i> (2019)	Resíduos de serragem
Girimath e Singh (2019)	Resíduos de madeira
Wang <i>et al.</i> (2018)	Óleo de cozinha residual
Lei <i>et al.</i> (2018)	Resíduos de palha de milho
Zhu <i>et al.</i> (2017)	Subprodutos do óleo de algodão
Zhou <i>et al.</i> (2020)	Resíduo do refino de ácidos graxos da mamona
Alatieh <i>et al.</i> (2020)	Sementes de tâmaras
Ding <i>et al.</i> (2021)	Lignocelulose
Cavalli <i>et al.</i> , (2018)	Semente de castanha de caju
Elkashef <i>et al.</i> , (2017)	Soja

Quando o bio-óleo é adicionado ao ligante asfalto asfáltico obtemos a produção de um ligante denominado de bio-ligante. Os bio-ligantes apresentam-se como uma alternativa ao

ligante asfáltico convencional favorecendo a utilização de misturas asfálticas recicladas em altos teores.

2.7.1 Bio-ligantes

Um bio-ligante pode ser definido como um ligante alternativo, produzido a partir de materiais renováveis (biomaterial), não oriundos do petróleo. Esses materiais podem ter origem vegetal ou animal. O bio-ligante é renovável e ambientalmente consciente o que desperta o interesse em estudar o seu comportamento na composição da mistura asfáltica (GAO *et al.*, 2018).

Os bio-ligantes podem ser utilizados na composição da mistura asfáltica de três maneiras diferentes, com o objetivo de reduzir o emprego de ligantes betuminosos: como um ligante alternativo que substitui 100% do ligante asfáltico; como um extensor betuminoso, substituindo de 25 a 75%; ou ainda, como um modificante, quando se substitui menos de 10% do ligante convencional. (GODIM, 2017).

Na Quadro 4 abaixo estão apresentados alguns tipos de bio-ligantes produzidos em pesquisas científicas e suas principais características.

Quadro 4. Alguns estudos com base em bio-ligantes e suas principais características.

Autores	Fonte de Biomassa	Obtenção	Emprego	Bio-ligante (%)	Ligante base
Carvalho (2018)	Óleo de Girassol	-	Modificador	1, 2 e 3	Pen 50/70
Portugal (2016)	Óleo de soja e de Milho	-	Modificador	1, 2 e 3	Pen 50/70 e 55/75
Gao <i>et al.</i> (2018)	Serragem	Pirólise	Modificador Extensor	5, 10, 15 e 20	Pen 50

Fakhri e Norouzi (2022)	Lignina e óleo de motor usado	-	Modificador Extensor	4, 5 e 10	PG 64-22
Girimath e Singh (2019)	Resíduos de madeira	Pirólise	Modificador Extensor	2, 4, 6, 8 e 10	PG 70
Al-Sabaei <i>et al.</i> (2020)	Óleo de palma	-	Modificador Extensor	0, 5, 10 e 15	Pen 60/70
Espinosa <i>et al.</i> (2021)	Resina de madeira de pinus	-	Substituto	100	-
Barzegari e Solaimanian (2020)	Resíduos de Pinus	Pirólise	Extensor	35	PG 64-22
Al-Sabaei <i>et al.</i> (2021)	Óleo de palma bruto	-	Modificador Extensor	0, 5, 10 e 15	Pen 60/70
Zhang <i>et al.</i> (2022)	Óleo de soja	-	Modificador	0, 2, 4 e 6	Pen 60/80
Gong <i>et al.</i> (2017)	Óleo de feijão	-	Modificador	1,0; 2,0; 3,0	Pen 30 Pen 70

Portugal (2016) avaliou a utilização do óleo de soja como modificador do ligante asfáltico com penetração (Pen) 50/70 e 55/75, nos teores de 1%, 2% e 3%. O autor avaliou os efeitos nas propriedades físicas e reológicas dos ligantes. Os resultados obtidos mostraram que a adição de 1% de óleo de soja e milho não compromete o desempenho do Pen 50/70 ou do Pen 55/75. Encontraram reduções nas temperaturas de trabalho de em média de 2,7°C e 5,6°C para 1% de óleo residual de soja e milho, respectivamente, com emprego do Pen 50/70 e 3,8°C e 4,10°C para 1% de óleo residual de soja e milho, respectivamente, quando utilizado Pen 55/75.

Moraes (2018) avaliou a adição de cera de carnaúba como modificador (em 1, 2 e 3%) do ligante asfáltico classificado como Pen 50/70 com o objetivo de obter menores temperaturas de trabalho, sem comprometer o desempenho da mistura. Para este estudo à medida que se aumentou o teor do aditivo maior foi a redução de viscosidade. As reduções nas temperaturas que chegaram a um valor máximo de 5.73% para a de usinagem e de 4.89% para compactação no teor de 3%.

Guerra (2020) avaliou o ligante asfáltico classificado Pen 50/70 modificado por óleo de canola (em 1, 2 e 3%). O teor de 3% apresentou resultados mais significativos. A redução das temperaturas de mistura e compactação foi da ordem de 3.4% e 3.2% para o teor.

Os estudos realizados por Ingrassia *et al.* (2020) acerca das propriedades químicas, morfológicas e reológicas de bio-ligantes obtidos pela mistura de um ligante convencional 50/70 com diferentes porcentagens em peso (0, 5%, 10% e 15%) de um bio-óleo renovável, gerado como resíduo no processamento da madeira em celulose e papel. Como resultado, obtiveram que o bio-óleo proporcionou um efeito de amaciamento, o que, em termos de desempenho, leva a uma melhoria do comportamento a baixa temperatura e resistência à fadiga, apesar de uma maior sensibilidade à deformação permanente.

Para um bio-ligante ser incluído na produção de misturas asfálticas é necessário avaliar seu desempenho físico, térmico e reológico de maneira que o mesmo não indique comprometimento da vida útil de serviço do pavimento asfáltico (SU *et al.*, 2018).

Embora muitos sejam os materiais utilizados, como exemplo os citados no Quadro 4, e promissoras sejam as respostas obtidas, ainda é necessária a realização de estudos que promovam a incorporação de novos materiais, principalmente os resíduos sem valor econômico agregado e que seriam descartados promovendo geração e acúmulo de material de descarte. Entre estes materiais, pode-se citar a borra de soja que será discutida no tópico a seguir.

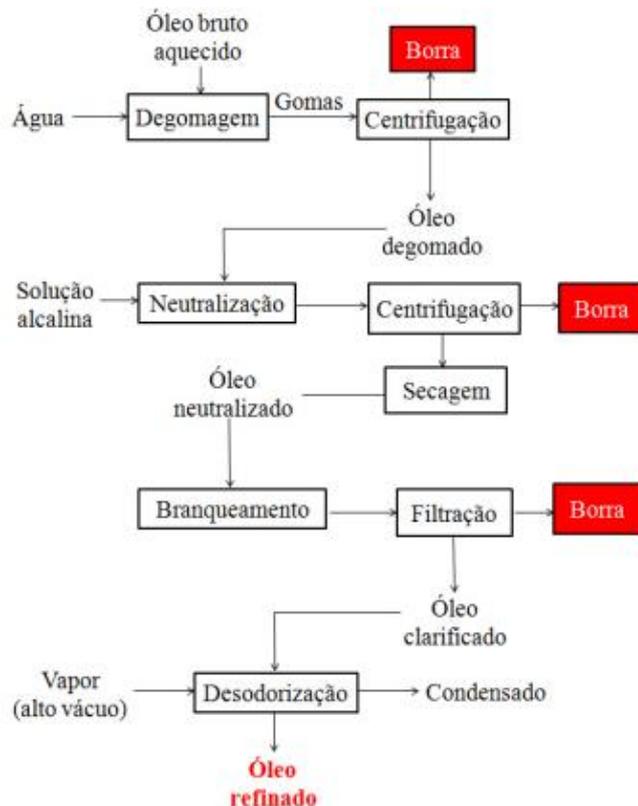
2.7.2 Borra de soja

A produção de óleo vegetal vem aumentando nos últimos anos. Segundo dados do Departamento de Agricultura Estados Unidos a produção mundial chegou a 186,9 milhões de toneladas no ano de 2016. Entre os óleos vegetais, os maiores impulsionadores deste crescimento são os óleos de palma, soja, canola e girassol (USDA, 2017)

O Brasil é um importante produtor mundial de oleaginosas, responsável por quase um quarto da produção mundial e a soja representa 96% dessas produções. A estimativa é que a produção da soja, no Brasil, tenha ultrapassado os 135 milhões em 2021 (CONAB, 2021).

O fluxograma da Figura 27 apresenta os principais processos para obtenção e refino do óleo de soja.

Figura 27. Principais processos para o refino de óleos vegetais.



Fonte: Da Fré (2009).

A borra, marcado na Figura 27, é o principal subproduto da indústria de refino de óleos vegetais. Durante o processo de refino do óleo de soja, a borra de soja gerada pode ser descrita como uma emulsão oleosa alcalina constituída por água, ácidos graxos saponificados, fosfatídeos, triglicerídeos, pigmentos e outros compostos em menor quantidade (DA FRÉ; RECH; MARCÍLIO, 2013).

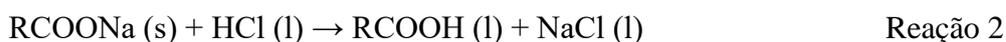
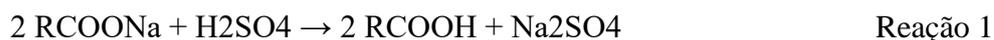
O volume de borra de soja produzido durante o processo de refino do óleo de soja é de aproximadamente 6% do volume total de óleo bruto. Portanto, este subproduto pode ocasionar problemas com relação ao seu descarte, devido aos grandes volumes gerados nas indústrias (DA FRÉ; MARCÍLIO, 2009).

De acordo com a classificação da Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT), Norma Brasileira (NBR) 10004 (ABNT, 2004), a borra, resíduo gerado do refino de um óleo, é

considerada um resíduo de Classe I. Os materiais pertencentes a essa classe, devido as suas propriedades físicas, químicas ou infectocontagiosas, podem apresentar risco à saúde pública, provocando ou acentuando, de forma significativa, um aumento da mortalidade ou incidência de doenças e/ou apresentam efeitos adversos ao ambiente, quando manuseados ou dispostos de forma inadequada.

A borra de soja pode se apresentar de forma bruta ou de forma concentrada, esta é nomeada como borra de soja acidulada, seu valor comercial é dado a partir da quantidade de ácidos graxos totais. A sua forma bruta apresenta entre 35 e 50% de ácidos graxos totais e a sua forma concentrada normalmente apresenta entre 85 e 95% o que aumenta seu valor comercial.

A forma concentrada é obtida por um processo de acidulação na presença de um ácido inorgânico que pode ser o sulfúrico ou clorídrico, seguindo as reações abaixo (Reação 1 e 2).



Na literatura atenção especial tem sido dada aos produtos que são provenientes do reaproveitamento de resíduos de processos industriais ou comerciais, tais como a borra de soja. Seidel e Haddock (2012) estudaram a borra de soja acidulada nos teores de 1 e 3% na modificação do ligante convencional e obtiveram que os ácidos graxos adicionados atuaram tornando o ligante menos rígido, com maior trabalhabilidade. Este estudo sugeriu a utilização deste material como um potencial rejuvenescedor.

Entretanto, poucas pesquisas abordaram o estudo destes materiais como rejuvenescedores, ainda é necessário a avaliação das propriedades físicas, reológicas e mecânicas dos materiais asfálticos com adição da borra de soja para que este material possa ser inserido comercialmente para este fim. Pois, os rejuvenescedores auxiliam os materiais asfálticos em um processo natural de autorregeneração e recuperação de suas características iniciais.

2.8 CONSIDERAÇÕES QUANTO À LITERATURA

A autorregeneração, embora ocorra naturalmente, necessita de condições específicas dos materiais e do próprio ambiente para se desenvolver, ocasionando grandes interrupções no fluxo de veículos. Na última década tem-se estudado mecanismos de acelerar esse processo, que é o caso da técnica de microencapsulação de agentes rejuvenescedores, tornando a autorregeneração um mecanismo promissor para redução de gastos com manutenção e na destinação adequada de materiais (como a borra de soja, resíduos de serragem, resíduos de sementes de algodão, entre outros).

Até o presente momento, os métodos de quantificação da autorregeneração ainda não foram normatizados e não existe uma metodologia padrão para determinação deste parâmetro. Assim como, ainda existe uma variedade de materiais, como por exemplo a borra de soja, que podem ser avaliados para este fim e que reduzam os danos ambientais causados pelos pavimentos, acrescentando valor econômico a um material que seria descartado.

Diante disso, o presente estudo pretende contribuir com a autorregeneração de misturas asfálticas, utilizando uma metodologia ainda pouco avaliada para medição da autorregeneração e um material que se apresenta como resíduo da indústria do óleo de soja (que é a borra oriunda do seu processo de refino) e que possui potencial de se tornar ambientalmente viável caso validado do ponto de vista técnico.

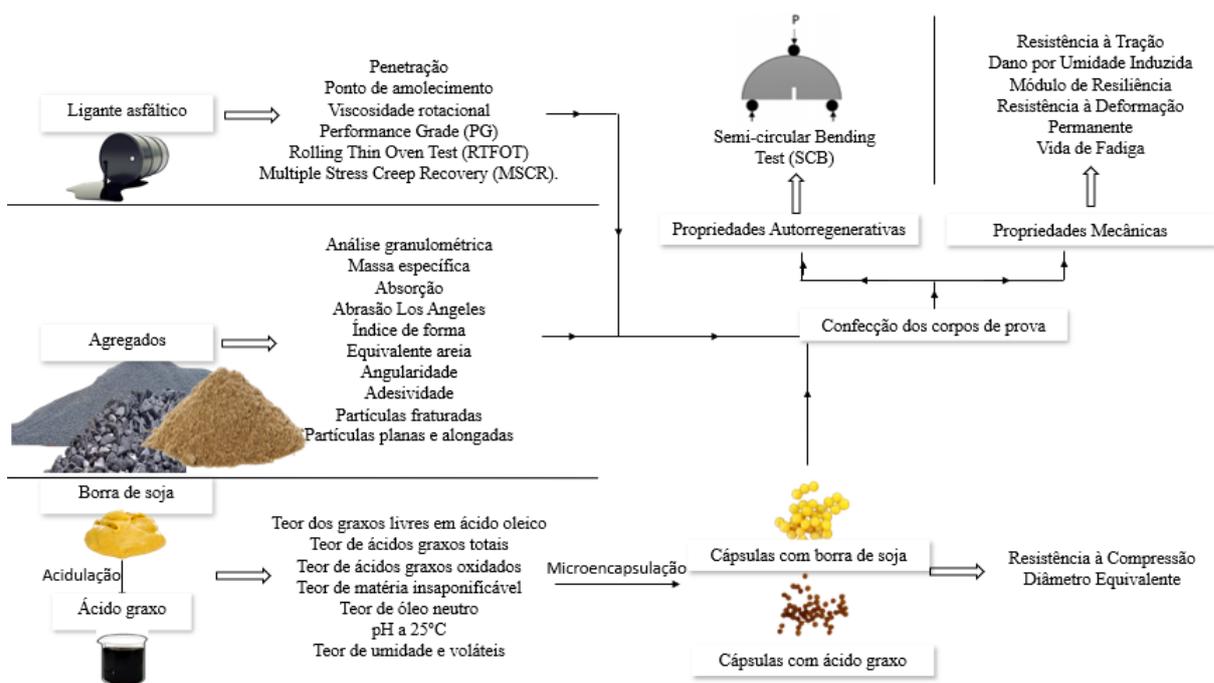
3 MATERIAIS E MÉTODOS

Este capítulo apresenta os materiais que foram utilizados na composição das misturas asfálticas estudadas. Além disso, apresenta o método de acidulação da borra de soja para obtenção do ácido graxo utilizado como rejuvenescedor.

Neste são apresentados os procedimentos para obtenção das cápsulas e as análises que permitem sua caracterização. Além disso, estão descritos os procedimentos de análise mecânica da mistura asfáltica e de sua capacidade autorregenerativa.

O fluxograma da Figura 28 abaixo apresenta um resumo das etapas de desenvolvimento desta pesquisa.

Figura 28. Fluxograma de execução das etapas desta pesquisa.



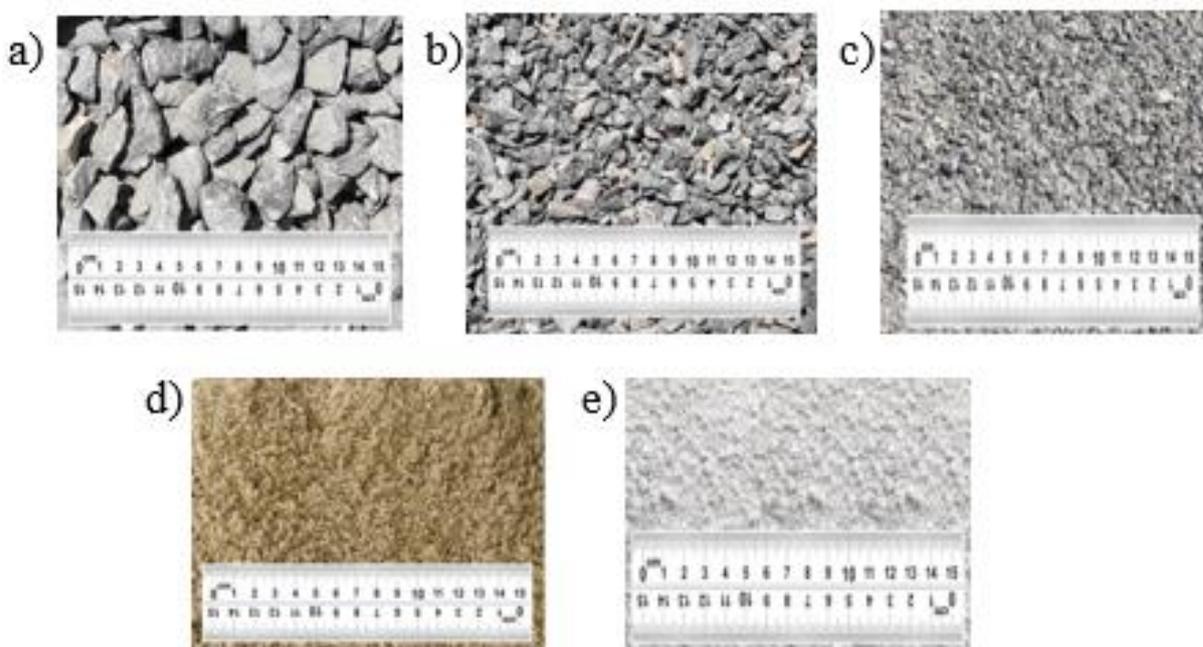
3.1 MATERIAIS

Os materiais utilizados neste trabalho têm suas características especificadas nos tópicos seguintes.

3.1.1 Agregados

Os agregados graúdos utilizados para compor as misturas asfálticas foram as britas graníticas de diâmetros nominais máximos 19 mm e 12,5 mm. Os agregados miúdos utilizados foram durante este estudo foram: o pó de pedra, também de natureza granítica, e a areia. A cal hidratada dolomítica foi usada como fíler. Os agregados graúdos e o pó de pedra foram cedidos pela empresa Rocha Cavalcante, localizada na cidade de Campina Grande, enquanto a areia e o fíler foram adquiridos no comércio local do mesmo município. A Figura 29 apresenta os agregados utilizados nesta pesquisa.

Figura 29. Agregados utilizados nesta pesquisa: (a) Brita 19 mm; (b) Brita 12,5 mm; (c) Pó de Pedra; (c) Areia e (d) Cal hidratada.

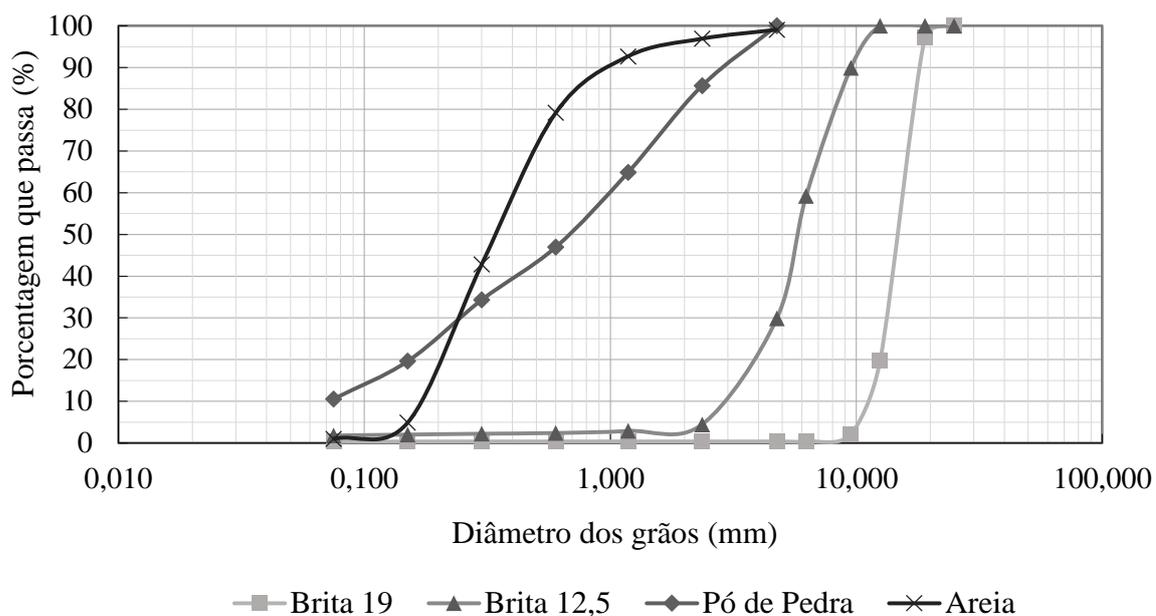


A caracterização dos agregados naturais foi realizada por meio dos procedimentos de: análise granulométrica, massa específica e absorção do agregado graúdo e miúdo, abrasão Los Angeles, índice de forma, equivalente areia, angularidade, adesividade, partículas fraturadas, partículas planas e alongadas. Na Tabela 1 e Figura 30 são apresentados os resultados desses procedimentos, Assim como suas respectivas normatizações.

Tabela 1. Resultados da caracterização física e mecânica dos agregados graúdos e miúdos.

Ensaio	Norma	Limites	Resultados			
			Brita 19 mm	Brita 12,5 mm	Pó de pedra	Areia
Massa específica real (g/cm ³)	ASTM C127:2015	-	2,76	2,63	2,54	2,67
Massa específica aparente (g/cm ³)	ASTM C127:2015	-	2,73	2,61	2,43	2,61
Absorção (%)	ASTM C127:2015	≤2	0,36	0,52	0,66	0,84
Índice de Forma	ASTM D4791:2019	≥0,5	0,68	0,67	-	-
Equivalente Areia (%)	ASTM D2419:2014	≥55	-	-	73,53	76,26
Abrasão “Los Angeles” (%)	ASTM C131:2020	≥55	20,22	21,66	-	-
Partículas alongadas e achatadas (%)	ASTM D4791:2019	≤10	8,44	8,74	-	-
Partículas fraturadas (%)	ASTM D5821-13:2017	≥90	99,78	99,81	-	-
Angularidade (%)	ASTM C1252:2017	≥45	-	-	45,4	55,35

Figura 30. Curvas granulométricas dos agregados utilizados.



Todos os parâmetros analisados se encontraram dentro dos limites especificados, baseados nos requisitos da metodologia SUPERPAVE (ASPHALT INSTITUTE, 2001). Quanto à distribuição granulométrica dos grãos, os agregados graúdos e a areia apresentam graduação uniforme, enquanto o pó de pedra possui graduação densa.

3.1.2 Borra do óleo de soja

O material utilizado como agente rejuvenecedor nesta pesquisa foi oriundo do processo de refino do óleo de soja e é nomeado de “borra do óleo de soja” que foi cedida pela empresa IMCOPA, localizada no estado do Paraná, Brasil. A Figura 31 apresenta a borra do óleo de soja utilizada durante esta pesquisa.

Figura 31. Imagem do reservatório de armazenamento da borra e de seu aspecto.



A empresa responsável pela produção da borra não forneceu dados ou informações que permitissem a caracterização do material em questão. Assim, foram realizados ensaios laboratoriais para caracterizar o material. Os procedimentos seguiram as normativas da American Oil Chemists' Society (AOCS) e se basearam na metodologia adotada por Da Fré (2009). A Tabela 2 apresenta os resultados dos ensaios realizados para caracterizar a borra do óleo de soja, assim como as normas utilizadas para sua execução.

Tabela 2. Caracterização da borra proveniente do óleo de soja.

Ensaio	Resultados	Normas
Ácidos graxos livres em ácido oleico (%)	0,68	AOCS Ca 5a-40:2017
Teor de ácidos graxos totais (%)	41,59	AOCS G 3-53: 2017
Teor de ácidos graxos oxidados (%)	1,22	AOCS G 3-53: 2017
Teor de matéria insaponificável (%)	0,87	AOCS Ca 6a-40: 2017
Teor de óleo neutro (%)	12,44	AOCS G5-40: 2017
pH a 25°C	9,96	AOCS G 7-56: 2017
Teor de umidade e voláteis (%)	41,85	AOCS Ca 2c-25: 2017

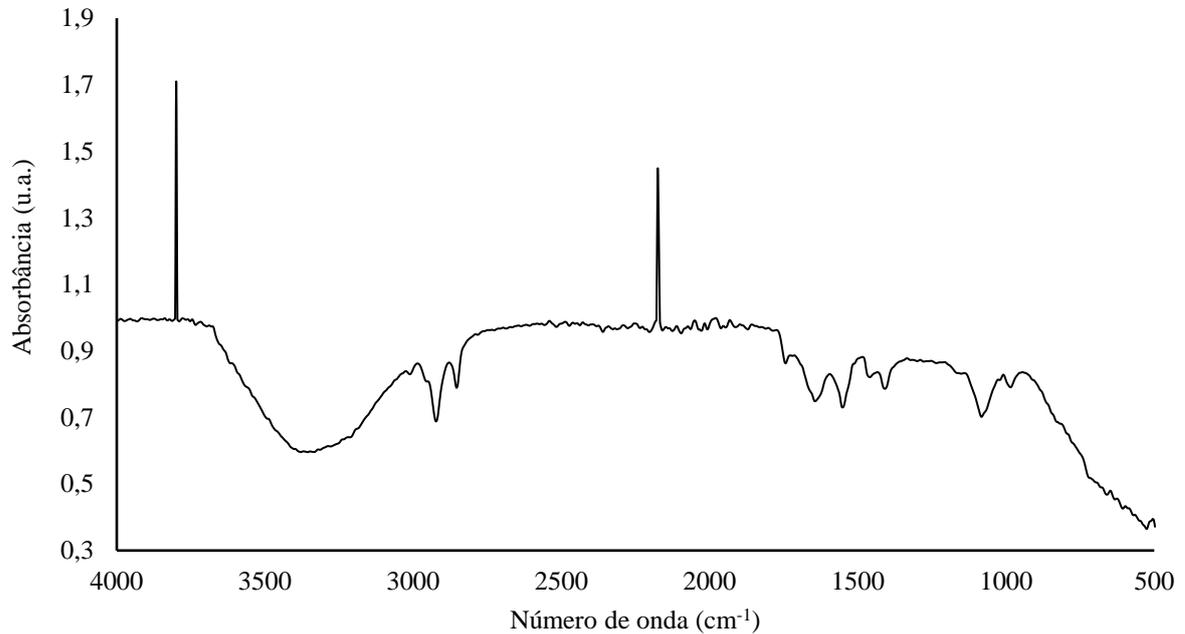
A borra de soja em seu estado bruto deve conter entre 35 e 50% de ácidos graxos totais (LENZI, 2017; DA FRÉ, 2009), os dados obtidos (41,59%) se apresentam dentro deste intervalo o que indica que a borra utilizada nesta pesquisa apresenta as características tais quais eram

esperadas, pois quanto maior for o teor de ácidos graxos totais mais efetiva é a obtenção de ácidos graxos em sua forma concentrada e maior será sua efetividade.

Outro aspecto relevante é o teor de umidade obtido de 41,85%. Embora de acordo com a literatura, Wang *et al.* (2007) e Hass (2005) obtiveram teores da mesma ordem (47 e 44,2%, respectivamente), ainda sim o valor obtido é elevado quando considerada a adição direta da borra de soja e seu real teor de adição. Pois, as proporções entre água e outros materiais na formulação dos agentes rejuvenescedores encasulados se apresenta como um aspecto importante. Todos os demais valores se apresentam de acordo com o esperado para o material em questão de acordo com os resultados obtidos por Da Fré (2009).

A Figura 32 apresenta o espectro de FTIR (ASTM D 7653:2018) para a borra do óleo de soja, que foi realizado a fim de caracterizar quimicamente a amostra por meio da identificação dos grupos funcionais presentes. O espectro obtido apresenta modos e combinações vibracionais de grupos funcionais dos ácidos graxos presentes na composição química da borra do óleo de soja, expondo bandas de absorção na região de 3.010 a 2.800 cm^{-1} , correspondentes às vibrações de deformação axial de ligações C-H de grupamentos metila (CH_3), metileno (CH_2) e das ligações duplas ($=\text{C}-\text{H}$). As bandas com intensidade intermediária presentes na região de 1.743 a 1.404 cm^{-1} correspondem a vibração de deformação axial do grupo carbonila ($\text{C}=\text{O}$) presente nos grupos ésteres constituintes dos triacilglicerídeos. A presença de bandas de forte absorção na região de 1.080 a 987 cm^{-1} , são atribuídas às vibrações de deformação axial da ligação C-O de ésteres constituintes dos triacilglicerídeos.

Figura 32. FTIR da borra do óleo de soja.



3.1.3 Ácidos graxos da borra de soja

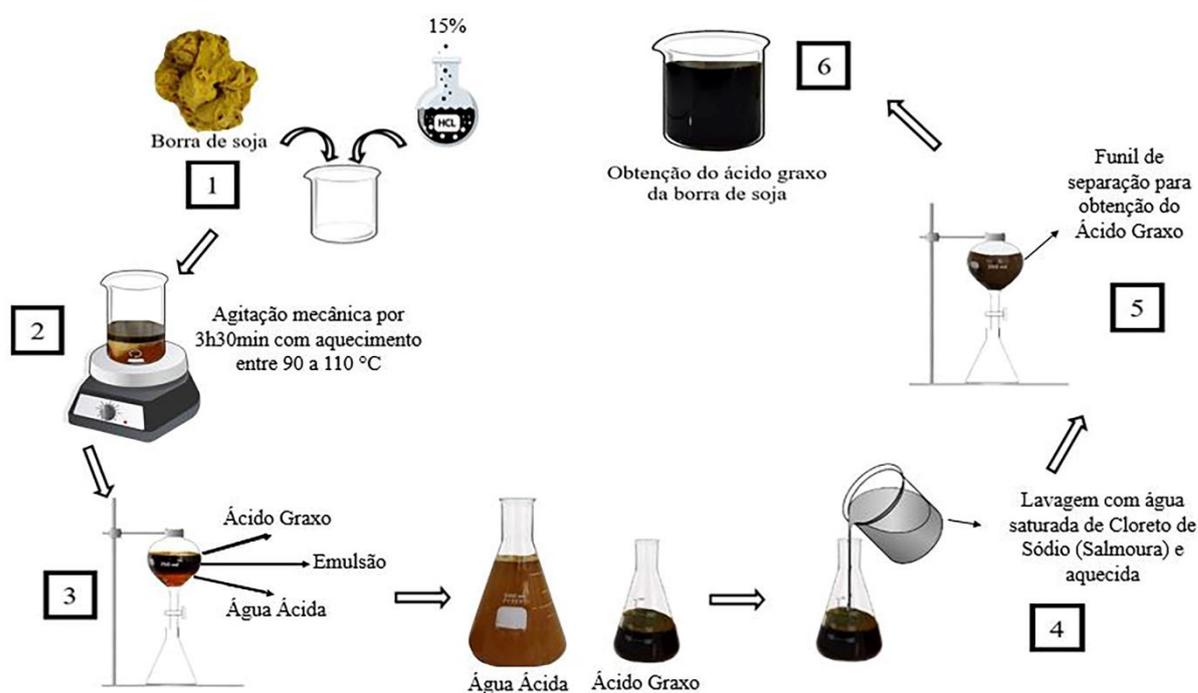
Os ácidos graxos provenientes da borra de soja, em sua forma concentrada, foram obtidos seguindo o processo de acidulação da barra em presença de ácido clorídrico seguindo a reação 1. Este procedimento foi realizado com base nos métodos descritos por Araújo *et al.* (2016). Os autores indicam o uso de ácido sulfúrico, entretanto, para este estudo, não foi possível a obtenção do mesmo. Assim, optou-se por utilizar o ácido clorídrico devido a maior facilidade de acesso ao material. Esta alteração não comprometeu o resultado final obtido, com base na literatura vigente.

A acidulação foi realizada seguindo os procedimentos a seguir, representados no fluxograma da Figura 33:

- Em um béquer de 2 litros adicionou-se 200 gramas de borra, 48 mL de HCl, 245 mL de H₂O e 4 gotas de alarajado de metila (indicador de pH frequentemente usado em titulações).
- A reação foi mantida por 3h30min, sob aquecimento de 90 a 110°C em um agitador magnético com aquecimento Fisatom 752A para conversão dos sabões em ácidos graxos.
- Adicionou-se 10 mL de ácido clorídrico em intervalos de 1h de reação.

- O óleo é separado da fase água por decantação, pela gravidade, em um processo de batelada.
- Após decantação, observaram-se três fases: água ácida (camada inferior), emulsão oleosa (camada intermediária) e ácido graxo (camada superior).
- A fase óleo obtida é lavada com 25 – 50% de água saturada com cloreto de sódio (solução conhecida por salmoura), aquecida e decantada novamente.
- Após o descarte da água de lavagem, é obtido o ácido graxo da borra do óleo de soja.

Figura 33. Fluxograma do processo de acidulação para obtenção dos ácidos graxos.



Após obtenção do ácido graxo, este foi caracterizado utilizando os ensaios de teor de ácidos graxos totais e teor de umidade e voláteis. O ácido graxo da borra do óleo de soja obtido neste estudo apresentou um teor de ácidos graxos totais de 91% e um teor de umidade de 2,26%. O teor de ácidos graxos totais se apresentou de acordo com o esperado com base nos valores previstos em literatura: Hass (2005), Wang (2007) e Da Fré (2009) obtiveram respectivamente 96,2%, 94% e 95,2%, valores próximos ao obtido nesta pesquisa e que corroboram com o proposto por Swern (1982) que apontou um teor de ácidos graxos totais entre 85 e 95% no ácido graxo da borra.

3.1.1 Ligante asfáltico

O Cimento Asfáltico de Petróleo (CAP) classificado como 50/70 foi cedido pela empresa Cordilheira localizada no município de Campina Grande, Paraíba.

O Quadro 5 apresenta um resumo dos procedimentos adotados para caracterização do ligante asfáltico e suas respectivas normas. A caracterização foi obtida por meio dos testes de Penetração, ponto de amolecimento, viscosidade rotacional, *Performance Grade* (PG), antes e após o envelhecimento à curto prazo (*Rolling Thin Oven Test* - RTFOT). Além disso, foi avaliado o desempenho à deformação por meio do MSCR (*Multiple Stress Creep Recovery*).

Quadro 5. Teste físicos e reológicos para caracterização das amostras utilizadas e suas respectivas padronizações.

Procedimento	Normativa de ensaio
Penetração	ASTM D5/D5M: 2020
Ponto de amolecimento	ASTM D36/D36M – 14: 2020
Viscosidade rotacional	ASTM D4402/D4402M: 2015
Rolling Thin Oven Test - RTFOT	ASTM D 2872/12
Performance Grade - PG	ASTM D 6816/11
Multiple Stress Creep Recovery - MSCR	ASTM D 7405/15

O ensaio de Viscosidade foi realizado com uso do Viscosímetro Rotacional da marca *Brookfield* e o ensaios de PG e MSCR foram realizados com uso do Reômetro de Cisalhamento Dinâmico (DSR) da série Discovery Hybrid Rheometer (DHR-1).

Para avaliar as características do ligante quanto à suscetibilidade a variações de temperatura e ao envelhecimento, foram calculados a Penetração Retida (PEN_{retida}), variações no ponto de amolecimento e o Índice de Envelhecimento (AI), cujas equações para o cálculo foram citadas na seção 2.1.2.

Além disso, também foi calculado o Índice de Suscetibilidade Térmica (ISC) a partir dos resultados obtidos dos ensaios de penetração e ponto de amolecimento (Equação 7). Por meio desse parâmetro é possível avaliar a sensibilidade do ligante asfáltico às variações de temperatura.

$$ISC = \frac{(500)(\log PEN) + (20)(T^{\circ}C) - 1951}{120 - (50) * (\log PEN) + (T^{\circ}C)}$$

Equação 7

Em que: T °C é o Ponto de amolecimento e PEN é a Penetração à 25°C, 100 g, 5 segundos.

Para fins de avaliação da potencialidade da borra de soja e do ácido graxo da borra de soja como agentes rejuvenescedores, para serem utilizados na microencapsulação, estes foram adicionados ao ligante asfáltico virgem e foram avaliadas suas características físicas e reológicas de acordo com as normatizações supracitadas. O Quadro 6 apresenta a nomenclatura utilizada para definição das amostras.

Quadro 6. Nomenclatura das amostras analisadas.

Amostras	Nomenclatura
Ligante asfáltico com grau de penetração 50/70	AB
AB + 1% da borra do óleo de soja	1%BS
AB + 3% da borra do óleo de soja	3%BS
AB + 5% da borra do óleo de soja	5%BS
AB + 1% do ácido graxo da borra do óleo de soja	1%AGS
AB + 3% do ácido graxo da borra do óleo de soja	3%AGS
AB + 5% do ácido graxo da borra do óleo de soja	5%AGS

A Tabela 3 apresenta os resultados obtidos por meio da análise das propriedades físicas e reológicas do ligante asfáltico virgem e daquele modificado com a borra e o ácido graxo da borra de soja.

Tabela 3. Resultados das propriedades físicas e reológicas do ligante asfáltico virgem e daquele adicionado de borra e ácido graxo do óleo de soja.

Resultados									
Ensaio Antes RTFOT									
	Especificação	AB	1%BS	1%AGS	3%BS	3%AGS	5%BS	5%AGS	
Penetração 0.1 mm (100g, 5s a 25°C)	50 a 70	58,2	54,6	60,3	59,5	87,9	58,86	118,2	
Varição de massa do ligante (%)	≤0,5	0,1255	0,067	0,045	0,11	0,022	0,0735	0,033	
Índice de suscetibilidade térmica (ISC)	-1,5 a +0,7	-0,22	-0,62	-1,01	-0,66	-1,01	0,33	-0,24	
Ponto de Amolecimento (°C)	≥ 46	52,5	51,5	49	50,5	45,5	54,75	45	
Temperatura mais alta do PG (°C)	-	64	64	64	64	58	64	52	
Viscosidade	135 °C	≥274	401	397,5	372,5	356,25	295	370	235
Rotacional	150 °C	≥112	198	194	185,5	181,5	151,5	182,5	123
(cP)	177 °C	57 a 285	72,75	71,25	68,75	69,50	58,75	68	48,75
Ensaio Após RTFOT									
Penetração 0.1 mm (100g, 5s a 25°C)	-	39,2	54,2	43,3	44	51,2	51,80	79,8	
Ponto de Amolecimento (°C)	-	56	54,5	53,8	54,25	51,5	55,50	46,5	

Aumento do Ponto de Amolecimento (°C)	≤8	3,5	3	4,8	3,75	6	0,75	1,5	
Penetração Retida (%)	≥55	67,35	99,27	71,8	73,95	58,25	88,00	67,5	
Aging Index (AI)	-								
Viscosidade Rotacional (cP)	135 °C	-	557,50	553,75	513	496,25	446	563,75	388,75
	150 °C	-	269	264,5	251	240,50	219	268,5	191,5
	177 °C	-	94	91,75	86,5	85,25	79	98,25	70,75
Temperatura mais alta do PG (°C)	-	64	64	64	58	58	58	52	
Jnr 0.1 (1/kPa)	-	3,4	3,9	4,45	1,88	3,04	2,15	1,94	
Jnr 3.2 (1/kPa)	Tráfego padrão: ≤4,0	3,83	4,21	4,62	2,27	3,13	2,3	2,04	
Jnr diff (%)	≤75	12,68	8,01	3,9	20,91	3,19	6,63	4,98	
R 0.1 (%)	-	5,03	1,93	-1,16	9,34	-0,25	3,03	1,94	
R 3.2 (%)	-	0,37	0,27	0,19	1,5	0,61	0,9	1,16	

Na Tabela anterior pode-se perceber que o Ligante asfáltico virgem se apresentou de acordo com o esperado e todos os resultados permitem classifica-lo como Pen 50/70 ou PG 64-XX. Já para os ligantes modificados pelos agentes rejuvenescedores percebeu-se que apenas o ácido graxo ocasionou uma redução do PG antes do envelhecimento, entretanto todas as amostras reduziram o PG após o envelhecimento à curto prazo. O que indicaria a efetividade no rejuvenescimento do ligante quando envelhecido. Ao avaliar a viscosidade obtida, percebe-se que ambos os materiais atuaram reduzindo os valores quando comparados ao ligante virgem.

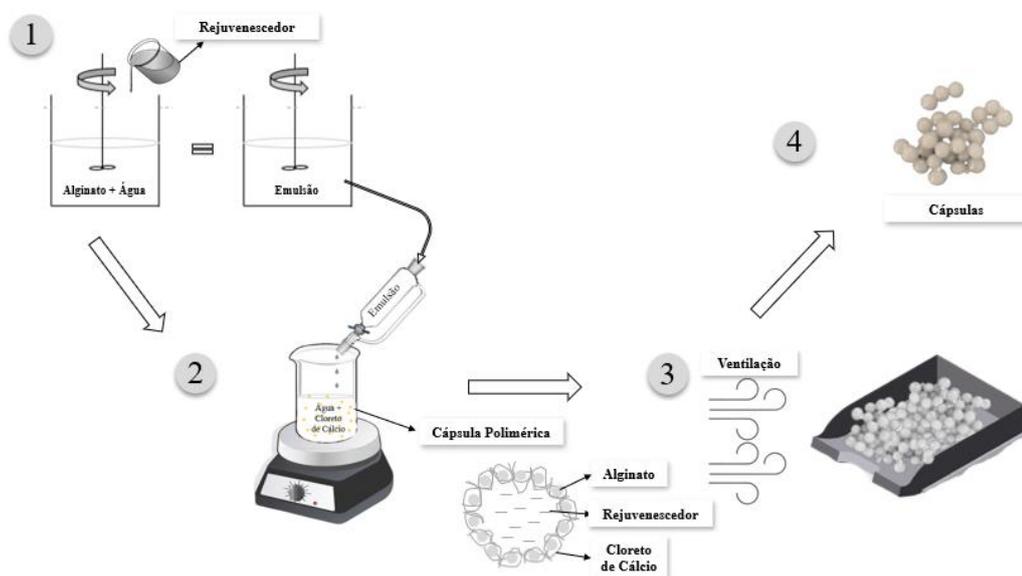
Neste contexto, pode-se verificar que o ácido graxo comprova seu potencial em ser utilizado como rejuvenescedor. Já a borra de soja, embora tenha apresentado resultados menos representativos, apresentou redução da viscosidade e do PG ao ligante envelhecido o que pode proporcionar a fluidez necessária ao ligante no entorno das cápsulas. Por isso, optou-se por seguir com a análise para ambos os materiais. Além disso, para fins de encapsulação, é necessária a avaliação da interação entre o material e a estrutura polimérica das cápsulas que pode proporcionar resultados benéficos.

3.2 MICROENCAPSULAÇÃO

As cápsulas foram confeccionadas com a adição da borra de soja e do ácido graxo da borra de soja. Para formar a estrutura que encapsula os rejuvenescedores, foram utilizados o sal aniônico alginato de sódio ($C_6H_7O_6Na$) e o cloreto de cálcio dihidratado ($CaCl_2 \cdot 2H_2O$) para o banho de coagulação. Ambos os reagentes foram adquiridos com a empresa Dinâmica Química Contemporânea LTDA, localizada em Recife, Pernambuco.

O encapsulamento realizado seguiu o procedimento de gelificação ionotrópica de alginato na presença de íons de cálcio e foi baseado na metodologia utilizada por Barros *et al.* (2022), diferindo apenas nos materiais utilizados como rejuvenescedores e na ordem de inserção dos materiais para formar a emulsão. Pois o ácido graxo quando adicionado diretamente em água, sem a presença anterior do Alginato de Sódio, se apresenta insolúvel. A Figura 34 resume o procedimento adotado. As cápsulas produzidas por Barros *et al.* (2022) foram confeccionadas com óleo de soja e óleo de soja residual e não apresentaram problemas semelhantes.

Figura 34. Fluxograma do processo de microencapsulação.



O procedimento de encapsulação seguiu as etapas descritas a seguir (Figura 38):

- Em um béquer com capacidade de 1000 ml, colocou-se água destilada à 20°C e o Alginato de Sódio foi adicionado em pequenas quantidades, essa solução foi agitada em um agitador de baixo cisalhamento à uma rotação de aproximadamente 500 rpm até sua completa homogeneização, por aproximadamente 10 minutos.
- Em seguida incorporou-se o rejuvenescedor aos poucos para garantir a homogeneização. As proporções utilizadas durante todo o procedimento estão descritas na Tabela 4. As misturas foram calculadas para fornecer uma solução final com 600 ml de volume, essa mistura foi agitada por aproximadamente 20 minutos, até que a emulsão se tornasse homogênea, à uma rotação de aproximadamente 500 rpm.

Tabela 4. Proporções utilizadas na formação das cápsulas.

Cápsula	Material	Proporção (r/a)	Rejuvenescedor (mL)	Água (mL)	Alginato de Sódio
C/BS _{0,1}	Borra de soja	0,1	55	545	15
C/BS _{0,2}	Borra de soja	0,2	100	500	15
C/AGS _{0,1}	Ácido graxo da borra de soja	0,1	55	545	15
C/AGS _{0,2}	Ácido graxo da borra de soja	0,2	100	500	15

- uma solução de cloreto de cálcio foi preparada, paralelamente, à concentração de 2%. Neste procedimento, dissolveu-se 15,9g do CaCl₂.2H₂O em 600mL de água destilada à 20°C para obter essa concentração.
- para formar as cápsulas, gotejou-se a emulsão por meio de seringas na solução de cloreto de cálcio. Durante o gotejamento, a solução foi agitada suavemente em um agitador magnético, de forma a mantê-la em rotação constante para evitar que as gotas de emulsão se acumulassem.

Figura 35. Etapas do procedimento de microencapsulação (a) reagentes; (b) adição do Alginato de sódio; (c) adição do rejuvenescedor; (d) Solução com cloreto de cálcio e (e) gotejamento.



Ao final da etapa de gotejamento da emulsão, as cápsulas foram lavadas em água destilada. A Figura 36 (a) apresenta as cápsulas contendo borra de soja em uma proporção (r/a) de 0,2 no estado úmido. Em seguida, as cápsulas foram expostas a uma corrente de ar durante aproximadamente 3 horas. É possível perceber que após secas as cápsulas apresentaram redução de volume (Figura 36 (b)), o que pode ser explicado pela evaporação da água, principalmente

nas cápsulas com borra de soja, pois esta apresentou um teor de umidade muito elevado em seu estado inicial (valor igual a 41,85%).

Figura 36 - Aspecto das cápsulas (a) úmidas e (b) após secagem.



As cápsulas secas foram armazenadas em recipientes fechados, mantidas resfriadas a temperaturas em torno de 8°C em um refrigerador comum. Após produzidas e confinadas nas condições supracitadas as cápsulas produzidas com Borra *in natura* apresentaram a presença de fungos após um período de aproximadamente dois meses após sua produção, após isso foram descartadas tornando-se este o prazo máximo de utilização para todas as cápsulas produzidas. As cápsulas com presença de ácido não apresentaram esta mesma situação até a data de encerramento deste trabalho. Esse comportamento condiz com a composição e o próprio processo de produção da borra que contém matéria orgânica não eliminada no processo de encapsulação.

3.3 DESEMPENHO DAS CÁPSULAS

3.3.1 Diâmetro das cápsulas

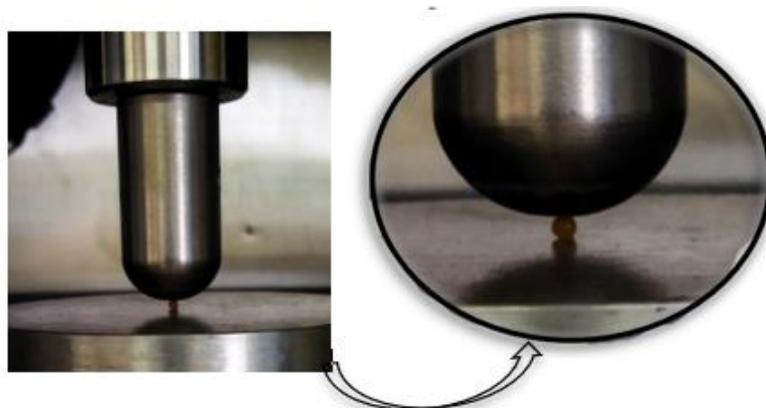
Os parâmetros geométricos das cápsulas foram determinados a partir de imagens obtidas por uma câmera digital de 24MP de resolução e processadas no software de código aberto *ImageJ*[®]. Para cada tipo de cápsula foram avaliadas 100 cápsulas. O software calcula a área de cada uma delas registrada na imagem. Para utilização do software utilizou-se a ferramenta de análise de partículas que permite a análise de todas as 100 amostras, para cada composição, de uma única vez, desde que as mesmas estejam distantes entre si na imagem, ajustando os pontos

e a área captada e aproximando seu formato ao de um círculo. Assim, utilizou-se a fórmula da área do círculo ($\pi D^2/4$) para obter o diâmetro equivalente, visto que o software fornece a área.

3.3.2 Resistência à compressão das cápsulas

A resistência à compressão das cápsulas foi medida seguindo a metodologia utilizada por Barros *et al.* (2022). Os resultados foram obtidos por meio do ensaio de compressão uniaxial. Para cada tipo de composição foram ensaiadas 15 cápsulas, à temperatura ambiente de aproximadamente 25 °C. A Universal Testing Machine-25 (UTM- 25) da marca IPC Global® foi utilizada para comprimir as cápsulas até a ruptura. Utilizou-se uma velocidade de 0,2 mm/min de deslocamento do atuador (Figura 37). O desenvolvimento da força de compressão foi registrado durante o ensaio e as respectivas deformações. Como critério de parada definiu-se um deslocamento do atuador igual a 50% do diâmetro equivalente médio de cada tipo de amostra em que as mesmas já apresentavam liberação de rejuvenescedor.

Figura 37. Teste de compressão das cápsulas.



3.4 DOSAGEM DAS MISTURAS ASFÁLTICAS

A dosagem da mistura asfáltica à quente foi realizada seguindo a metodologia SUPERPAVE, normatizada pela ASTM D6925: 2015. O nível de tráfego utilizado foi o médio a alto e o tamanho máximo nominal (TMN) foi 19,0mm.

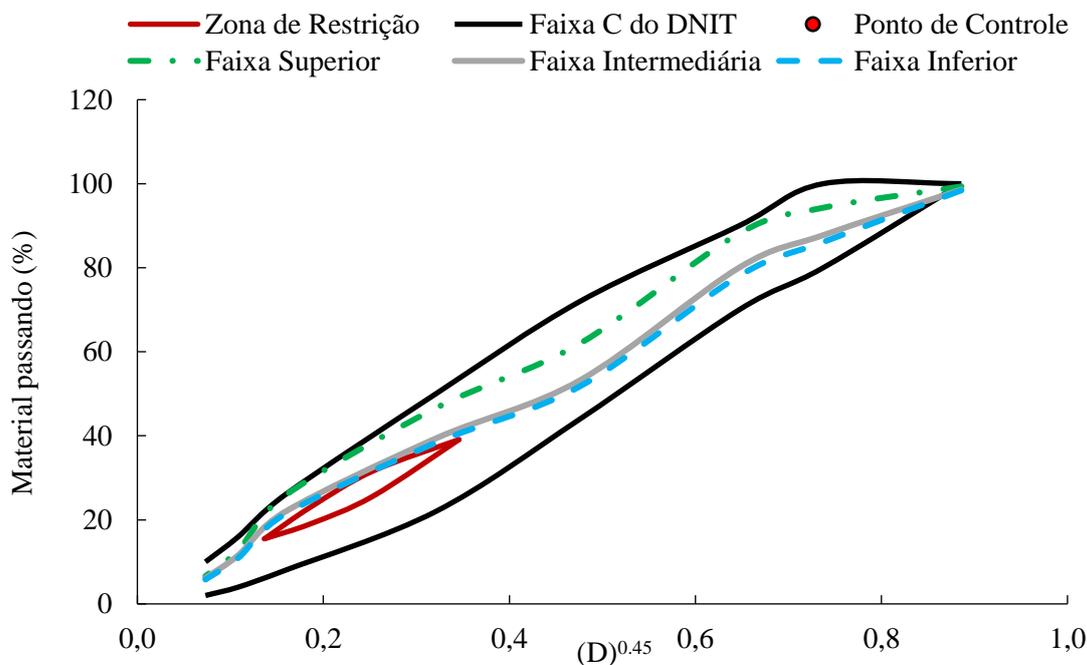
A primeira etapa da dosagem consistiu na escolha de três composições granulométricas distintas, que são estabelecidas pela ponderação da granulometria dos agregados em uma granulometria única. A escolha das proporções dos agregados foi feita de forma a adequar a

granulometria das misturas aos requisitos da metodologia SUPERPAVE e enquadrá-las aos limites estabelecidos para faixa C do DNIT 031/2006 – ES. As nomenclaturas utilizadas e as proporções finais obtidas para os agregados escolhidos em cada uma das três composições estudadas são apresentadas na Tabela 5. A Figura 38 apresenta graficamente as granulometrias encontradas e a Faixa C do DNIT para concretos asfálticos.

Tabela 5. Proporções de agregados para a mistura asfáltica convencional.

Nomenclatura	Brita 19,0 mm	Brita 12,5 mm	Pó de Pedra	Areia	Cal
Inferior (%)	19	30	4	45	2
Intermediária (%)	15	27	5	51	2
Superior (%)	7	25	10	56	2

Figura 38 - Curvas inferior, intermediária e superior, TMN = 19,0 mm



Após obtenção das três composições granulométricas adequadas aos requisitos da metodologia, prosseguiu-se para compactação de corpos de prova (CPs) com teor de ligante inicial estipulado em 5% em peso total da mistura asfáltica, para as três composições estudadas.

Os CPs foram compactados no Compactador Giratório SUPERPAVE (CGS) seguindo a norma ASTM D6925: 2015. Dois CPs foram moldados para cada curva e para cada um dos três esforços de compactação (número de giros) diferentes: $N_{inicial}$, $N_{projeto}$ e $N_{máximo}$. Para o nível de tráfego médio a alto, esses esforços são respectivamente 8 giros, 100 giros e 160 giros. O $N_{projeto}$ foi usado para selecionar o teor de ligante de projeto, enquanto o $N_{inicial}$ e $N_{máximo}$ foram

usados para avaliar a compactação da mistura. A Tabela 6 apresenta os parâmetros calculados para as três composições granulométricas avaliadas e apresenta as especificações de com acordo com o critério SUPERPAVE.

Tabela 6 - Parâmetros volumétricos das misturas com teor de ligante inicial.

Composição granulométrica	Teor de ligante (%)	%Gmm @Ninicial	%Gmm @Nprojeto	%Gmm @Nmáximo	VAM (%)	Vv (%)
Inferior	5	92,0	97,4	98,1	14,95	2,75
Intermediária	5	89,1	97,2	97,8	15,43	3,72
Superior	5	88,8	96,3	96,9	15,62	4,30
Critérios SUPERPAVE	-	<89%	96%	<98%	≥13	4%

A partir desses resultados foi possível concluir que a composição intermediária atendeu às exigências da dosagem e apresentou o volume de vazios (Vv) próximo de 4%. Dessa forma, escolheu-se trabalhar com essa composição para escolher o teor de ligante asfáltico de projeto.

Assim, após determinação da curva a ser utilizada para produção das misturas asfálticas, foi realizado o procedimento de teste dos teores de ligante para definição do teor ótimo de acordo com os critérios SUPERPAVE. Dois corpos de prova para cada teor (4,25%, 4,75%, 5,00%, 5,25% e 5,75%) foram compactados a fim de verificar qual desses teores apresenta parâmetros dentro dos critérios especificados. A Tabela 7 apresenta os parâmetros volumétricos para os teores de ligante testados, incluindo os resultados da relação ligante-vazios (RBV) e a relação pó/ligante asfáltico (P/A). Conforme os dados apresentados, o teor de projeto escolhido foi de 4,75% de ligante asfáltico para a mistura asfáltica de referência.

Tabela 7 - Resumo dos parâmetros volumétricos da mistura de projeto

Teor de ligante (%)	%Gmm @Nprojeto	VAM (%)	Vv (%)	RBV (%)	P/A (%)
4,25	92,13	18,68	5,87	77,66	0,87
4,75	96,95	15,47	4,05	74,46	1,15
5,00	97,17	15,43	3,72	74,47	1,11
5,25	97,69	15,38	2,31	74,54	1,10
5,75	97,91	15,65	2,09	75,05	1,01
Critérios SUPERPAVE	96%	≥13,00	4,00	65-75	0,6-1,2

3.5 ADIÇÃO DAS CÁPSULAS AS MISTURAS ASFÁLTICAS

A adição das cápsulas seguiu a metodologia proposta por Barros (2022) e Al-Mansoori *et al.* (2018) por utilizarem materiais de propriedades semelhantes. Assim, o teor de adição das cápsulas foi escolhido de forma a alcançar uma proporção de óleo entre 6% a 8% em peso de ligante asfáltico.

Barros (2022) baseou a escolha de seus teores de adição nas propriedades térmicas das cápsulas avaliando os resultados obtidos do ensaio de TGA e comparando estes aos obtidos por Al-Mansoori *et al.* (2018) que relacionaram o volume, a densidade e os resultados da TGA das cápsulas e de seus componentes para estimar a proporção entre polímero alginato-cálcio e de óleo que as compõem.

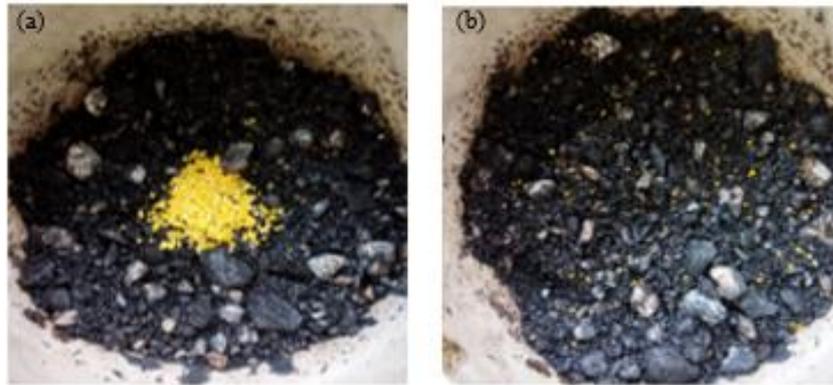
Logo, uma vez que as cápsulas confeccionadas nesta pesquisa seguiram as mesmas proporções propostas pelos autores, com materiais e procedimentos similares, e devido à limitação em medir a densidade dos materiais e analisar seu desempenho térmico, optou-se por assumir um teor de adição similar ao proposto pelos autores.

Os testes apresentados na Tabela 3 (Seção 3.1.1) apresentam que a adição de borra de soja, causou reduções na temperatura de PG de 64°C para 58°C PG e na viscosidade, principalmente, nas temperaturas mais baixas de ensaio. O ácido graxo causou diminuição da temperatura de PG de 64°C para 52°C e reduziu a viscosidade para valores que ficam fora dos padrões normativos, apresentando maior eficácia. Com isso, para a dosagem mais aproximada dessa proporção seriam necessários estudos a respeito da quantidade de óleo liberado para este tipo de cápsula, permitindo a determinação de uma zona de atuação mais representativa.

Diante disso, escolheu-se os teores de adição de 0,6% do peso total da mistura asfáltica mantendo a proporção aproximada de 7% de óleo em peso de ligante, tendo como base os estudos de Al-Mansoori *et al.* (2018). Esta proporção foi escolhida tendo em vista que o conteúdo de óleo adicionado deve ser liberado durante toda a vida útil de serviço e que o teor escolhido, embora liberado parcialmente, deve garantir o efeito rejuvenescedor quando ativado.

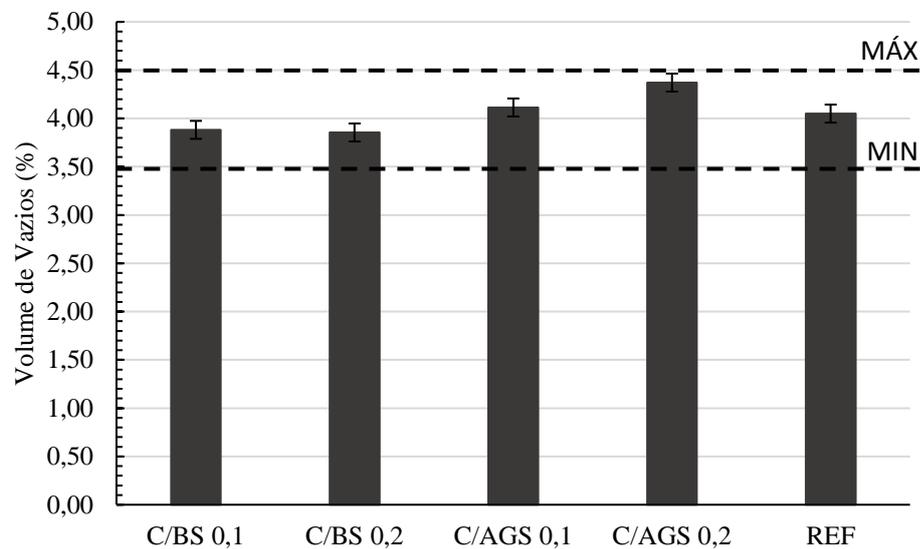
A incorporação das cápsulas à mistura asfáltica foi feita durante a usinagem, após a mistura dos agregados e do ligante asfáltico apresentarem aspecto homogêneo. As cápsulas foram adicionadas e misturadas manualmente até que se encontrassem distribuídas por toda a mistura asfáltica como representado na Figura 39.

Figura 39 - Adição das cápsulas à mistura asfáltica (a) e sua distribuição (b).



A adição das cápsulas à mistura asfáltica não alterou as propriedades volumétricas da mistura asfáltica, como demonstrado na Figura 40. Para todas as composições foram mantidas as especificações de $4 \pm 0,5\%$ de volume de vazios. Entretanto, as amostras contendo Ácido Graxo em sua composição elevaram o volume de vazios da mistura e as amostras contendo a Borra de Soja *in natura* reduziram esse resultado. Este fato pode sugerir liberação precoce de ácido graxo no processo de confecção, devido ruptura de algumas cápsulas, além de uma maior dificuldade de adequação das cápsulas deste tipo com a estrutura interna da mistura.

Figura 40. Volume de vazios das misturas estudadas.



3.6 EFEITOS DA ADIÇÃO DE CÁPSULAS NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS

Embora a adição de cápsulas, como as estudadas nesta pesquisa, proporcionem aumento da capacidade autorregenerativa das misturas asfálticas, para que estas possam ser utilizadas é necessário a avaliação de seus efeitos no desempenho mecânico das misturas. Para avaliar esse efeito foram realizados os ensaios de resistência à tração por compressão diametral, dano por umidade induzida, módulo de resiliência, resistência à deformação permanente e resistência à fadiga por compressão diametral.

3.6.1 Resistência à tração por compressão diametral

O ensaio de resistência à tração por compressão diametral (RT) das misturas asfálticas foi realizado seguindo a norma DNIT 136:2018. Durante este procedimento, duas forças diametralmente opostas são aplicadas a um corpo de prova cilíndrico, por meio de frisos metálicos que geram tensões de tração uniformes perpendicularmente ao seu diâmetro.

Uma prensa mecânica foi responsável por aplicar o carregamento estático crescente, à velocidade de deformação de $0,8 \pm 0,1$ mm/s. A leitura da carga de ruptura foi feita por meio de um anel dinamométrico acoplado à prensa. Foram realizadas três repetições para cada tipo de mistura asfáltica.

3.6.2 Dano por umidade induzida

O potencial de deslocamento da película de ligante asfáltico em misturas asfálticas sob a ação da água em ciclos de gelo e degelo é avaliado por meio do método de ensaio DNIT 180:2018. Este ensaio é um medidor de adesividade que considera o efeito deletério da água sobre propriedades de resistência mecânica da mistura asfáltica.

Seis corpos de prova de cada grupo de mistura asfáltica foram moldados no CGS, medindo 100mm de diâmetro e aproximadamente 68mm de altura. A norma DNIT 180:2018 preconiza que os corpos de prova apresentem volume de vazios de $7 \pm 0.5\%$ para esse ensaio.

Para alcançar esse volume de vazios, os CPs foram compactados aplicando-se apenas 30 giros, ao invés dos 100 giros de projeto.

Os CPs foram divididos em dois grupos de três CPs cada. O primeiro grupo passou por um processo de condicionamento por ciclos gelo-degelo e um segundo grupo que não foi condicionado. Ambos foram submetidos ao ensaio de resistência à tração por compressão diametral. A resistência à tração indireta do grupo condicionado foi referida como “ R_{Tc} ” enquanto a do grupo não-condicionado foi referida como “ R_{Tnc} ”. O resultado deste ensaio é dado pela Resistência Retida à Tração (RRT), calculada conforme a Equação 4.

$$RRT (\%) = \frac{R_{Tc}}{R_{Tnc}} \times 100 \quad \text{Equação (4)}$$

Onde:

- R_{Tc} = Resistência à tração indireta das amostras condicionadas (Mpa);
- R_{Tnc} = Resistência à tração indireta das amostras não-condicionadas (Mpa).

3.6.3 Módulo de resiliência (MR)

Para o estudo realizado nesta pesquisa a rigidez das misturas asfálticas foi medida a partir do módulo de resiliência, na configuração do ensaio de compressão diametral sob carga repetida, segundo a norma DNIT 135:2018. Foram moldados corpos de prova cilíndricos no CGS, com 100 mm de diâmetro e aproximadamente 64 mm de altura.

A carga foi aplicada no formato de onda *haversine*, no plano diametral vertical do corpo de prova, utilizando a UTM-25. A força máxima aplicada corresponde a 10% da força observada na ruptura pelo ensaio de tração por compressão diametral (RT). A frequência de carregamento utilizada é 1Hz, onde um ciclo corresponde a 0,1 s de aplicação da carga seguido de 0,9 s de repouso.

A carga aplicada gera uma tensão de tração transversal ao plano de aplicação, resultando em um deslocamento diametral recuperável na direção horizontal correspondente à tensão gerada. Para medição do deslocamento horizontal dos corpos de prova foram utilizados dois transdutores mecânicos-eletromagnéticos tipo LVDT (*Linear Variable Differential Transducer*) presos ao corpo de prova por alças de referência. Todos os ensaios foram

realizados à temperatura ambiente de 25°C e utilizou-se no mínimo cinco amostras de cada um dos grupos de mistura asfáltica analisados.

3.6.4 Resistência à deformação permanente

O ensaio uniaxial de carga repetida foi realizado para medir a resistência à deformação permanente das misturas asfálticas seguindo o método de ensaio DNIT 184:2018. Neste ensaio utilizou-se corpos de prova cilíndricos, três amostras de cada grupo, com altura de aproximadamente 150 mm e 100 mm de diâmetro moldados no CGS, com 7% de volume de vazios. Antes do ensaio, os CPs foram aquecidos em estufa a 60°C durante 3 horas.

O procedimento foi realizado usando a *Asphalt Mixture Performance Tester* (AMPT) da marca IPC Global®. Aplicou-se um carregamento uniaxial cíclico compressivo de 204 kPa no formato *haversine*, com 0,1 s de aplicação e 0,9 s de repouso. O critério de parada do ensaio foi o alcance de 7.200 ciclos de carregamento (2 horas de ensaio) ou uma deformação de 50.000 *microstrains*, na qual as amostras invariavelmente já atingiram a ruptura.

3.6.5 Vida de fadiga

Neste estudo a vida de fadiga foi analisada por meio do ensaio de fadiga por compressão diametral à tensão controlada seguindo o método de ensaio DNIT 183:2018. Nesta pesquisa, corpos de prova cilíndricos, compactados no CGS (100 mm de diâmetro e aproximadamente 64 mm de altura), foram submetidos à compressão diametral, que gerou um estado biaxial de tensão de tração perpendicular à direção da carga aplicada.

A aplicação da carga foi feita usando a UTM-25, na forma pulsos de carregamento *haversine* à frequência de 1 Hz, que compreende 0,1 s de aplicação seguido de 0,9 s de descanso. No decorrer do ensaio, a deformação devido à tração aumenta até provocar a ruptura do CP ao longo da parte central do plano diametral vertical.

A deformação dos CPs foi medida por meio do sensor de descolamento do atuador da UTM. Definiu-se como critério de parada do ensaio o descolamento final do atuador de 8 mm,

o qual garante a ruptura completa dos CPs. Para avaliar a vida de fadiga da mistura, registra-se o número ciclos de carregamento (N) que provoca a ruptura do CP, a cada nível de tensão. De acordo com a norma DNIT 183:2018, deve-se realizar o ensaio com quatro cargas diferentes, de forma a gerar quatro níveis de tensão cujos valores estejam entre 5% e 40% da resistência à tração indireta da mistura asfáltica. Nesta pesquisa, escolheu-se utilizar 32,5%; 35%; 37,5% e 40% da RT de cada uma das misturas estudadas. Para cada nível de tensão, foram ensaiados três CPs.

De acordo com Mocelin (2018) os ensaios de fadiga são tipicamente interpretados por meio de curvas que relacionam os níveis de tensão aplicados com o N das amostras, ajustadas por uma função exponencial, chamada de lei ou modelo de fadiga, também conhecidas como curvas de *Wöhler*.

Assim, determinados os N das amostras, plotou-se curvas desses valores versus a deformação de tração inicial (ϵ_i) e versus a diferença de tensões no centro da amostra ($\Delta\sigma$), em um gráfico log-log, para todos os níveis de tensão avaliados. Por meio de regressão linear, ajustou-se uma linha de tendência aos dados de cada mistura, a qual segue o modelo de previsão de fadiga de *Wöhler* (Equação 5 e Equação 6). De acordo com a norma do DNIT, essas regressões lineares devem apresentar R^2 mínimo de 0.8.

$$N = k_2 \left(\frac{1}{\epsilon_i} \right)^{n_2} \quad \text{Equação (5)}$$

$$N = k_3 \left(\frac{1}{\Delta\sigma} \right)^{n_3} \quad \text{Equação (6)}$$

Onde:

- N = número de ciclos de carregamento que leva a amostra à ruptura;
- ϵ_i = deformação resiliente inicial;
- $\Delta\sigma$ = diferença das tensões no centro do CP (MPa);
- k_i e n_i = constantes obtidas na regressão linear dos pares N;
- ϵ_i ou N e $\Delta\sigma$, características da mistura asfáltica estudada.

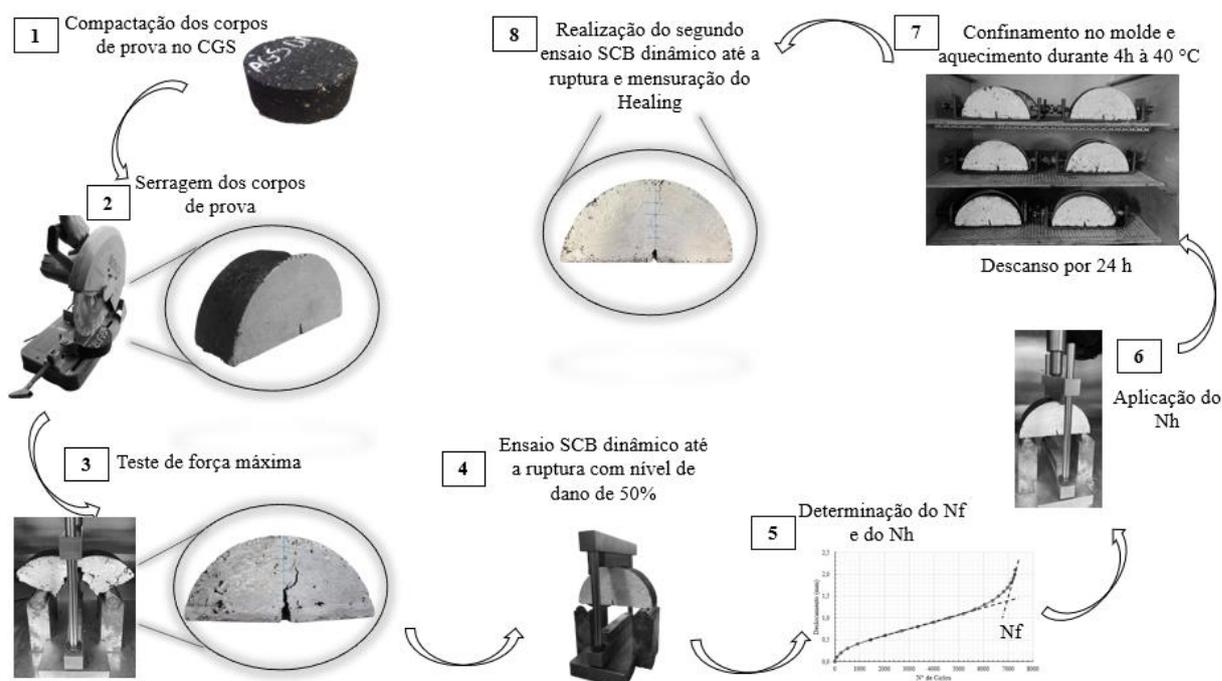
3.7 AUTORREGENERAÇÃO DAS MISTURAS ASFÁLTICAS

Para medição da autorregeneração das misturas estudadas, o método adotado consistiu em verificar a recuperação mecânica obtida após o corpo de prova ser submetido ao ensaio que leva a propagação de trincas, por duas vezes, separadas por um período de descanso pré-determinado.

Para isso a metodologia utilizada foi baseada no ensaio de SCB (Semi-circular Bending Test). Este procedimento foi utilizado em pesquisas recentes (NORAMBUENA-CONTRERAS; GARCIA, 2016; FAN *et al.*, 2018; RIARA *et al.* 2018; ZHU *et al.*, 2020; KARGARI *et al.* 2021) para medir a autorregeneração por proporcionar maior agilidade de execução e maior facilidade de obtenção dos corpos de prova com menor desperdício de materiais. Segundo Tabakovick *et al.* (2017) este fato torna seu procedimento menos oneroso quando comparado com outros métodos como o de Fadiga por flexão de três pontos. O procedimento adotado será descrito nos tópicos seguintes.

O fluxograma (Figura 45) apresenta um resumo das etapas adotadas para mensuração da autorregeneração das misturas estudadas nesta pesquisa.

Figura 41. Fluxograma ilustrativo para mensuração da autorregeneração.

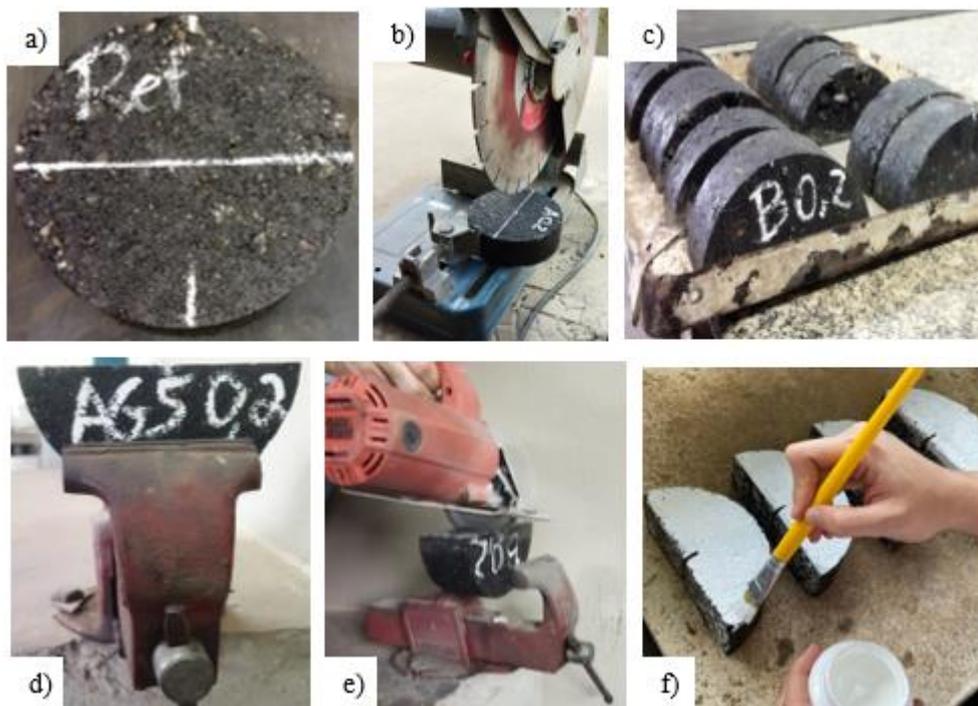


3.7.1 Confeção dos corpos de prova

A obtenção dos corpos de prova a serem utilizados nesta pesquisa seguiu a metodologia de Godoi (2017) para realização de ensaio do tipo SCB. Assim, os corpos de prova foram inicialmente compactados no CGS (Compactador Giratório Superpave), com geometria cilíndrica de 150 mm de diâmetro e foi fixada uma altura de 50 mm, como critério de parada, mantendo a proporção necessária para obtenção de 4% de volume de vazios.

Para produzir corpos de prova semicirculares, estes foram submetidos a serragem com utilização de uma serra de disco diamantado de corte seco. Foi feito o entalhe de 10 mm de espessura a fim de concentrar as tensões conduzindo a formação da trinca para esse ponto. Uma das faces foi pintada na cor branca, com tinta PVA, para facilitar a visualização das trincas formadas. O processo de obtenção está ilustrado na Figura 41 e 42.

Figura 42 - Processo de obtenção dos corpos de prova: corpo de prova compactado (a); serragem ao meio (b); corpo de prova semicircular (c); garra para suporte (d); entalhe (e) e pintura de uma das faces (f).



A geometria obtida após o processo anterior está descrita na Figura 45.

Figura 43. Geometria do corpo de prova obtido.

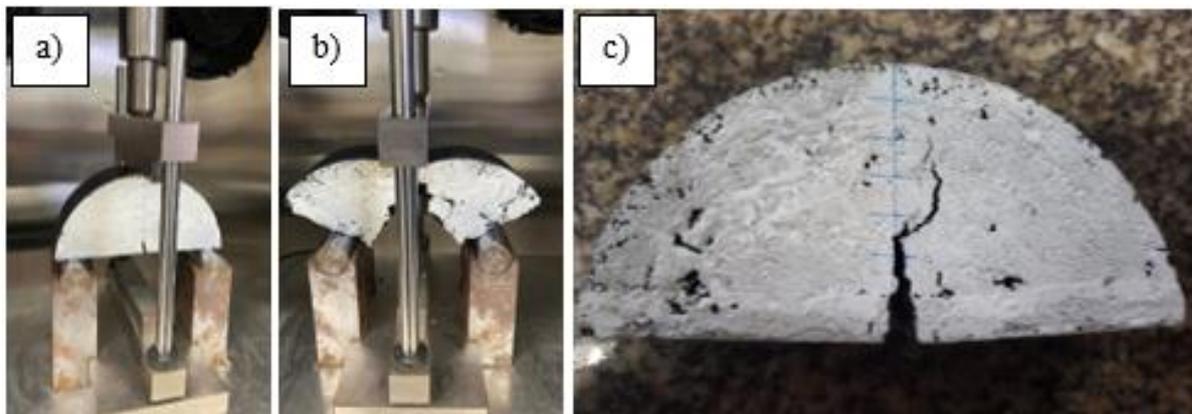


3.7.2 Protocolo 1: SCB Monotônico

Em um primeiro momento foi realizado o ensaio de SCB até a ruptura afim de obter a força máxima resistida por cada mistura asfáltica na configuração de ensaio desejada. Esta etapa se baseou na metodologia proposta por Jiang *et al.* (2019), que aplicou o ensaio de SCB monotônico para registrar medições de autorregeneração, a configuração de ensaio adotada foi de 50 mm/min, realizando três repetições para cada tipo de mistura. A máxima carga resistida (a carga de pico) foi nomeada de C_{\max} (kN) e o deslocamento máximo do atuador correspondente foi nomeado de D_{\max} (mm).

Para a realização do ensaio, utilizou-se um suporte típico para o ensaio de SCB, composto por dois roletes de aço e uma peça base para suporte dos roletes, com distanciamento de 120 mm entre o eixo dos mesmos. A UTM-25 foi utilizada para a aplicação do carregamento. A execução deste protocolo está descrita na Figura 43.

Figura 44. Execução do protocolo 1: teste de força (a); ruptura (b) e dano causado durante o procedimento de teste (c).



3.7.3 Protocolo 2: Ensaio SCB Dinâmico até a ruptura

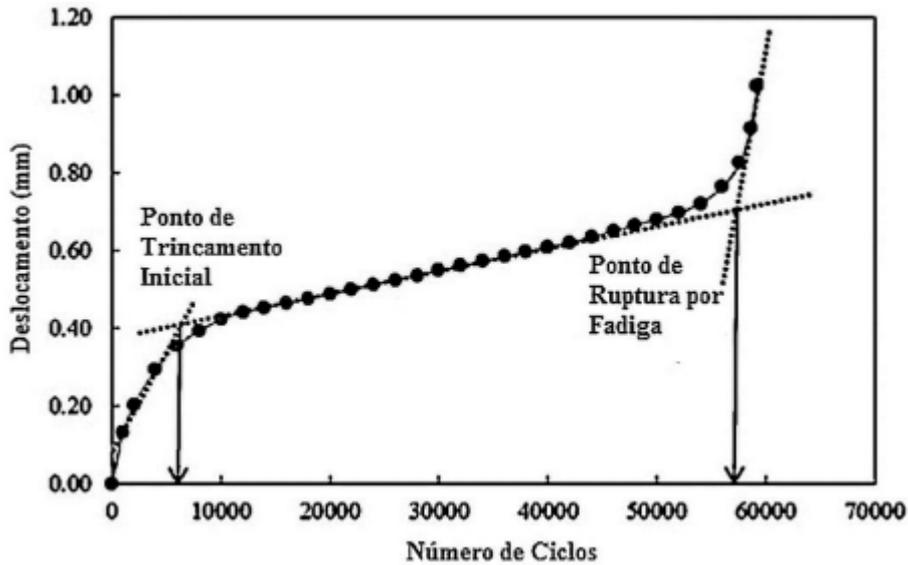
Este ensaio seguiu as metodologias propostas por Godoi (2017); Jiang *et al.* (2019) e Zhu *et al.* (2020), portanto, após execução do ensaio SCB monotônico, foi possível determinar a resistência máxima para cada tipo de mistura. Com isso, para execução do ensaio com carregamento dinâmico aplicou-se uma amplitude de carga nas amostras de 50% ($0,5 \times C_{\max}$) da resistência a tração, como proposto por Zhu *et al.* (2020). Como o ensaio não apresenta normatização, optou-se por níveis de dano mais elevados afim de acelerar o procedimento de teste e de avaliar sua influência na capacidade autorregenerativa das misturas estudadas.

Para cada nível de tensão, foram ensaiadas sob tensão controlada no mínimo três amostras, carregadas senoidalmente, com frequência de aplicação de carga de 10Hz durante o ensaio, o que equivale a, aproximadamente, um veículo a 80km/h. O critério para fim de ensaio foi a ruptura, determinado baseando-se no deslocamento máximo resultante do ensaio SCB estático. Utilizou-se o mesmo aparato aplicado ao ensaio estático.

Durante execução deste protocolo foram obtidas leituras que relacionam o número de ciclos e o deslocamento do atuador. A Figura 44 ilustra essa relação existente entre o deslocamento e o número de ciclos aplicados. Pode-se perceber que, sob carregamentos repetidos, o deslocamento aumenta rapidamente até o fim do primeiro estágio, resultando no início da fissuração e do surgimento de trincas (Ni). O segundo estágio mostra um aumento próximo a condição linear do deslocamento indicando que as microtrincas estão se desenvolvendo para macrotrincas, até a ruptura que é determinada em uma nova mudança de

inclinação da curva (Nf). Por fim, no início do terceiro estágio (após o Nf) o deslocamento aumenta rapidamente, representando a ruptura por fadiga da amostra (GODOI, 2017).

Figura 45. Curva de fadiga com ponto de trinca inicial e de ruptura por fadiga.



Fonte: GAO; LING, 2016.

Seguindo essa configuração o Nf foi determinado como o número de ciclos que promove a ruptura da amostra, considerando o deslocamento máximo do atuador no ensaio monotônico como critério de ruptura. Uma vez estimado o Nf foi possível identificar o número de ciclos responsável por 50% de aplicação de ciclos para manter a aplicação na zona inicial do trecho linear, nesta pesquisa, identificado como $N_{50\%}$. Com posse desse último valor seguiu-se para o estudo da autorregeneração das misturas asfálticas.

3.7.4 Protocolo 3: Ensaio SCB Dinâmico e mensuração da autorregeneração

Para esta etapa foi necessário identificar e aplicar uma parcela do $N_{50\%}$ em corpos de prova com a mesma configuração, já explicada anteriormente, utilizando o teste dinâmico de execução do SCB. A parcela do $N_{50\%}$ aplicada foi definida como Nh.

O objetivo de aplicar apenas uma parcela da quantidade de ciclos que leva as amostras à ruptura (Nh) é gerar trincas de menores dimensões nos corpos de prova. Pois, dessa maneira, as trincas podem ser mais facilmente fechadas pela autorregeneração das misturas asfálticas.

Isto é, manter o corpo de prova em uma região de microtrincas onde o processo de autorregeneração possui atuação significativa (BARROS *et al.*, 2022).

Para escolha do valor do Nh utilizado nesta pesquisa baseou-se em García *et al.* (2020) e Barros *et al.* (2022) que utilizaram procedimentos similares em materiais com características aproximadas. García *et al.* (2020) observaram que a autorregeneração é mais expressiva para Nh em torno de 30% a 40% do número de ciclos responsável por uma probabilidade de ruptura de 50%, independentemente da força máxima aplicada no ensaio. Portanto, nesta pesquisa utilizou-se 35% do N_{50%}, ou seja, $N_h = 0,35 \times N_{50\%}$. Embora os autores basearam sua leitura na construção de curvas de probabilidade, o teste realizado nesta pesquisa permite visualizar os estágios do trincamento e selecionar valores que estejam entre o início da fissuração e 50% do mecanismo, ou seja, valores distantes da região de trincamento responsável pela ruptura.

Após submetidas ao ensaio de SCB dinâmico com parada em Nh, as amostras foram condicionadas em um molde metálico e aquecidas por 5h (Zhu *et al.*, 2020) em 40 °C seguindo a metodologia proposta por Kargari *et al.* (2021) que avaliou a influência da temperatura na capacidade autorregenerativa e obteve que ao aumentar a temperatura de 25 °C, temperatura ambiente, para 40 °C a capacidade autorregenerativa da mistura asfáltica foi acrescida facilitando sua medição.

Após o aquecimento, as amostras foram submetidas a um período de descanso de 24 h, como proposto por Kargari *et al.* (2021) e posteriormente submetidas ao ensaio de SCB dinâmico novamente, levando o corpo de prova à ruptura nas mesmas condições do ensaio anterior, obtendo o Nf₂. O índice de autorregeneração das misturas asfálticas foi calculado por uma relação entre a resistência das amostras até a ruptura após o período de descanso (Nf₂) e a resistência obtida inicialmente para mistura asfáltica (Nf) utilizando a Equação abaixo.

$$\text{ÍNDICE DE AUTORREGENERAÇÃO (\%)} = \frac{Nf_2}{Nf} \times 100$$

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

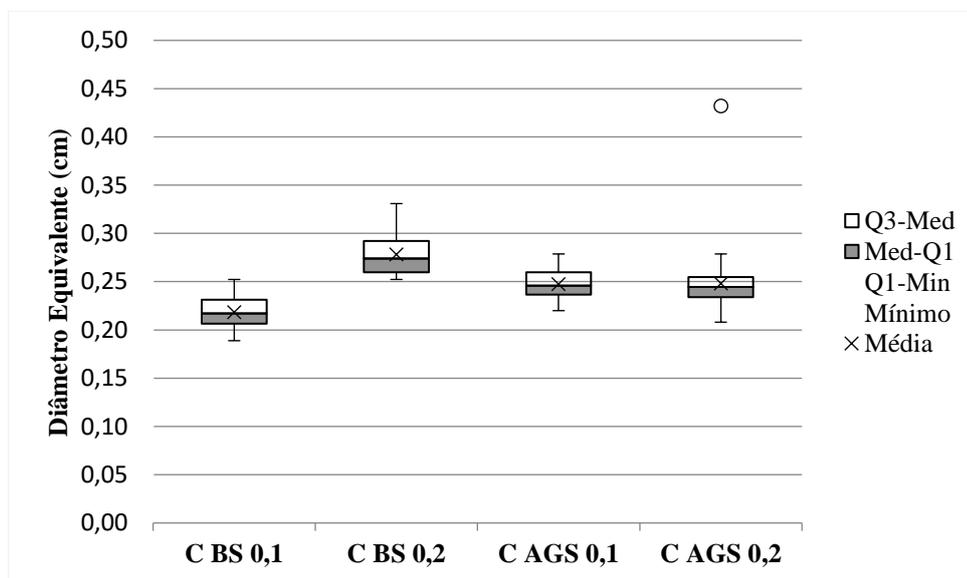
Neste capítulo são apresentados, analisados e discutidos os resultados obtidos após os procedimentos metodológicos descritos no tópico anterior. Para isso, este capítulo foi organizado seguindo três grupos principais: avaliação das propriedades das cápsulas, medições sobre o efeito de sua adição no desempenho mecânico da mistura asfáltica e, por fim, a medição da autorregeneração das misturas avaliadas no decorrer deste trabalho.

4.1 ANÁLISE DE DESEMPENHO DAS CÁPSULAS

4.1.1 Diâmetro equivalente das cápsulas

Na Figura 46 estão apresentados os diâmetros obtidos para os quatro tipos de cápsulas produzidas nesta pesquisa.

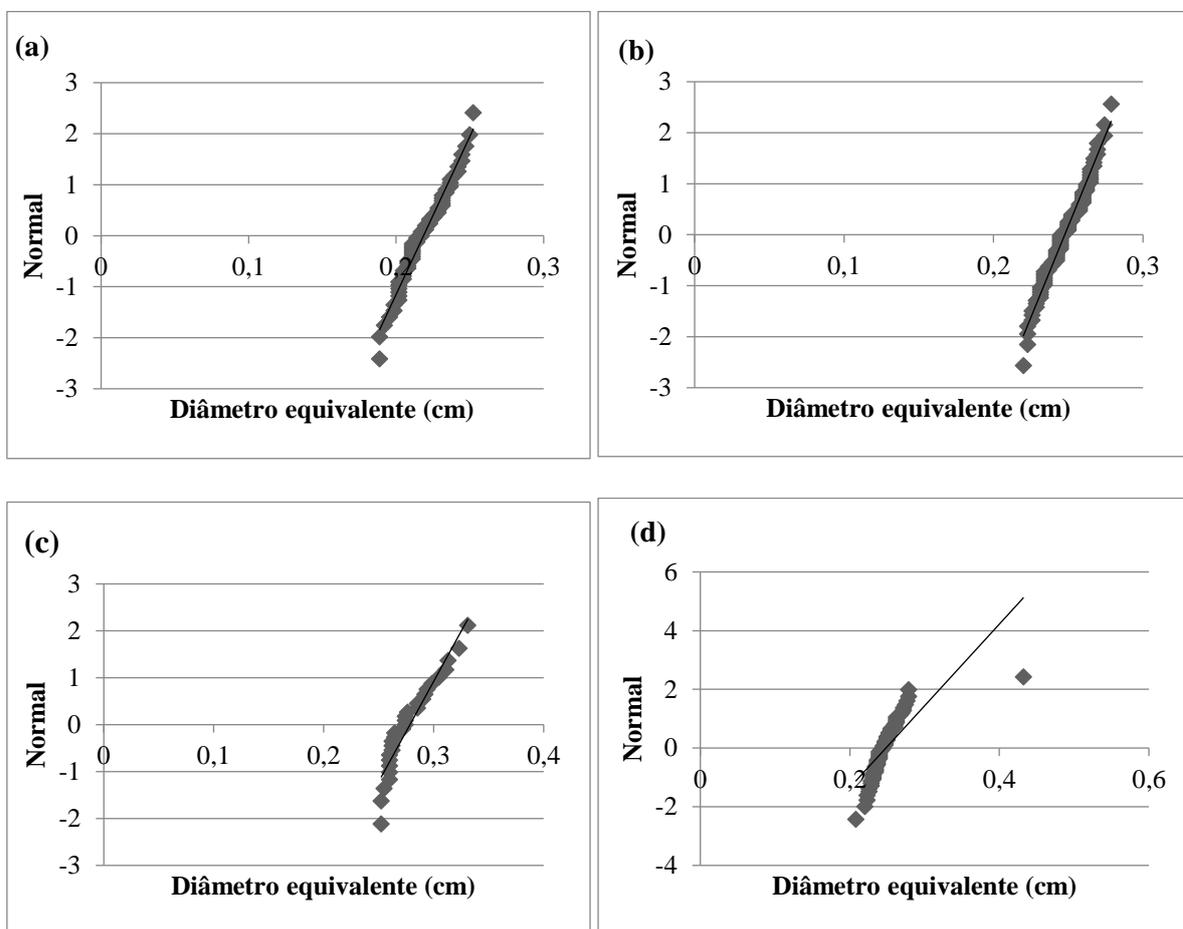
Figura 46. Diâmetro equivalente das cápsulas estudadas.



A Figura 46 mostra que as cápsulas apresentaram pouca dispersão em relação aos valores obtidos para o diâmetro por apresentarem valores pequenos de diferença entre os quartis. A amostra de C AGS 0,2 foi a única amostra que apresentou um “outlier”, ou seja, um valor discrepante dos demais obtidos.

A Figura 47 apresenta a análise feita sobre a normalidade dos dados obtidos para o diâmetro das cápsulas. Verifica-se que as amostras de C/BS 0,1 e C/AGS 0,1 apresentaram menor variação nos dados obtidos, o que condiz com os dados obtidos na análise anterior. Este fato indica que o aumento no teor de rejuvenescedor causa maior variação, em torno da média, no conteúdo de óleo no interior da cápsula após secagem. O comportamento está de acordo com o esperado, visto que as amostras com maiores teores de óleo apresentaram maior dificuldade de secagem e oleosidade ao toque, o que indica que o óleo adicionado não pode ser totalmente encapsulado pela casca de Alginato causando maiores dispersões no diâmetro obtido.

Figura 47. Análise de normalidade dos dados (QQ Norm): (a) C/ BS 0,1; (b) C/ AGS 0,1; (d) C/ BS 0,2 e (d) C/ AGS 0,2.



Os dados obtidos para o diâmetro equivalente médio das amostras foram de $2,19 \pm 0,002$; $2,78 \pm 0,004$; $2,48 \pm 0,001$ e $2,48 \pm 0,003$ respectivamente as amostras de C/BS_{0,1}; C/BS_{0,2}; C/AGS_{0,1} e C/AGS_{0,2}. Os resultados são condizentes com os obtidos por autores que trabalharam com materiais semelhantes. Ruiz-Riancho *et al.* (2021) obtiveram cápsulas de $3,14 \pm 0,01$ e $2,05 \pm 0,09$, Bao *et al.* (2021) obtiveram cápsulas de aproximadamente 2 mm após

secas e Barros *et al.* (2022) obtiveram valores de aproximadamente 3 mm com uso de óleos como rejuvenescedor.

Para avaliar se existem diferenças estatisticamente significantes entre os resultados obtidos para as amostras foi realizado um teste ANOVA de fator único, com significância de 5%. Esta aplicação indicou, que para os dois parâmetros de análise (p-valor = $1,78 \times 10^{-31}$ e $F_{\text{fisher}} = 2,64$), a hipótese nula foi rejeitada e aceita-se a alternativa de que existe diferença estatística entre os valores, este resultado está descrito na Tabela 8. A amostra com C/BS_{0,1} apresenta diâmetro inferior, enquanto a amostra com C/BS_{0,2} apresenta o maior resultado.

Tabela 8. ANOVA entre as variações de diâmetro.

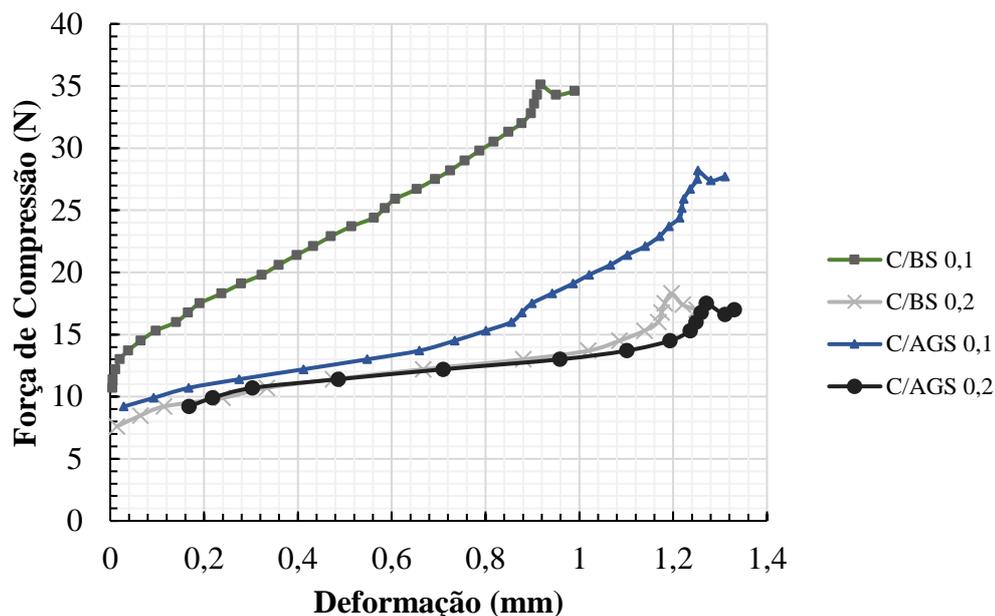
Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	p-valor	F _{crítico}
Entre grupos	0,0775	3	0,0258	66,11	$1,78 \times 10^{-31}$	2,64
Dentro dos grupos	0,0973	249	0,0004			
Total	0,1749	252				

4.1.2. Resistência à compressão das cápsulas

A Figura 48 apresenta o resultado dos dados de resistência à compressão das cápsulas por meio do gráfico de deformação (mm) medido pelo deslocamento do atuador e força de compressão (N) aplicada. As cápsulas apresentaram um comportamento crescente, próximo ao linear, até atingirem o pico de resistência que é seguido de queda em sua resistência até a interrupção do ensaio. Esse comportamento é característico da ruptura de materiais dúcteis. Após o pico, as deformações não são elásticas e a cápsulas rompem-se. Após essa zona de ruptura qualquer resistência residual pode também representar o contato do atuador com a base do equipamento não medindo mais a resistência da amostra.

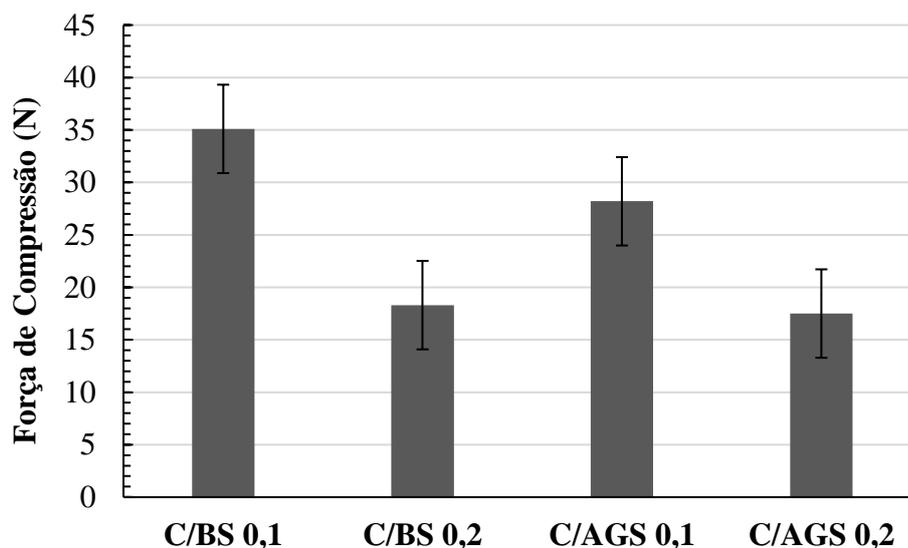
As forças máximas obtidas foram alcançadas para deformações compreendidas entre 0,9 mm e 1,3 mm.com a ruptura da amostra, em que a C/B0,1 atingiu o menor valor e a cápsula C/AGS 0,2 atingiu o valor mais elevado.

Figura 48. Resistência à compressão das cápsulas.



A resistência de pico das amostras foi avaliada e está representada com suas médias e desvios padrões na Figura 49. Nesta verifica-se que as amostras com maiores conteúdos de rejuvenescedor, em seu núcleo, apresentaram menor resistência média à compressão enquanto aquelas com conteúdo inferior apresentaram comportamento oposto.

Figura 49. Resistência de pico média para as cápsulas poliméricas.



Um teste-t par a par, com significância de 5%, foi realizado para identificar a amostra com maior valor estatisticamente significativo de resistência e a que apresentou menor desempenho. A amostra com C/BS 0,1 foi superior as demais do ponto vista estático. As

cápsulas de C/BS 0,2 e C/AGS 0,2 apresentaram o menor valor sem diferenças estatísticas que definam o menor desempenho entre as duas. A Tabela 8 apresenta o resumo dos testes realizados.

Tabela 9. Teste-t aplicado par a par para compressão das cápsulas.

Comparação	<i>p</i>-valor
C/BS _{0,1} - C/BS _{0,2}	3,29x10 ⁻⁰⁵
C/BS _{0,1} - C/AGS _{0,1}	0,0011
C/BS _{0,1} - C/AGS _{0,2}	2,74x10 ⁻⁰⁵
C/BS _{0,2} - C/AGS _{0,1}	0,0003
C/BS _{0,2} - C/AGS _{0,2}	0,3827
C/AGS _{0,1} - C/AGS _{0,2}	0,0002

Os resultados obtidos nesta pesquisa corroboram com estudos realizados anteriormente (MICAELO *et al.*, 2016; ZHANG *et al.*, 2019) em que maiores concentrações de rejuvenescedor implicam em menores resistências à compressão das cápsulas. Esta tendência foi justificada no estudo de densidade realizado por Al-mansoori *et al.* (2018) que observaram que à medida que se aumenta a quantidade de rejuvenescedor no interior da cápsula, a densidade da matriz polimérica obtida da reação Alginato/Cálcio diminui, ocasionando a perda de resistência.

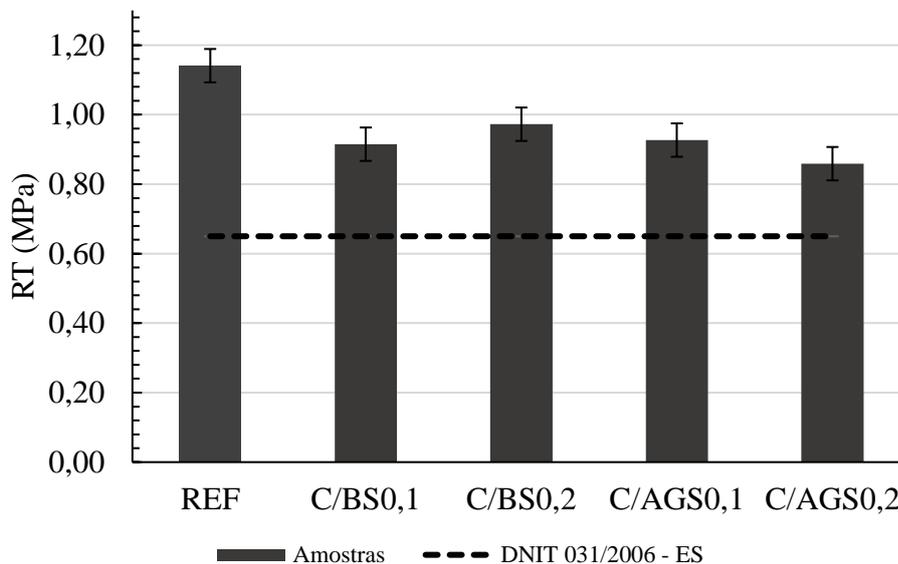
Garcia *et al.* (2010) ao avaliarem cápsulas poliméricas contendo rejuvenescedores em seu núcleo indicaram que a resistência à compressão mínima, requerida para que as cápsulas resistam aos esforços existentes durante os processos de usinagem e compactação, é de 10N. Portanto, todas as amostras apresentadas nesta pesquisa obedecem ao critério mínimo e resistiriam a esse processo.

3.8 DESEMPENHO MECÂNICO DA MISTURA ASFÁLTICA

3.8.1 Resistência à tração por compressão diametral

A Figura 50 apresenta os resultados médios e desvio padrão obtidos após execução do ensaio de resistência à tração por compressão diametral (RT) para todas as composições estudadas.

Figura 50. Dados de resistência à tração por compressão diametral.



A Figura 50 ilustra que todas as misturas avaliadas apresentaram valores superiores ao estabelecido como critério mínimo pela especificação de serviço para misturas asfálticas DNIT 031/2006 de 0,65 MPa. Entretanto, pode-se perceber que após adição das cápsulas a mistura apresentou redução de 20%, 15%, 19% e 25% nos valores colhidos para as amostras de C/BS_{0,1}; C/BS_{0,2}; C/AGS_{0,1} e C/AGS_{0,2}, respectivamente.

A redução nos resultados de RT é um comportamento previsto em literatura. Barros *et al.* (2022) afirmou que a menor resistência exibida pelos corpos de prova com cápsulas indica à maior deformabilidade destas em comparação à mistura asfáltica.

Além disso, Micaelo *et al.* (2016) afirma que a própria liberação prematura de rejuvenescedor presente no entorno da cápsula durante os processos de usinagem e compactação, assim como, a ruptura precoce de algumas cápsulas pode levar a reduções na resistência obtida. Os menores valores obtidos neste estudo foram das amostras com C/AGS_{0,2} que possuem maior teor de rejuvenescedor o que se justifica no abordado pelo autor.

Entre estes resultados, a amostra com C/BS_{0,1} apresentou valores diferentes do esperado visto que possui menor teor de rejuvenescedor em seu núcleo o que leva a menor liberação no entorno da cápsula. Entretanto, esse comportamento pode estar associado também a influência

das cápsulas esqueleto da mistura asfáltica, pois sua interação com o ligante asfáltico pode não ser tão resistente como a que se verifica entre agregados e o ligante asfáltico (BARROS *et al.*, 2022).

As cápsulas são adicionadas à mistura asfáltica como parte constituinte de seu esqueleto sólido, portanto, essa adição pode atuar gerando vazios em sua estrutura interna ou na interface entre as cápsulas e o ligante asfáltico. Além disso, sua resistência é inferior do que a do agregado o que pode gerar uma região de fragilidade e reduzir a resistência da mistura asfáltica ao ser solicitada.

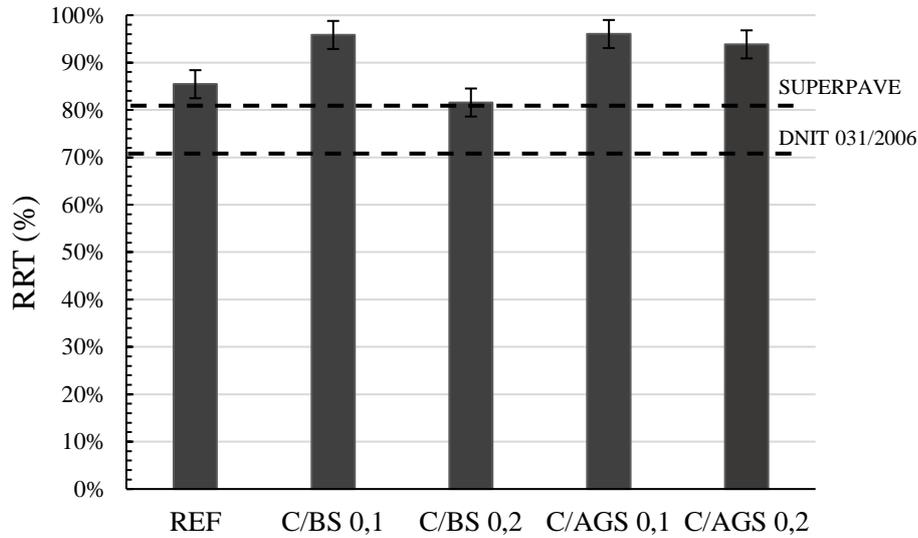
Um teste-t par a par com significância de 5% foi aplicado para avaliar se as diferenças obtidas entre as leituras de RT das amostras são estatisticamente significantes. As amostras com C/BS_{0,2} e C/AGS_{0,1} não apresentaram reduções significativas (*p*-valor 0,0502 e 0,0571) e comportamento oposto foi obtido para as amostras com C/BS_{0,1} e C/AGS_{0,2} (*p*-valor 0,0355 e 0,0063).

3.8.2 Dano por umidade induzida

A Figura 51 apresenta os valores médios da resistência à tração retida (RRT) para as misturas asfálticas com e sem adição de cápsulas em sua composição, além do desvio padrão em torno da média de cada amostra.

O valor mínimo de RRT exigido para a especificação brasileira de serviço DNIT 031/2006 é de 70%, valor atendido por todas as amostras com ou sem cápsulas. Para a metodologia SUPERPAVE, o valor mínimo de RRT sugerido é superior (80%) para que a susceptibilidade à umidade da mistura asfáltica seja considerada aceitável, todas as misturas também atingiram este critério.

Figura 51. Resultados para resistência à tração retida (RRT) das amostras.



As amostras com cápsulas de C/BS_{0,1}; C/AGS_{0,1} e C/AGS_{0,2} apresentaram melhoria na sensibilidade à umidade de 10,39%, 10,59% e 8,40%. Contrário aos resultados das demais amostras, as misturas com C/BS_{0,2} apresentaram reduções de 3,87%.

Para avaliar se as diferenças apresentadas em torno da média foram estatisticamente significativas foram realizados testes t par a par com significância de 5% comparando as amostras com cápsulas a amostra de referência. Os resultados obtidos apontaram que as interferências positivas nas misturas pelas cápsulas do tipo C/BS_{0,1}; C/AGS_{0,1} e C/AGS_{0,2} foram significativas com *p-valor* de 0,0002, 0,0002 e 0,0005, respectivamente. Assim como a redução apresentada nas misturas com cápsulas C/BS_{0,2} também foram significativas com *p-valor* de 0,0090.

Esta redução pode sugerir que as cápsulas do tipo C/BS_{0,2} tiveram maior dificuldade de adequação com a estrutura interna da mistura. Principalmente, ao considerar a menor quantidade de giros de compactação (visto que possuem o maior diâmetro entre as cápsulas estudadas). Este fato pode agir elevando a presença de vazios internos na interface de contato com a cápsula o que pode gerar maior susceptibilidade em contato com a água.

Estudos anteriormente realizados (AL-MANSSORI *et al.*, 2017; NORAMBUENA-CONTRERAS *et al.*, 2019) alcançaram resultados que mostraram interferência não relevante das cápsulas na sensibilidade à umidade da mistura asfáltica.

Entretanto, Barros *et al.* (2022) obteve que as cápsulas com teores mais elevados e contendo óleo residual apresentaram redução significativa. Este resultado converge em partes

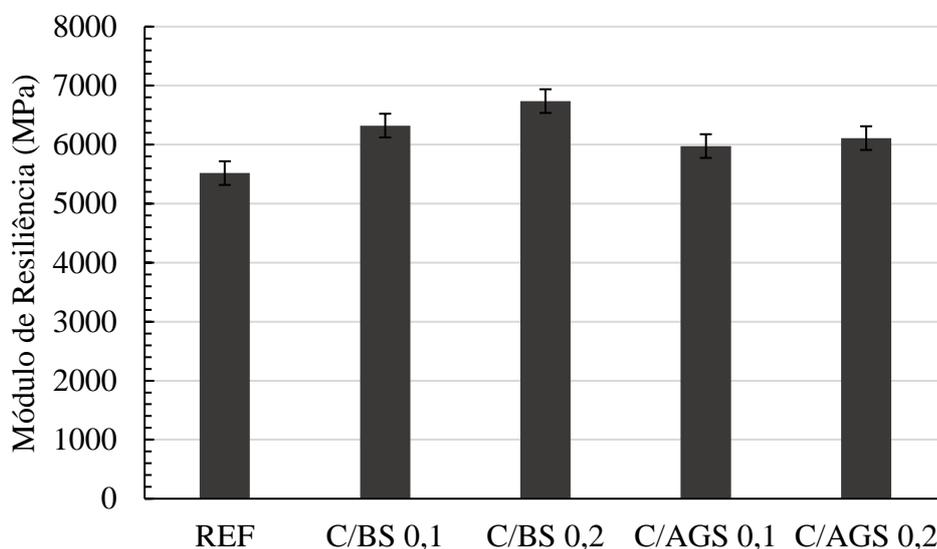
com o obtido nesta pesquisa, visto que ao comparar apenas as amostras com cápsulas os resultados obtidos apresentam diminuição à medida que se aumenta o conteúdo de rejuvenescedor no núcleo da matriz polimérica.

Esta tendência indica que com a menor quantidade de giros para confecção dos corpos de prova as amostras com cápsulas podem ter apresentado menor ruptura precoce durante a compactação, liberando menor quantidade de rejuvenescedor nesta fase e obtiveram maior facilidade de se adequar a estrutura interna da mistura gerando menor quantidade de vazios a serem preenchidos pela água. Essa tendência decai à medida que o teor de rejuvenescedor aumenta.

3.8.3 Módulo de Resiliência

A Figura 52 apresenta os resultados de módulo de resiliência (MR) para as misturas asfálticas com e sem adição de cápsulas e seus respectivos desvios-padrão.

Figura 52. Resultados para o MR das misturas avaliadas.



A adição de todos os tipos cápsulas estudadas elevou o módulo de resiliência da mistura de referência (sem cápsulas). Estas modificações foram de 14,59%; 22,11%; 8,30% e 10,75%, respectivamente à adição de cápsulas do tipo C/BS_{0,1}; C/BS_{0,2}; C/AGS_{0,1} e C/AGS_{0,2}. Tais diferenças foram confirmadas como estatisticamente significativas por meio de testes-t (com significância de 5%) realizados par a par, em que para todos os casos a hipótese nula de médias

iguais foi rejeitada e foram aceitas as hipóteses alternativas de que existem diferenças entre as médias. Pois, o *p*-valor obtido foi de 0,0006; 0,0001; 0,0049 e 0,0019, respectivamente.

Este aumento não condiz com o obtido por Al-Mansoori *et al.* (2017) e Barros *et al.* (2022). Os autores obtiveram que adição das cápsulas e sua ruptura precoce ainda durante a fase de confecção e compactação causou na mistura asfáltica reduções de MR que chegaram a cerca de 30%. Os autores também observaram que um maior teor de rejuvenescedor conduziu as maiores reduções. Neste estudo se observa uma tendência contrária em que a adição de rejuvenescedor em maiores teores no núcleo da cápsula acarretou em valores mais elevados de MR.

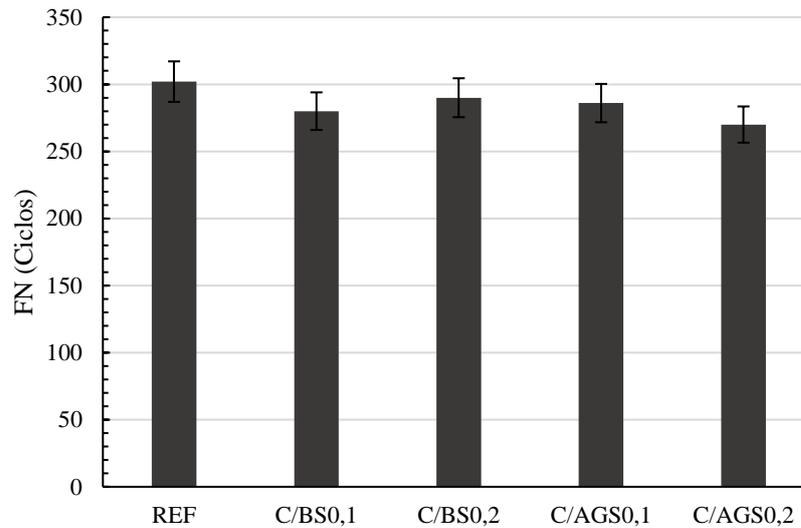
Entretanto, Norambuena-Contreras *et al.* (2019) obtiveram que as cápsulas não apresentaram interferência nos valores medidos em seu estudo e para temperaturas inferiores à 20°C elevaram os valores obtidos. Neste estudo, os valores obtidos indicam que a ruptura precoce existente na fase de compactação não ocasionou liberação suficiente para reduzir a rigidez da mistura e que a adição das cápsulas ao esqueleto sólido das misturas não causou efeito negativo em sua rigidez.

Além disso, as misturas compostas com cápsulas contendo Borra de Soja apresentaram valores superiores, comparadas as demais, o que condiz com o esperado pois estas apresentaram previamente reduções no volume de vazios da mistura asfáltica, enquanto as amostras com Ácido Graxo elevaram este valor, e maiores valores de resistência à compressão quando comparadas em teores de adição. Estes fatores podem levar ao aumento de rigidez.

3.8.4 Resistência à deformação permanente

A Figura 53 apresenta os resultados obtidos para a resistência a deformação permanente (*Flow Number – FN*) para as misturas asfálticas com e sem adição de cápsulas.

Figura 53. Resultados do Flow Number obtidos pelo ensaio uniaxial de carga repetida.



A Figura 53 ilustra que as misturas sem cápsulas apresentaram os maiores valores de resistência à deformação permanente. A redução dos valores médios das misturas com cápsulas em relação à mistura de referência foi de 7,28%; 3,97%; 5,30% e 10,60% respectivamente à adição de cápsulas do Tipo C/BS_{0,1}; C/BS_{0,2}; C/AGS_{0,1} e C/AGS_{0,2}. Essa redução foi comprovada por meio de testes-t par a par com significância de 5%, todas as reduções se mostraram estatisticamente significativas com *p-valor* de 0,0002; 0,0018; 0,0006 e 0,00004, respectivamente.

Embora as misturas com cápsulas apresentem redução nos resultados obtidos, é possível perceber que as mesmas se mantêm próximas em valores e que os resultados não sugerem grandes alterações de desempenho, todas as amostras estão dentro da taxa de variação determinada pelo desvio padrão que foi obtido em aproximadamente 5% para todas as misturas. Esse comportamento é ainda mais expressivo ao se avaliar apenas as composições com cápsulas.

A redução obtida na resistência das misturas à deformação permanente pode estar associada a presença das cápsulas no esqueleto sólido da mistura. Uma vez que a cápsula apresenta menor rigidez que o agregado pétreo e pode levar a reduções de desempenho ao serem solicitadas (AL-MANSOORI et al, 2017).

Os resultados obtidos estão de acordo com o esperado ao avaliar a reologia do ligante asfáltico (seção 2.1.1) que indicou que a liberação de rejuvenescedor em contato com o ligante de seu entorno podem gerar reduções na resistência à deformação permanente. Os dados de Jnr

a 3,2 kPa dos ligantes asfálticos utilizados na produção dessas misturas asfálticas foi de 3,83 kPa⁻¹, os ligantes modificados com 1%, 3% e 5% de AGS (Ácido Graxo) apresentaram valores superiores de Jnr, da ordem de 4,62 kPa⁻¹; 8,5 kPa⁻¹ e 14,7 kPa⁻¹ respectivamente. Já os ligantes modificados com 1% de BS (Borra de Soja) apresentaram valores superiores de Jnr, da ordem de 4,21 kPa⁻¹ e aqueles modificados com 3% e 5% de BS apresentaram redução alcançando valores de 2,27 kPa⁻¹ e 2,30 kPa⁻¹.

Os resultados reológicos indicam que uma vez liberado o rejuvenescedor, no entorno das cápsulas, o ligante pode apresentar comportamento de acordo com o obtido em que o aumento de teor de ácido graxo no interior da cápsula levou a maior liberação e consequentemente maiores reduções no FN. Por outro lado, o aumento no teor de Borra de soja no conteúdo das cápsulas levou a valores mais aproximados da mistura sem cápsula, elevando sua resistência.

Em estudo anterior Nascimento (2008), aponta que para misturas asfálticas densas dosadas para suportar tráfego médio (3×10^6 a 1×10^7 ESALs) o FN mínimo obtido deve ser de 300 ciclos e 750 ciclos para misturas destinadas ao tráfego pesado (1×10^7 a 3×10^7 ESALs). Com base nesses valores apenas as misturas sem cápsulas atingem a especificação para suportar tráfego médio, apresentando valor próximo ao especificado pelo autor, embora o ligante utilizado atenda aos critérios SUPERPAVE de utilização para o uso em tráfego médio.

Entretanto, Barros et al. (2022) obtiveram resultados semelhantes uma vez que a incorporação de cápsulas levou a reduções mais expressivas nos valores de FN, alcançando redução máxima de aproximadamente 36% para seu maior teor de rejuvenescedor.

3.8.5 Vida de Fadiga

A Figura 54 e Figura 55 exibem os resultados obtidos no ensaio de fadiga por compressão diametral à tensão controlada em um diagrama log-log de $N \times \Delta\sigma$ e $N \times \epsilon_i$, respectivamente. Nesses diagramas também são apresentadas as linhas de tendência logarítmicas que foram ajustadas aos resultados (curvas de Wöhler), as quais representam o modelo de fadiga das misturas asfálticas.

Figura 54. Número de ciclos até a ruptura *versus* diferença de tensões no centro da amostra.

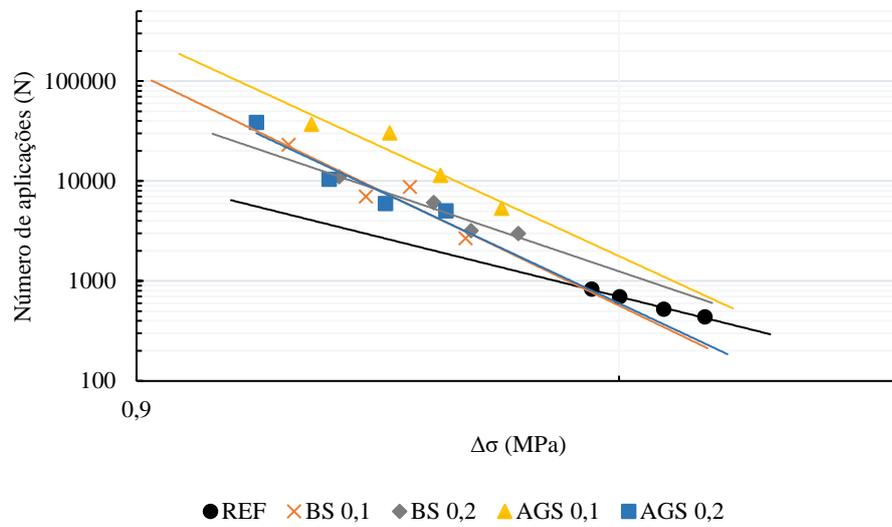
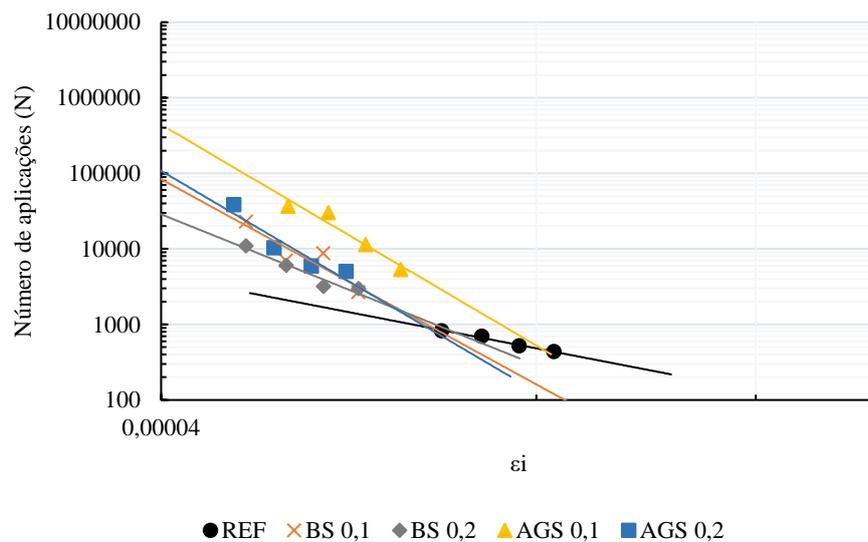


Figura 55. Número de ciclos até a ruptura *versus* deformação resiliente inicial.



A partir das curvas e das equações das linhas de tendência, obteve-se os parâmetros K_2 e n_2 e K_3 e n_3 , como definidos na seção 3.6.5, bem como seus R^2 , conforme apresentados na Tabela 9. Pode-se verificar que os modelos de fadiga para a mistura com cápsulas Tipo C/AGS_{0,1} apresentaram os menores valores de R^2 e a mistura sem cápsulas (REF) apresentou os melhores valores, mais próximo de 1. Entretanto, todas atingem a especificação mínima do DNIT 183/2018, que indica um R^2 mínimo de 0,8.

Tabela 10. Resumo das características das curvas de vida de fadiga das misturas.

Mistura Asfáltica	Equação	R ²	Coeficientes	
REF	$N \times \Delta\sigma$	0,9942	k_2	n_2
	$7267 * \left(\frac{1}{\Delta\sigma}\right)^{3,986}$		7267	3,986
	$N \times \varepsilon_i$	0,9852	k_3	n_3
	$4x10^{-11} * \left(\frac{1}{\varepsilon_i}\right)^{3,185}$		$4x10^{-11}$	3,185
C/BS _{0,1}	$N \times \Delta\sigma$	0,9349	k_2	n_2
	$53164 * \left(\frac{1}{\Delta\sigma}\right)^{7,719}$		53164	7,719
	$N \times \varepsilon_i$	0,8858	k_3	n_3
	$2x10^{-35} * \left(\frac{1}{\varepsilon_i}\right)^{9,022}$		$2x10^{-35}$	9,022
C/BS _{0,2}	$N \times \Delta\sigma$	0,9704	k_2	n_2
	$30319 * \left(\frac{1}{\Delta\sigma}\right)^{5,424}$		30319	5,424
	$N \times \varepsilon_i$	0,9759	k_3	n_3
	$2x10^{-25} * \left(\frac{1}{\varepsilon_i}\right)^{6,631}$		$2x10^{-25}$	6,631
C/AGS _{0,1}	$N \times \Delta\sigma$	0,8036	k_2	n_2
	$135271 * \left(\frac{1}{\Delta\sigma}\right)^{7,37}$		135271	7,370
	$N \times \varepsilon_i$	0,8533	k_3	n_3
	$9x10^{-38} * \left(\frac{1}{\varepsilon_i}\right)^{9,711}$		$9x10^{-38}$	9,711
C/AGS _{0,2}	$N \times \Delta\sigma$	0,9543	k_2	n_2
	$49711 * \left(\frac{1}{\Delta\sigma}\right)^{7,516}$		49711	7,516
	$N \times \varepsilon_i$	0,9396	k_3	n_3
	$2x10^{-38} * \left(\frac{1}{\varepsilon_i}\right)^{9,714}$		$2x10^{-38}$	9,714

O valor de n_2 , que indica a inclinação das linhas na Figura 54 ($N \times \Delta\sigma$), cresceu na sequência: Referência; C/BS_{0,2}; C/AGS_{0,1}; C/AGS_{0,2} e C/BS_{0,1}. Quanto maior o valor de n_2 , maior a sensibilidade das misturas à variação de diferença de tensões.

No nível baixo de diferença de tensões (até 1,0 MPa), as misturas com cápsulas do Tipo C/BS_{0,1} C/AGS_{0,1} e C/AGS_{0,2} apresentaram maior resistência à fadiga, e a alto nível de diferença de tensão (superior à 2,0 MPa) a mistura sem cápsulas passa a ter o melhor desempenho contínuo. Os valores limites para os níveis de tensão foram considerados de acordo com Morilha Júnior (2004). Observa-se ainda que as amostras C/BS_{0,2} só apresentam desempenho superior que as demais em níveis de tensões elevados.

Este resultado indica que as misturas com cápsulas Tipo C/BS_{0,1} C/AGS_{0,1} e C/AGS_{0,2} são mais eficientes em retardar o aparecimento de trincas, porém, uma vez que elas surgem, as misturas sem cápsulas (REF) e com cápsulas Tipo C/BS_{0,2} se mostram mais capazes de evitar sua propagação. Pois, as primeiras apresentam melhor desempenho das curvas de tendência nos trechos iniciais (com menores variações de tensões e onde surgem as fissuras iniciais) e as segundas se sobressaem uma vez que as tensões aumentam e as primeiras fissuras se propagam para levar a amostra a ruptura.

Este resultado condiz com o obtido por Barros *et al.* (2022) em que misturas com cápsulas apresentaram valores superiores aos baixos níveis de tensões e as misturas com cápsulas apresentaram desempenho superior com altos níveis de tensões.

O valor de n_3 , que indica a inclinação das linhas de tendência na Figura 55 ($N \times \epsilon_i$) cresceu na sequência: Referência; C/BS_{0,2}; C/BS_{0,1}; C/AGS_{0,1} e C/AGS_{0,2}. Quanto maior o valor de n_3 , maior a sensibilidade das misturas à variação de deformação, assim as misturas com cápsulas apresentaram maior sensibilidade, mantendo o comportamento apresentado anteriormente.

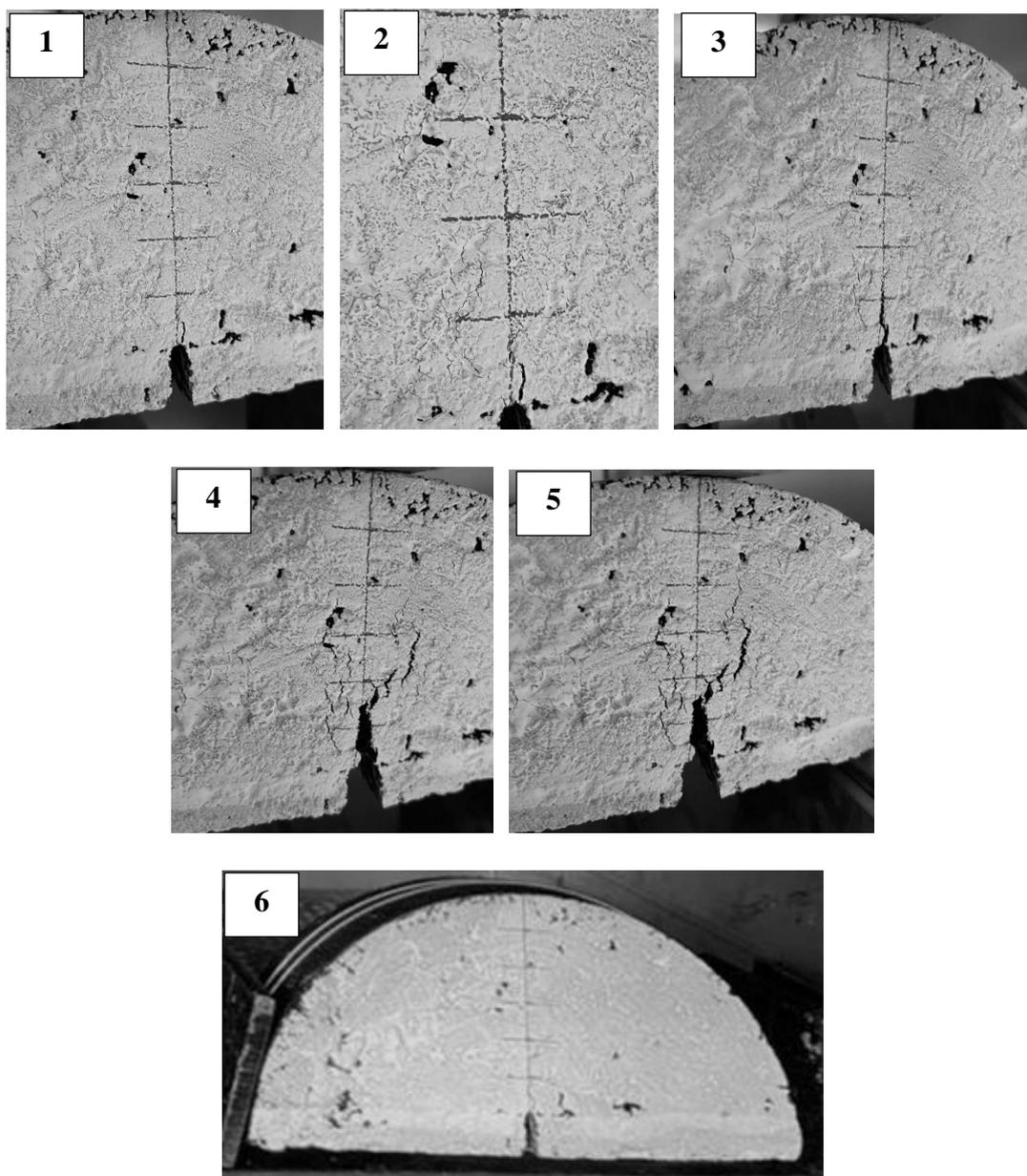
A deformação resiliente inicial da mistura é inversamente proporcional ao seu módulo de resiliência. Ao analisar esses resultados por trechos das curvas de Wöhler, pode-se perceber que, para deformações resilientes baixas, as misturas com cápsulas do Tipo C/BS_{0,1}; C/AGS_{0,1} e C/AGS_{0,2} apresentaram melhor desempenho, comportamento semelhante ao apresentado na Figura 54. No entanto, com o aumento das deformações resilientes, a mistura sem cápsulas (REF), seguida da mistura com cápsulas Tipo C/AGS_{0,1}, tendem a suportar o maior número de aplicações de carga (N). Este resultado corrobora com os resultados obtidos para o MR em que essas misturas possuem os menores valores dentre as misturas estudadas.

3.9 MEDIÇÃO DA AUTORREGENERAÇÃO

4.3.1 Protocolo 1: SCB Estático

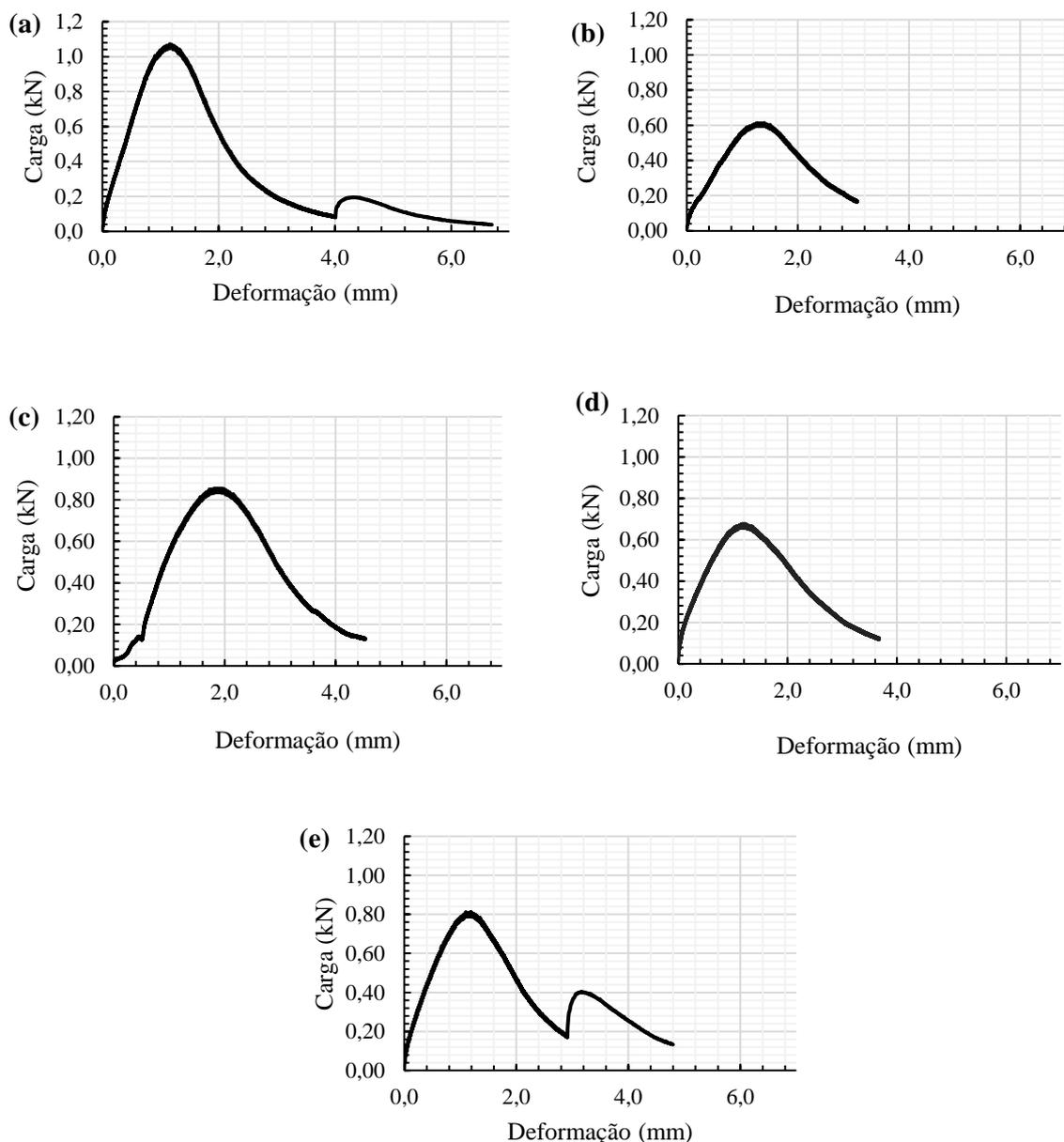
A Figura 56 apresenta um exemplo para o surgimento da trinca (os cinco primeiros estágios) seguido do processo de recuperação (representado na imagem 6) durante execução desta etapa que submeteu a amostra a um maior nível de dano.

Figura 56. Processo de surgimento e reparação da trinca.



A Figura 57 apresenta os resultados obtidos para o teste SCB realizado com carregamento monotônico para obter a carga máxima resistida por cada mistura estudada.

Figura 57. Curvas tensão \times deformação obtidas do ensaio de SCB Estático para as misturas: sem cápsulas - REF (a); com cápsulas do tipo C/BS_{0,1} (b); C/BS_{0,2} (c); C/AGS_{0,1} (d); C/AGS_{0,2} (e).



É possível perceber que o resultado obtido para a mistura de referência apresenta o maior valor obtido seguida pelas misturas com cápsulas do tipo C/BS_{0,2}; C/AGS_{0,2}; C/AGS_{0,1}; C/BS_{0,1}. Este resultado condiz com o obtido para o RT em que a mistura sem cápsulas apresentou o maior valor obtido.

O mesmo ensaio também foi aplicado por Zhu *et al.* (2020) os autores utilizaram o ensaio de SCB para avaliar a capacidade autorregenerativa das misturas variando o tipo de ligante utilizado em sua composição. Os resultados obtidos pelos autores apresentam ordem de grandeza (aproximadamente 0,6 kN) semelhante ao obtido neste estudo que fortalece o modelo de execução deste ensaio para este fim.

A Tabela 10 apresenta um resumo dos valores obtidos para a carga máxima resistida e o deslocamento máximo correspondente.

Tabela 11. Resumo dos resultados máximos obtidos para o SCB Monotônico.

Amostra	Tensão de Pico (kN)	Deslocamento (mm)
REF	1,12	1,2
C/BS _{0,1}	0,61	1,4
C/BS _{0,2}	0,86	1,9
C/AGS _{0,1}	0,68	1,2
C/AGS _{0,2}	0,82	1,2

Para verificar se as diferenças obtidas são estatisticamente significativas foram realizados testes t par a par com significância de 5%. As amostras apresentaram diferença estatística ao serem comparadas com a mistura de Referência pois apresentaram *p-valor* de 0,0071; 0,0428; 0,0110 e 0,0307 respectivamente para as amostras com C/BS_{0,1}; C/BS_{0,2}; C/AGS_{0,1} e C/AGS_{0,2}.

As reduções obtidas com a adição das cápsulas podem ser explicadas pela liberação prematura de rejuvenescedor em seu entorno e também na interferência das cápsulas em seu esqueleto pétreo, as cápsulas podem gerar regiões de fragilidade em que a trinca possui maior facilidade de percorrer.

Os menores valores de resistência obtidos foram para as cápsulas com menor teor de rejuvenescedor, essa tendência pode indicar que a liberação de rejuvenescedor em maior quantidade pode elevar a rigidez da amostra, este resultado condiz com o obtido em ensaios de MR em que as amostras mais rígidas foram aquelas com maior conteúdo de rejuvenescedor.

Para Godoi (2017) pode-se considerar que o principal mecanismo que causa a variação no formato das curvas de uma mistura para outra pode ser atribuído ao tamanho da zona de processo de fratura. O tamanho desta zona da curva em que ocorre a formação de microtrincas, é uma característica do próprio material de composição e está relacionada a heterogeneidade na sua microestrutura (tamanho máximo, forma e distribuição dos agregados, propriedades do

ligante, assim como a interferência de outros materiais adicionados). Deste modo, o tamanho da zona de fratura é correlacionado à fragilidade da composição e governa o comportamento de fratura. Conforme a zona cresce, a curva se expande, refletindo-se no aumento da energia de fratura.

Neste contexto, as misturas com maior conteúdo de rejuvenescedor (C/BS_{0,2} e C/AGS_{0,2}) e a mistura sem cápsulas (REF) apresentaram visualmente um comportamento mais frágil e rígido. Percebe-se que as amostras rapidamente atingem o seu pico de carga e, da mesma forma, descrevem uma queda brusca entre este pico e a ruptura dos CPs. Assim, a propagação do dano apresenta-se de forma mais concentrada e abrupta entre o instante que o corpo de prova atinge sua capacidade máxima de resistir as solicitações e a ruptura.

Já as misturas com cápsulas Tipo C/BS_{0,1} e C/AGS_{0,1} apresentaram um comportamento mais dúctil, com picos de carga menores e caimento mais suave do trecho pós-pico quando comparadas às anteriores, em especial a mistura com cápsulas Tipo C/BS_{0,1} que apresentou maior suavidade no decaimento da tensão de pico, associado aos menores valores de resistência obtidos.

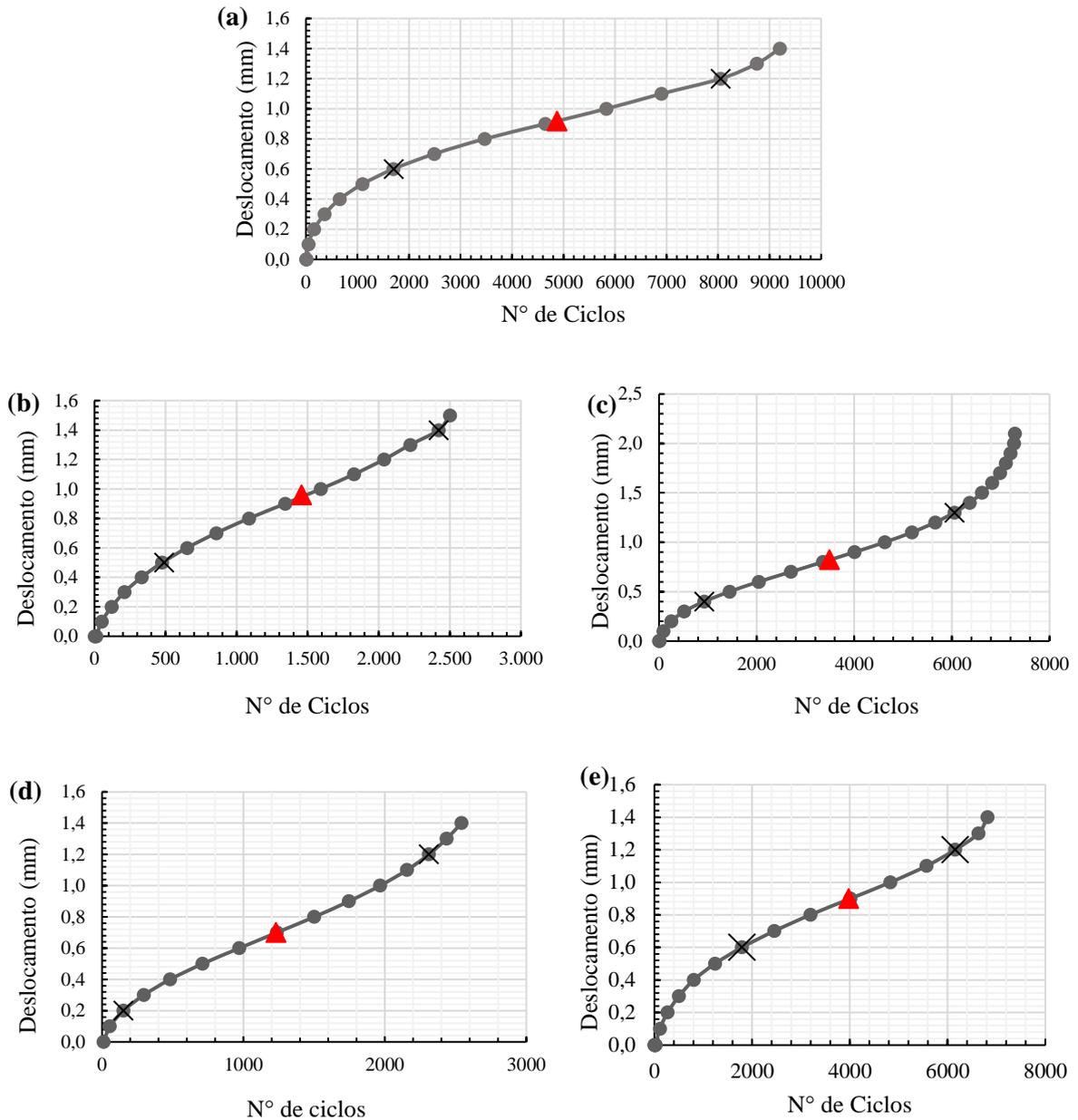
4.3.2 Protocolo 2: Ensaio SCB Dinâmico até a ruptura

A Figura 58 apresenta os resultados obtidos para o teste SCB com carregamento dinâmico para obter a carga correspondente aos 50% (simbolizado pelo triângulo em vermelho) da quantidade de ciclos que leva a ruptura e determinar os 35% responsáveis por permitir que a zona de ruptura ocupe uma área inicial do surgimento da fissuração, o correspondente a formação das microtrincas.

Com a Figura 58 é possível perceber que as curvas obtidas nesta fase apresentam o comportamento característico esperado em que visualmente pode-se identificar as três fases do mecanismo de fissuração, representado pela mudança de comportamento das curvas. A primeira fase em que o deslocamento aumenta rapidamente até o momento em que a trinca começa a se propagar. O segundo trecho em que a curva passa a apresentar um comportamento linear, no qual as microtrincas evoluem para a formação de macrotrincas de maneira constante. Por fim,

o último trecho em que a parábola apresenta concavidade para cima e que se caracteriza pelo rápido crescimento do deslocamento, este ponto representa a ruptura por fadiga da amostra.

Figura 58. Resultados obtidos a partir do ensaio de SCB dinâmico nas amostras: Sem cápsulas - REF (a); com cápsulas do tipo C/BS_{0,1} (b); C/BS_{0,2} (c); C/AGS_{0,1} (d); C/AGS_{0,2} (e).



A Tabela 11 apresenta um resumo dos resultados obtidos com o ensaio e a representação do $N_{50\%}$ e do N_h representado pela obtenção dos 35% do $N_{50\%}$. É possível perceber com Figura 60 e a Tabela 11 que as misturas com maiores ciclos de aplicação de carga foram aquelas que se apresentaram mais resistentes no teste anterior (REF, C/BS_{0,2} e C/AGS_{0,2}) as misturas com C/BS_{0,1} e C/AGS_{0,1} alcançaram deformações maiores com menores números de aplicação de ciclo.

Entretanto, o comportamento se aproxima do obtido anteriormente em que as curvas com C/BS_{0,1} e C/AGS_{0,1} apresentam maior suavidade ao mudar de concavidade. Ao avaliar o primeiro trecho, as curvas apresentadas pelas misturas REF, C/BS_{0,2} e C/AGS_{0,2} apresentaram maior resistência ao início do trincamento e ao atingirem a ruptura, apresentam maior suscetibilidade a propagação da fissura levando a ruptura total.

Tabela 12. Parâmetros obtidos com aplicação do Protocolo 2.

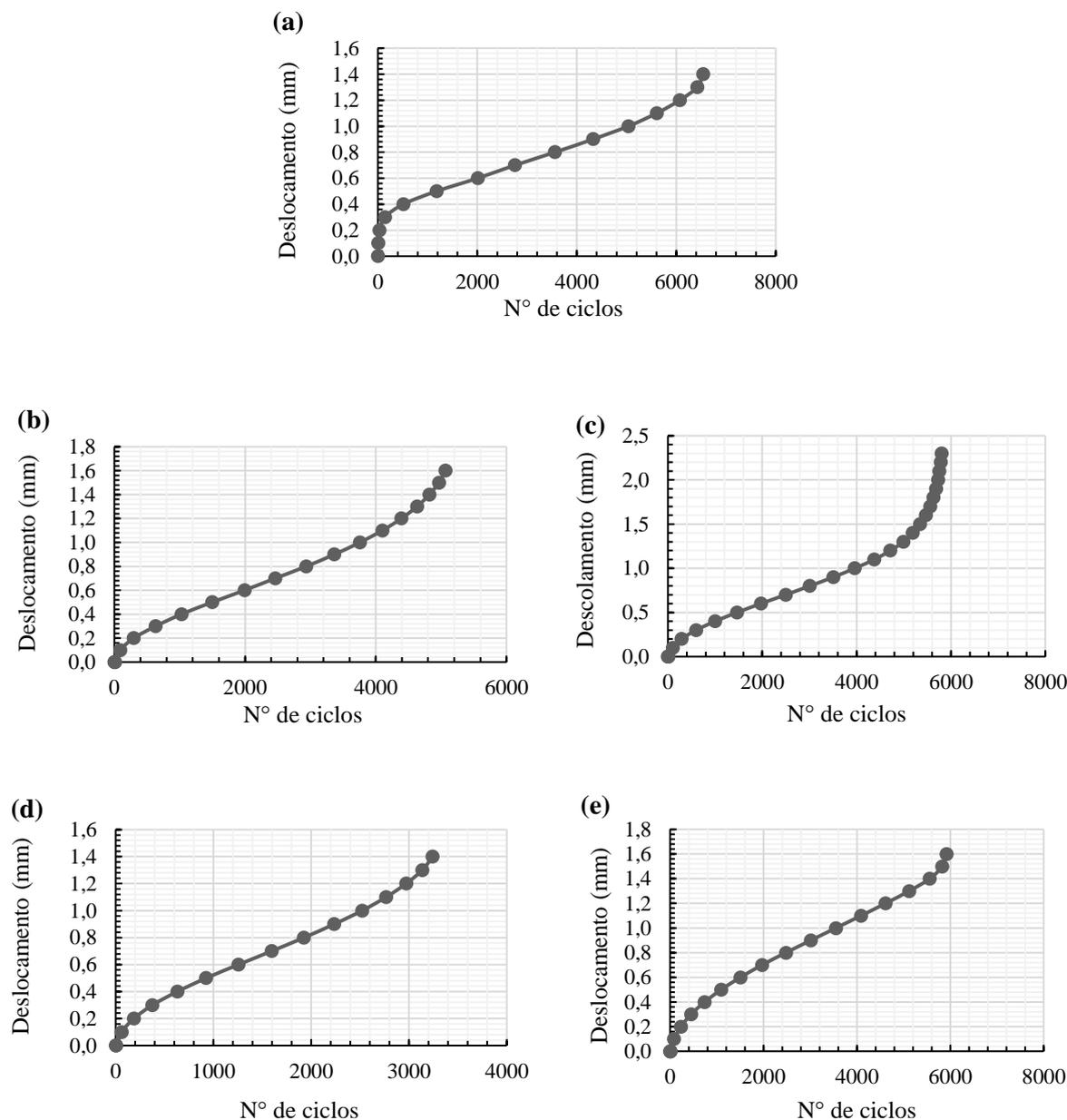
Amostra	N_{50%}	N_h
REF	4875	1706
C/BS _{0,1}	1455	510
C/BS _{0,2}	3488,5	1221
C/AGS _{0,1}	1231	431
C/AGS _{0,2}	3973,5	1391

4.3.2 Protocolo 3: Determinação dos níveis de autorregeneração

A Figura 59 apresenta os valores as curvas obtidas para as amostras após aplicação do Protocolo 3 (Seção 3.7.4) com utilização do ensaio de SCB Dinâmico.

Pode-se perceber na Figura 59 que as amostras continuaram a apresentar o comportamento padrão com definição clara dos três trechos de propagação da fissura. Um dos pontos principais de divergência, está na primeira zona, antes do início do trincamento, uma vez que os corpos de prova já tinham sido submetidos ao dano antes do ensaio todas as amostras apresentaram o primeiro trecho mais curto, ou seja, o início da propagação de fissuras menores ocorre mais rápido. Este comportamento pode ser observado pela menor quantidade de pontos no início da curva, uma vez que o segundo trecho se inicia com menores leituras do atuador.

Figura 59. Resultados obtidos a partir da repetição de SCB dinâmico após aplicação de repouso nas amostras: Sem cápsulas - REF (a); com cápsulas do tipo C/BS0,1 (b); C/BS0,2 (c); C/AGS0,1 (d); C/AGS0,2 (e).

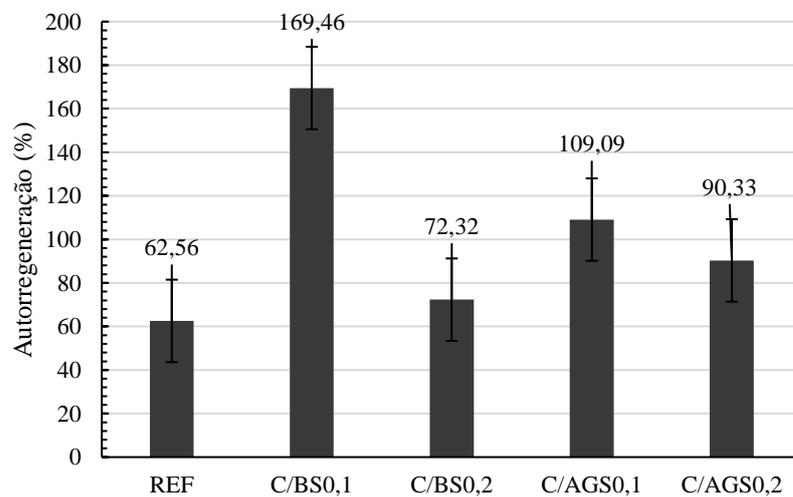


A Tabela 12 mostra os resultados de N_f e N_{f2} obtidos com execução do protocolo 2 e 3, respectivamente, e a Figura 60 apresenta a medição realizada de autorregeneração com base na equação (seção 3.7.4). Para todas as amostras o Número de Ciclos responsável pela ruptura foi obtido com base no último ponto pertencente ao trecho dois da curva cujo comportamento é linear (GODOI, 2017).

Tabela 13. Resultados colhido para o ponto de ruptura das amostras.

Amostra	Nf	Nr
REF	8050	5036
C/BS _{0,1}	2420	4101
C/BS _{0,2}	6051	4376
C/AGS _{0,1}	2311	2521
C/AGS _{0,2}	6156	5561

Figura 60. Níveis de autorregeneração para as amostras sem e com cápsulas.



De maneira geral, é possível observar que as misturas com cápsulas apresentaram maiores níveis de autorregeneração do que as misturas sem cápsulas, superando o efeito causado pela capacidade de regeneração do próprio ligante. Destaque pode ser dado aos resultados da mistura contendo cápsulas Tipo C/BS_{0,1}. Portanto, comprova-se que os agentes rejuvenescedores são liberados das cápsulas e difundidos na mistura após a primeira aplicação de dano na região inicial da fissuração.

Esses resultados foram avaliados por meio de testes-t par a par com significância de 5%, as amostras Tipo C/BS_{0,1}, C/AGS_{0,1} e C/AGS_{0,2} apresentaram variações significativas estatisticamente com *p-valor* de $1,26 \times 10^{-05}$; 0,0003 e 0,0024, respectivamente. Já a amostra Tipo C/BS_{0,2} não apresentou alteração significativa com *p-valor* de 0,0751.

É possível perceber que as cápsulas com menor teor de rejuvenescedor apresentaram maior percentual de regeneração. Segundo Norambuena-Contreras *et al.* (2019, esse

comportamento pode ser explicado pelo fato de que as cápsulas possuem diâmetro inferior e foram adicionadas em teores fixos. Com isso, há uma maior quantidade de cápsulas C/BS_{0,1} C/AGS_{0,1} na mistura, o que aumenta a probabilidade de ruptura de cápsulas durante o ensaio assim como pode gerar uma melhor dispersão no interior da mistura.

Para este estudo não foi feita variação de períodos de descanso, aplicou-se em todas as amostras 24 horas, mas os resultados obtidos para as amostras com C/BS_{0,1} e C/AGS_{0,1} apresentaram valores superiores a 100% o que condiz com o obtido por Barros *et al.* (2022) para amostras de óleo de soja considerando períodos de descanso superiores de 48 e 72 horas.

Zhu *et al.* (2020) afirmam que os valores superiores a 100% podem ser justificados pois as misturas asfálticas em sua fase de produção apresentam microfissuras e micro vazios (chamados de micro danos), com aplicação do aquecimento em estufa, ativação das cápsulas e período de repouso, essas microfissuras, assim como os micro vazios, também são curados o que leva a maior resistência que o estágio inicial. Outra hipótese levantada pelos autores é a de que o processo de aceleração da autorregeneração impõe a mistura um envelhecimento e esse processo pode elevar sua rigidez, resultando também em percentuais maiores de resistência.

Neste estudo não foram avaliados períodos superiores de descanso, pois a aplicação de períodos de descanso maiores significa maiores períodos de interrupção do tráfego na rodovia. No entanto, os níveis obtidos nesta pesquisa promoveram percentuais satisfatórios de autorregeneração com menor tempo de descanso. Além disso, cabe ressaltar que o material utilizado como rejuvenescedor é um material residual com baixo valor econômico agregado e difícil disposição final por possuir potencial de contaminação elevado.

O Quadro 7 apresenta um resumo dos resultados desempenhados pelas misturas estudadas no decorrer desta pesquisa.

Quadro 7. Resumo dos resultados obtidos.

Ensaio aplicado	C/BS _{0,1}	C/BS _{0,2}	C/AGS _{0,1}	C/AGS _{0,2}
Resistência à tração por compressão diametral		X		
Dano por umidade induzida			X	
Módulo de resiliência		X		
Resistência à deformação permanente		X		
Vida de fadiga			X	

SCB Estático		X		
Medição da autorregeneração	X			

X – Representa o melhor desempenho.

Embora as cápsulas Tipo C/BS_{0,2} tenham apresentado os melhores desempenhos não atende o requisito mínimo de promover alterações significativas na autorregeneração para ser utilizada para este fim. Assim, para este fim, as cápsulas contendo C/BS_{0,1} são as mais indicadas por promoverem aumento na regeneração sem apresentar danos significativos no desempenho mecânico da mistura asfáltica.

4 CONCLUSÕES E SUGESTÕES

Nesta seção serão apresentadas as conclusões obtidas por meio das análises desenvolvidas nessa pesquisa, assim como sugestões para estudos futuros envolvendo o mesmo objeto de estudo.

4.1 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Os resultados obtidos a partir da avaliação física e reológica do ligante, com a presença do rejuvenescedor, apontaram o efeito rejuvenescedor da borra de soja e do ácido graxo da borra do óleo de soja. Ambos apresentaram redução de viscosidade o que corrobora com sua utilização para fins de promover a autorregeneração. A borra do óleo de soja apresentou umidade elevada e ao ser adicionada em teores maiores apresentou oxidação mais rápida do ligante.

As misturas asfálticas com presença de cápsulas apresentaram melhor desempenho para os testes de dano por umidade induzida, módulo de resiliência e vida de fadiga. Entretanto, reduziu o desempenho quanto Resistência à tração e Resistência à deformação permanente, assim como, no teste de força pelo SCB estático.

As cápsulas utilizadas nesta pesquisa apresentaram resistência superior a 10 N, porém a ruptura precoce e liberação de óleo causaram interferência no comportamento da mistura frente aos ensaios realizados. As cápsulas com menor conteúdo de rejuvenescedor apresentaram menor variação de diâmetro obtendo formato homogêneo e facilitando sua dispersão e compatibilidade com a estrutura interna da mistura asfáltica e fornecendo os melhores resultados.

De maneira geral, o ácido graxo da borra do óleo de soja e a borra de soja elevaram os níveis de autorregeneração da mistura em 106,9%, 9,8%, 46,5% e 27,8% respectivamente para as cápsulas com C/BS_{0,1}; C/BS_{0,2}; C/AGS_{0,1} e C/AGS_{0,2}. Todas atingiram o objetivo inicial de atuar como agente rejuvenescedor encapsulado.

Portanto, esse estudo permitiu apresentar um material sustentável, de baixo valor comercial e com potencial de utilização nas misturas asfálticas afim de aumentar sua capacidade

autorregenerativa e, conseqüentemente, sua vida útil de serviço. Em destaque para a mistura asfáltica com cápsulas do tipo C/BS_{0,1}.

4.2 SUGESTÕES PARA PESQUISAS FUTURAS

Com a finalidade de aprofundar os resultados encontrados nessa pesquisa, propõe-se para trabalhos futuros:

- avaliar as propriedades térmicas e químicas das cápsulas utilizando borra e ácido graxo de soja;
- confeccionar cápsulas com diferentes proporções de alginato e estrutura polimérica mais rígida, para avaliar a interação entre rejuvenescedor e a matriz polimérica e evitar ruptura precoce;
- avaliar a propagação das trincas e sua regeneração por meio de capturas de imagens;
- confeccionar cápsulas com borra de soja após seca em estufa, para reduzir o acréscimo de água e a possível oxidação do ligante em seu entorno;
- observar a interferência das cápsulas produzidas neste estudo por meio de métodos de imagem, como a tomografia computadorizada, ao longo do período de descanso;
- utilizar períodos de descanso mais longos utilizando esta mesma metodologia para avaliar os efeitos na autorregeneração;
- verificar o efeito da autorregeneração na matriz de agregados finos (MAF) com uso desta metodologia.

REFERÊNCIAS

ĀBELE, A.; MERIJS-MERI, R.; BĒRZIŅA, R.; ZICĀNS, J.; HARITONOVŠ, V.; IVANOVA, T. Effect of bio-oil on rheological and calorimetric properties of RTFOT aged bituminous compositions. **International Journal Of Pavement Research And Technology**, [S.L.], v. 14, n. 5, p. 537-542, 2020. Springer Science and Business Media LLC. <http://dx.doi.org/10.1007/s42947-020-0051-y>.

AGUIRRE, M. A.; HASSAN, M. M.; SHIRZAD, S.; MOHAMMAD, L. N.; COOPER, S.; NEGULESCU, I. I. Laboratory Testing of Self-Healing Microcapsules in Asphalt Mixtures Prepared with Recycled Asphalt Shingles. **Journal Of Materials In Civil Engineering**, [S.L.], v. 29, n. 9, p. 0-1, set. 2017. American Society of Civil Engineers (ASCE). [http://dx.doi.org/10.1061/\(asce\)mt.1943-5533.0001942](http://dx.doi.org/10.1061/(asce)mt.1943-5533.0001942).

ALATTIEH, S. A.; AL-KHATEEB, G. G.; ZEIADA, W.; SHANABLEH, A. Performance assessment of bio-modified asphalt binder using extracted bio oil from date seeds waste. **International Journal Of System Assurance Engineering And Management**, [S.L.], v. 11, n. 6, p. 1260-1270, 18 abr. 2020. Springer Science and Business Media LLC. <http://dx.doi.org/10.1007/s13198-020-00980-1>.

AL-MANSOORI, T.; NORAMBUENA-CONTRERAS, J.; MICAEL, R.; GARCÍA, Á. Self-healing of asphalt mastic by the action of polymeric capsules containing rejuvenators. **Construction and Building Materials**, v. 161, p. 330–339, 2018.

AL-SABAEI, A M; NAPIAH, M; SUTANTO, M; ALALOUL, W; YUSOFF; GHALEB, A A s. Prediction of Rheological Properties of Bio-asphalt Binders Through Response Surface Methodology. **Iop Conference Series: Earth and Environmental Science**, v. 498, n. 1, p. 012012, 2020. <http://dx.doi.org/10.1088/1755-1315/498/1/012012>.

AMERICAN ASSOCIATION OF STATE HIGHWAY AND TRANSPORTATION OFFICIALS. **AASHTO T 240**: Standard Method of Test for Effect of Heat and Air on a Moving Film of Asphalt (Rolling Thin-Film Oven Test). Washington, 2021.

AMERICAN ASSOCIATION OF STATE HIGHWAY AND TRANSPORTATION OFFICIALS. **AASHTO R 28-12**: Standard Practice for Accelerated Aging of Asphalt Binder Using a Pressurized Aging Vessel (PAV). Washington, 2016.

AMERICAN ASSOCIATION OF STATE HIGHWAY AND TRANSPORTATION OFFICIALS. **AASHTO T 283**: Standard Method of Test for Resistance of Compacted Asphalt Mixtures to Moisture-Induced Damage. Washington, 2014.

AMERICAN ASSOCIATION OF STATE HIGHWAY AND TRANSPORTATION. **AASHTO M 320**: Standard specification for performance-graded asphalt binder. Washington, 2017.

AMERICAN OIL CHEMISTS' SOCIETY. **AOCS Ca 2c-25**: Moisture and Volatile Matter, in Animal and Vegetable Fats, Air Oven Method. Estados Unidos, 2017.

AMERICAN OIL CHEMISTS' SOCIETY. **AOCS Ca 5a-40**: Free Fatty Acids in Crude and Refined Fats and Oils. Estados Unidos, 1997.

AMERICAN OIL CHEMISTS' SOCIETY. **AOCS Ca 6a-40**: Unsaponifiable Matter in Fats and Oils, Except Marine Oils. Estados Unidos, 2017.

AMERICAN OIL CHEMISTS' SOCIETY. **AOCS G 3-53**: Total Fatty Acids, Oxidized Fatty Acids, Wet Extraction Method. Estados Unidos, 2017.

AMERICAN OIL CHEMISTS' SOCIETY. **AOCS G 5-40**: Neutral Oil in Soapstock, Unsaponifiable Material. Estados Unidos, 2017.

AMERICAN OIL CHEMISTS' SOCIETY. **AOCS G 7-56**: pH of Acidulated Soapstocks. Estados Unidos, 2017.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM C 1252**: Standard Test Methods for Uncompacted Void Content of Fine Aggregate (as Influenced by Particle Shape, Surface Texture, and Grading). Estados Unidos, 2017.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM C 127**: Standard Test Method for Relative Density (Specific Gravity) and Absorption of Coarse Aggregate. Estados Unidos, 2015.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM C 131M**: Standard Test Method for Resistance to Degradation of Small-Size Coarse Aggregate by Abrasion and Impact in the Los Angeles Machine. Estados Unidos, 2020.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM C 136M**: Standard Test Method for Sieve Analysis of Fine and Coarse Aggregates. Estados Unidos, 2019.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM C 496M**: Standard Test Method for Splitting Tensile Strength of Cylindrical Concrete Specimens. Estados Unidos, 2017.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 2419**: Standard Test Method for Sand Equivalent Value of Soils and Fine Aggregate. Estados Unidos, 2014.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 2872**: Standard Test Method for Effect of Heat and Air on a Moving Film of Asphalt (Rolling Thin-Film Oven Test). Estados Unidos, 2019.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 36M-14**: Standard Test Method for Softening Point of Bitumen (Ring-and-Ball Apparatus). Estados Unidos, 2020.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 4402M**: Standard Test Method for Viscosity Determination of Asphalt at Elevated Temperatures Using a Rotational Viscometer. Estados Unidos, 2015.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 4791**: Standard Test Method for Flat Particles, Elongated Particles, or Flat and Elongated Particles in Coarse Aggregate. Estados Unidos, 2019.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 4867M-09**: Standard Test Method for Effect of Moisture on Asphalt Concrete Paving Mixtures. Estados Unidos, 2014.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 5100**: Standard Test Method for Adhesion of Mineral Aggregate to Hot Bitumen. Estados Unidos, 2018.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 5821-13**: Standard Test Method for Determining the Percentage of Fractured Particles in Coarse Aggregate. Estados Unidos, 2017.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 5M**: Standard Test Method for Penetration of Bituminous Materials. Estados Unidos, 2020.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 6373**: Standard Specification for Performance-Graded Asphalt Binder. Estados Unidos, 2021.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 6925**: Standard Test Method for Preparation and Determination of the Relative Density of Asphalt Mix Specimens by Means of the Superpave Gyratory Compactor. Estados Unidos, 2015.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 7369**: Standard Test Method for Determining the Resilient Modulus of Asphalt Mixtures by Indirect Tension Test. Estados Unidos, 2020.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 7405**: Standard Test Method for Multiple Stress Creep and Recovery (MSCR) of Asphalt Binder Using a Dynamic Shear Rheometer. Estados Unidos, 2020.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 7653**: Standard Test Method for Determination of Trace Gaseous Contaminants in Hydrogen Fuel by Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy. Estados Unidos, 2018.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D 8292**: Standard Test Method for Permanent Deformation Behavior and Rutting Resistance of Compacted Asphalt Mix in the Modified Loaded Wheel Tracker Test Utilizing Controlled Confining Pressure. Estados Unidos, 2020.

APOSTOLIDIS, P.; LIU, X.; SCARPAS, A.; KASBERGEN, C.; VEN, M.F.C. van de. Advanced evaluation of asphalt mortar for induction healing purposes. **Construction And**

Building Materials, [S.L.], v. 126, p. 9-25, nov. 2016. Elsevier BV.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.09.011>.

ASHOURI, M. **Modeling microdamage healing in asphalt pavements using continuum damage theory**. Tese – PhD. North Carolina State University, Raleigh, North Carolina, EUA, 2014.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 10004**: Resíduos sólidos – Classificação. Rio de Janeiro, 2004.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 10004**: Resíduos sólidos – Classificação. Rio de Janeiro, 2004.

AYAR, P.; MORENO-NAVARRO, F.; GÁMEZ, M. The healing capability of asphalt pavements: A state of the art review. **Journal of Cleaner Production**, 2016.

BARMAN, M.; GHABCHI, R.; SINGH, D.; ZAMAN, M.; COMMURI, S. An alternative analysis of indirect tensile test results for evaluating fatigue characteristics of asphalt mixes. **Construction And Building Materials**, [S.L.], v. 166, p. 204-213, 2018. Elsevier BV.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.01.049>.

BARROS, A. G. **O efeito do uso de agentes rejuvenescedores encapsulados sobre a autorregeneração de misturas asfálticas**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil e Ambiental). Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2020.

BARZEGARI, S.; SOLAIMANIAN, M. Rheological behavior of bio-asphalts and effect of rejuvenators. **Construction And Building Materials**, v. 251, p. 118137, 2020. Elsevier BV.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.118137>.

BAZIN, P.; SAUNIER, J. - Deformability, fatigue and healing properties of asphalt mixes. Em. Michigan: [s.n.].

BENABOUD, S.; TAKARLI, M.; POUTEAU, B.; ALLOU, F.; DUBOIS, F.; HORNYCH, P.; NGUYEN, M. L. Fatigue process analysis of aged asphalt concrete from two-point bending test using acoustic emission and curve fitting techniques. **Construction And Building Materials**, [S.L.], v. 301, p. 124109, set. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.124109>.

BERNUCCI L. B., MOTTA, L. M. G., CERATTI J. A. P., SOARES J. B. **Pavimentação Asfáltica: formação básica para engenheiros**. 1ed. Rio de Janeiro: ABEDA, 2022.

BHASIN, A.; LITTLE, D.N.; BOMMAVARAM, R.; VASCONCELOS, K. A framework to quantify the effect of healing in bituminous materials using material properties. **Road Materials and Pavement Design**, v. 9, n.1, p. 219- 242, 2008.

BOEIRA, F. D.; PINHEIRO, G. dos S.; SPECHT, L. P.; DRUZIAN, E. L.; JUST, M. L.; BABADOPULOS, L. F. de A. L.; NASCIMENTO, L. A. H. do; PEREIRA, D. da S. Projeto e implementação de ensaio de fadiga por tração-compressão direta (uniaxial) para avaliação de dano em misturas asfálticas. **Matéria (Rio de Janeiro)**, [S.L.], v. 23, n. 3, p. 0-1, 18 out. 2018. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/s1517-707620180003.0482>.

CAPUTO, P.; LOISE, V.; CRISPINI, AI.; SANGIORGI, C.; SCARPELLI, F.; ROSSI, Cesare O. The efficiency of bitumen rejuvenator investigated through Powder X-ray Diffraction (PXRD) analysis and T2-NMR spectroscopy. **Colloids And Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, [S.L.], v. 571, p. 50-54, 2019. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.colsurfa.2019.03.059>.

CASTRO, M.; SÁNCHEZ, J. Fatigue and healing of asphalt mixtures: discriminate analysis of fatigue curves. **Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board**, v. 132, n. 2, p. 168-174, 2006.

CAVALLI, M. C.; ZAUMANIS, E. M.; PARTL, M. N.; POULIKAKOS, E. L. D. Effect of Ageing on the Mechanical and Chemical Properties of Binder from RAP Treated with Bio-Based Rejuvenators. *Composites Part B: Engineering*, v. 141, p. 174–181, 2018.

CHENG, H.; LIU, J.; SUN, L.; LIU, L.; ZHANG, Y. Fatigue behaviours of asphalt mixture at different temperatures in four-point bending and indirect tensile fatigue tests. **Construction And Building Materials**, [S.L.], v. 273, p. 121675, 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.121675>.

COLPO, G. B. **Comportamento à fadiga de misturas asfálticas: ensaios laboratoriais e instrumentação in situ**. 2019. 266 f. Tese (Doutorado) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil: Construção e Infraestrutura, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2019.

COSTA, N. P. A. V. da. **Aplicação de alginato de sódio e substâncias poliméricas extracelulares para redução do tempo de granulação e estabilidade da biomassa em reator em bateladas sequenciais**. Dissertação – Mestrado. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Ambiental, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2021.

COUTINHO, R. P. **Utilização da parte fina de misturas asfálticas para avaliação do dano por fadiga**. 2012. 109 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Infraestrutura de Transportes, Departamento de Engenharia de Transportes, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2012.

DA FRÉ, N. C. **Obtenção de Ácidos Graxos a Partir da Acidulação de Borra de Neutralização de Óleo de Soja**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química). Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, p. 112, 2009.

DA FRÉ, N. C. **Obtenção de ácidos graxos da acidulação do lodo e neutralização do óleo de soja**, Dissertação (Mestrado), Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2009.

DAI, Q.; WANG, Z.; MOHD HASAN, M.R.; Investigation of induction healing effects on electrically conductive asphalt mastic and asphalt concrete beams through fracture-healing tests. **Construction and Building Materials**, v.49, p. 729–737, 2013.

DANIEL, J. S; KIM, W. R. Laboratory evaluation of fatigue damage and healing of asphalt mixtures. **Journal of Materials in Civil Engineering**, v. 13, n. 6, p. 434 440, 2001.

DING, Y.; SHAN, B.; CAO, X.; LIU, Y.; HUANG, M.; TANG, B. Development of bio oil and bio asphalt by hydrothermal liquefaction using lignocellulose. **Journal Of Cleaner Production**, [S.L.], v. 288, p. 125586, mar. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.125586>.

DOKANDARI, P. A.; TOPAL, A.; OZDEMIR, D. K. Rheological and Microstructural Investigation of the Effects of Rejuvenators on Reclaimed Asphalt Pavement Bitumen by DSR and AFM. **International Journal Of Civil Engineering**, [S.L.], v. 19, n. 7, p. 749-758, 2021. Springer Science and Business Media LLC. <http://dx.doi.org/10.1007/s40999-021-00605-z>.

ELKASHEF, M.; PODOLSKY, J.; WILLIAMS, R. C.; COCHRAN, E. Preliminary examination of soybean oil derived material as a potential rejuvenator through Superpave criteria and asphalt bitumen rheology. **Construction And Building Materials**, [S.L.], v. 149, p. 826-836, set. 2017. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.05.195>.

FAN, S.; WANG, H.; ZHU, H.; SUN, W. Evaluation of Self-Healing Performance of Asphalt Concrete for Low-Temperature Fracture Using Semicircular Bending Test. **Journal Of Materials In Civil Engineering**, [S.L.], v. 30, n. 9, p. 0, set. 2018. American Society of Civil Engineers (ASCE). [http://dx.doi.org/10.1061/\(asce\)mt.1943-5533.0002426](http://dx.doi.org/10.1061/(asce)mt.1943-5533.0002426).

GAO, H.; YANG, X.; ZHANG, C. Experimental and numerical analysis of three-point bending fracture of pre-notched asphalt mixture beam. **Construction And Building Materials**, [S.L.], v. 90, p. 1-10, ago. 2015. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.04.047>.

GAO, H.; YANG, X.; ZHANG, C. Experimental and numerical analysis of three-point bending fracture of pre-notched asphalt mixture beam. **Construction And Building Materials**, [S.L.], v. 90, p. 1-10, ago. 2015. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.04.047>.

GAO, J.; WANG, H.; YOU, Z.; HASAN, M. R. M. Research on properties of bio-asphalt binders based on time and frequency sweep test. **Construction And Building Materials**, [S.L.], v. 160, p. 786-793, jan. 2018. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.01.048>.

GARCÍA, Á. Self-healing of open cracks in asphalt mastic. **Fuel**, v. 93, p. 264–272, 2012.

GARCÍA, Á.; JELFS, J.; AUSTIN, J. Internal asphalt mixture rejuvenation using capsules. **Construction and Building Materials**, v. 101, p. 309–316, 2015.

GARCÍA, Á.; JELFS, J.; AUSTIN, J. Internal asphalt mixture rejuvenation using capsules. **Construction and Building Materials**, v. 101, p. 309–316, 2015.

GARCÍA, Á.; SALIH, S.; GÓMEZ-MEIJIDE, B. Optimum moment to heal cracks in asphalt roads by means electromagnetic induction. **Construction and Building Materials**, v. 238, 2020.

GARCÍA, Á.; SCHLANGEN, E.; VAN DER VEN, M.; VAN VLIET, D. Induction heating of mastic containing conductive fibres and fillers. **Materials and Structures**, v. 44, n.2, p. 499-508, 2011.

GIRIMATH, S.; SINGH, D. Effects of bio-oil on performance characteristics of base and recycled asphalt pavement binders. **Construction And Building Materials**, [S.L.], v. 227, p. 116684, dez. 2019. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.116684>.

GODOI, L. C. **Aplicação do ensaio de flexão em amostra semicircular para avaliação de trincamento de misturas asfálticas**. Dissertação – Mestrado. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2017.

GRANT, T. **Determination of asphalt mixture healing rate using the Superpave indirect tensile test**. Dissertação – Mestrado. University of Florida, Flórida, EUA, 2001.

GREESHMA M. M.; AKSHAYA P.; MUHAMMED F. A. R.; MINSAD P. N.; JESNA N. M. Rejuvenation of Aged Bitumen using Natural Rejuvenators. **International Research Journal Of Engineering And Technology (Irjet)**, v. 6, n. 5, p. 5822-5825, 2019.

GRILLI, A.; GNISCI, M. I.; BOCCI, M. Effect of ageing process on bitumen and rejuvenated bitumen. **Construction And Building Materials**, [S.L.], v. 136, p. 474-481, abr. 2017. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.01.027>.

GROENENDIJK, J. **Accelerated testing and surface cracking of asphalt concrete pavements**. Tese – Doutorado. Delft University of Technology, Delft, Holanda, 1998.

GROSSEGGER, D.; GARCIA, A. Influence of the thermal expansion of bitumen on asphalt self-healing. **Applied Thermal Engineering**, v. 156, p. 23-33, jun. 2019. Elsevier BV.

GROSSEGGER, D.; GOMEZ-MEIJIDE, B.; VAN STEENKISTE, S.; GARCÍA, Á. Influence of rheological and physical properties of heat-induced self-healing of asphalt mastic beams, **Construction and Building Materials**, v.182, p. 298–308, 2019.

GROSSEGGER, D.; GOMEZ-MEIJIDE, B.; VAN STEENKISTE, S.; GARCÍA, Á. Influence of rheological and physical properties of heat-induced self-healing of asphalt mastic beams, **Construction and Building Materials**, v.182, p. 298–308, 2018.

GUERRA, T. D. **Utilização do óleo de canola para redução das temperaturas de usinagem e compactação de misturas asfálticas**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil e Ambiental). Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2019.

HAAS, M. J. Improving the economics of biodiesel production through the use low value lipids as feedstocks: vegetable oil soapstock. **Fuel Processing Technology**, v. 86, p. 1087-1096, 2005.

INGRASSIA, L.P.; LU, X.; FERROTTI, G.; CANESTRARI, F. (2020) Chemical, morphological and rheological characterization of bitumen partially replaced with wood bio-oil: Towards more sustainable materials in road pavements. **Journal of Traffic and Transportation Engineering**, 7, 192-204. <https://doi.org/10.1016/j.jtte.2019.04.003>.

JIANG, J.; NI, F.; WU, F.; SADEK, H.; LV, Q. Evaluation of the healing potential of asphalt mixtures based on a modified semi-circular bending test. **Construction And Building Materials**, [S.L.], v. 196, p. 284-294, 2019. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.10.220>.

KARGARI, A.; ARABANI, M.; MIRABDOLAZIMI, S. M. Effect of palm oil capsules on the self-healing properties of aged and unaged asphalt mixtures gained by resting period and microwave heating. **Construction And Building Materials**, [S.L.], v. 316, p. 125901, jan. 2022. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.125901>.

KIM, B.; ROQUE, R. Evaluation of Healing Property of Asphalt Mixtures. **Transportation Research Record**. p. 84–91, 2006.

KIM, Y.; LITTLE, D.; LYTTON, R. Use of dynamic mechanical analysis (DMA) to evaluate the fatigue and healing potential of asphalt binders in sand asphalt mixtures. **Asphalt Paving Technology: Association of Asphalt Paving Technologists-Proceedings of the Technical Sessions**, v.71, p. 176-206, 2002.

LEI, Y.; WANG, H.; CHEN, X.; YANG, X.; YOU, Z.; DONG, S.; GAO, J. Shear property, high-temperature rheological performance and low-temperature flexibility of asphalt mastics modified with bio-oil. **Construction And Building Materials**, [S.L.], v. 174, p. 30-37, jun. 2018. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.04.094>.

LENZI, C. **Recuperação enzimática de ácidos graxos de borra de soja**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química), Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2017.

LI, H.; YU, J.; WU, S.; LIU, Q.; LI, B.; LI, Y.; WU, Y. Study on the gradient heating and healing behaviors of asphalt concrete induced by induction heating. **Construction And**

Building Materials, [S.L.], v. 208, p. 638-645, maio 2019. Elsevier BV.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.03.052>.

LI, Y.; HAO, P.; ZHANG, M. Fabrication, characterization and assessment of the capsules containing rejuvenator for improving the self-healing performance of asphalt materials: a review. **Journal Of Cleaner Production**, [S.L.], v. 287, p. 125079, mar. 2021. Elsevier BV.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.125079>.

LIU, Q.; YU, W.; WU, S.; SCHLANGEN, E.; PAN, P. A comparative study of the induction healing behaviors of hot and warm mix asphalt. **Construction and Building Materials**, v. 144, p. 663–670, 2017.

LOEBER, L.; SUTTON, O; MOREL, J; VALLETON, J.-M.; MULLER, G. New direct observations of asphalts and asphalt binders by scanning electron microscopy and atomic force microscopy. **Journal of Microscopy**, v. 182, p. 32–39, 1996.

LUCAS JUNIOR, J. L. O. **Influência da adesividade agregado-ligante no trincamento por fadiga de misturas asfálticas**. 2018. 134 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Infraestrutura de Transportes, Departamento de Engenharia de Transportes, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2018.

LV, S.; HU, L.; XIA, C.; WANG, X.; CABRERA, M. B.; GUO, S.; CHEN, J. Development of fatigue damage model of asphalt mixtures based on small-scale accelerated pavement test. **Construction And Building Materials**, v. 260, p. 119930, 2020.

MACIEL, A. **Influência do íon Ca²⁺ no desenvolvimento de micropartículas de alginato de sódio preparadas por gelatinização iônica**. Trabalho de Conclusão de Curso – Graduação. Faculdade UnB Planaltina, Planaltina, DF, 2013.

MARINHO FILHO, P. G. T. **Avaliação reológica de ligantes asfálticos modificados com nanopartículas de dióxido de titânio**. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2017.

MELO NETO, O. M.; SILVA, I. M.; LUCENA, L. C. de F. L.; LUCENA, L. de F. L.; MENDONÇA, A. M. G. D.; LIMA, R. K. B. de. Viability of recycled asphalt mixtures with soybean oil sludge fatty acid. **Construction And Building Materials**, [S.L.], v. 349, p. 128728, set. 2022. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2022.128728>.

MENOZZI, A.; GARCÍA, A.; PARTL, N.; TEBALDI, G.; SCHUETZ, P. Induction healing of fatigue damage in asphalt test samples. **Construction and Building Materials**, v. 74, p. 162–168, 2015.

MICAELO, R.; AL-MANSOORI, T.; GARCÍA, Á. Study of the mechanical properties and self-healing ability of asphalt mixture containing calcium-alginate capsules. **Construction and Building Materials**, v. 123, p. 734–744, 2016.

MOCELIN, D. M. **Avaliação do comportamento à fadiga de misturas asfálticas quentes e mornas através do modelo de dano contínuo viscoelástico**. 2020. 139 f. Dissertação (Mestrado) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil: Construção e Infraestrutura, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2018.

MORAES, T. M. R. P. **Utilização da cera de carnaúba como aditivo redutor de temperaturas de usinagem e compactação de misturas asfálticas**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil e Ambiental). Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2018.

MORILHA JUNIOR, A. **Estudo sobre a ação de modificadores no envelhecimento dos ligantes asfálticos e nas propriedades mecânicas e de fadiga das misturas asfálticas.** Dissertação – Mestrado. Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, SC, 2004.

MOUSAVI, M.; PAHLAVAN, F.; OLDHAM, D.; HOSSEINNEZHAD, S.; FINI, E. H. Multiscale Investigation of Oxidative Aging in Biomodified Asphalt Binder. **The Journal Of Physical Chemistry C**, [S.L.], v. 120, n. 31, p. 17224-17233, 22 jul. 2016. American Chemical Society (ACS). <http://dx.doi.org/10.1021/acs.jpcc.6b05004>.

NASCIMENTO, L. **Nova abordagem da dosagem de misturas asfálticas densas com uso compactador giratório e foco na deformação permanente.** Dissertação – Mestrado. Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, RJ, 2008. f 192.

NORAMBUENA-CONTRERAS, J.; GARCIA, A. Self-healing of asphalt mixture by microwave and induction heating. **Materials & Design**, [S.L.], v. 106, p. 404-414, set. 2016. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2016.05.095>.

NORAMBUENA-CONTRERAS, J.; LIU, Q.; ZHANG, L.; WU, S.; YALCIN, E.; GARCIA, A. Influence of encapsulated sunflower oil on the mechanical and self-healing properties of dense-graded asphalt mixtures. **Materials and Structures**, v. 52, n.4, 2019b.

NUÑEZ, J. Y. M. **Caracterização à fadiga de ligantes asfálticos modificados envelhecidos a curto e longo prazo.** 2013. 139 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Civil, Escola de Engenharia de São Carlos - Universidade de São Paulo, São Carlos, 2013.

OLIVEIRA, M. S. **Análise da Fadiga em Misturas Asfálticas Reclicadas à Quente.** Dissertação (Mestrado), 136 f. 2020, Departamento de Engenharia Civil, Universidade de Brasília, Brasília, 2020.

OSMARI, P. H.; ARAGÃO, F. T. S. Avaliação do resíduo de óleo vegetal como agente rejuvenecedor de ligantes a partir de análises reológicas e de morfologia de superfície. **Transportes**, [S.L.], v. 24, n. 3, p. 48, 2016. Lepidus Tecnologia. <http://dx.doi.org/10.14295/transportes.v24i3.1147>.

PACIÊNCIA, E. **Auto-regeneração de misturas betuminosas com agentes encapsulados**. Dissertação – Mestrado. Universidade Nova de Lisboa. Lisboa, Portugal, 2018.

PAMPLONA, T. F. **Efeito da adição de ácido polifosfórico em ligantes asfálticos de diferentes fontes**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil). Escola de Engenharia de São Carlos, da Universidade de São Paulo (EESC/USP). São Carlos, São Paulo, SP, 2013.

PASETTO, M.; BALDO, N. Dissipated energy analysis of four-point bending test on asphalt concretes made with steel slag and RAP. **International Journal Of Pavement Research And Technology**, [S.L.], v. 10, n. 5, p. 446-453, set. 2017. Airiti Press, Inc. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijprt.2017.07.004>.

PHILLIPS, M.C. **Multi-step models for fatigue and healing, and binder properties involved in healing**. Anais do Eurobitume Workshop on Performance Related Properties for Bituminous Binders, Luxemburgo, 1998.

PORTUGAL, A. C. X. **Avaliação reológica de cimentos asfálticos de petróleo modificados com óleo de soja e de milho**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil e Ambiental). Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2016.

POULIKAKOS, L. D.; PITTET, M.; DUMONT, A-G.; PARTL, M. N. Comparison of the two point bending and four point bending test methods for aged asphalt concrete field

samples. **Materials And Structures**, [S.L.], v. 48, n. 9, p. 2901-2913, 22 jun. 2014. Springer Science and Business Media LLC. <http://dx.doi.org/10.1617/s11527-014-0366-8>.

QIU, J. **Self-Healing of Asphalt Mixtures: Towards a Better Understanding of the Mechanism**. Tese – PhD. Delf University of Technology, Delf, Holanda, 2012.

RAITHBY, K. D.; STERLING, A. B. **The effect of rest periods on the fatigue performance of a hot-rolled asphalt under reversed axial loading and discussion**. In: Association of Asphalt Paving Technologists Proc. 1970.

RIARA, M.; TANG, P.; MO, L.; JAVILLA, B.; CHEN, M.; WU, S. Systematic Evaluation of Fracture-Based Healing Indexes of Asphalt Mixtures. **Journal Of Materials In Civil Engineering**, [S.L.], v. 30, n. 10, p. 0, out. 2018. American Society of Civil Engineers (ASCE). [http://dx.doi.org/10.1061/\(asce\)mt.1943-5533.0002479](http://dx.doi.org/10.1061/(asce)mt.1943-5533.0002479).

ROSSI, B. F. **Estudo de ligantes asfálticos recuperados com vistas à adequação do procedimento de simulação à curto prazo**. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Transportes). Escola de Engenharia de São Carlos, da Universidade de São Paulo (EESC/USP). São Carlos, São Paulo, SP, 2018.

RŽEK, L.; TUŁAR, M.; PERŁE, L. S. Modelling rheological characteristics of rejuvenated aged bitumen. **International Journal Of Pavement Engineering**, [S.L.], v. 23, n. 4, p. 1282-1294, 4 ago. 2020. Informa UK Limited. <http://dx.doi.org/10.1080/10298436.2020.1799205>.

SANTIAGO, L. da S.; BABADOPULOS, L. F. de A. L.; SOARES, J. B. Desenvolvimento de função de transferência para previsão de área trincada em pavimentos asfálticos por meio da simulação do dano por fadiga utilizando modelo S-VECD e análises elásticas. **Transportes**, [S.L.], v. 28, n. 3, p. 121-136, 31 ago. 2020. Lepidus Tecnologia. <http://dx.doi.org/10.14295/transportes.v28i3.1900>.

SANTOS, F. B.; FAXINA, A. L. **Estudo da incorporação de bio-óleos à base de soja como agentes rejuvenescedores de ligantes asfálticos**. 33º Congresso de Ensino e Pesquisa em Transportes, Balneário, p. 1898-1901, 2019.

SEIDEL, J. C.; HADDOCK, J. E. Rheological characterization of asphalt binders modified with soybean fatty acids. **Construction and Building Materials**, v. 53, p. 324-332, 2014.

SERIN, S.; EMIROĞLU, M.; GÖNÜL, V. E. Investigation of the fracture energy of hot mixtures asphalt incorporating metallic wastes via semi-circular bending test. **Construction And Building Materials**, [S.L.], v. 300, p. 124006, set. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.124006>.

SHADMAN, M.; ZIARI, H. Laboratory evaluation of fatigue life characteristics of polymer modified porous asphalt: a dissipated energy approach. **Construction And Building Materials**, v. 138, p. 434-440, 2017.

SHAN, L.; TAN, Y.; UNDERWOOD, S.; KIM, Y. Application of thixotropy to analyze fatigue and healing characteristics of asphalt binder. **Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board**, v. 2179, n.1, p. 85-92, 2010.

SHEN, S.; CARPENTER, S.H. **Dissipated energy concepts for HMA performance: fatigue and healing**. COE Report No. 29, Center of Excellence for Airport Technology, University of Illinois at Urbana-Champaign, Illinois, USA, 2007.

SHEN, S.; SUTHARSAN, T. Quantification of Cohesive Healing of Asphalt Binder and its Impact Factors Based on Dissipated Energy Analysis. **Road Materials And Pavement Design**, [S.L.], v. 12, n. 3, p. 525-546, 2011. Informa UK Limited. <http://dx.doi.org/10.1080/14680629.2011.9695259>.

SILVA, B. **Microcápsula multifuncional para aplicação em revestimentos inteligentes.** Tese – Doutorado. Universidade Federal do Paraná, Curitiba, PR, 2018.

SILVA, J. P. S.; FARIAS, M. M. de. Avaliação química e ambiental de misturas asfálticas rejuvenescidas. **Matéria (Rio de Janeiro)**, [S.L.], v. 23, n. 3, 2018. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/s1517-707620180003.0523>.

SU, J.; HAN, S.; WANG, Y.; SCHLANGEN, E.; HAN, N; LI, W. Experimental observation of the self-healing microcapsules containing rejuvenator states in asphalt binder. **Construction and Building Materials**, v. 147, p. 533–542, 2016.

SU, J.; SCHLANGEN, E.; Synthesis and physicochemical properties of high compact microcapsules containing rejuvenator applied in asphalt. **Chemical Engineering Journal**, v. 198-199, p. 289–300, 2012.

SU, J.F.; WANG, Y.U.; YANG, P.; HAN, S.; HAN; N.X.; LI, W. Evaluating and modeling the internal diffusion behaviors of microencapsulated rejuvenator in aged bitumen by FTIR-ATR tests. **Materials**. v 11, p. 932–947, 2016. <https://doi.org/10.3390/ma9110932>.

SUN D.; SUN G.; ZHU X.; GUARIN A.; LI B.; DAI Z.; LING J. A comprehensive review on self-healing of asphalt materials: mechanism, model, characterization and enhancement. **Advances In Colloid And Interface Science**, v. 256, p. 65-93, 2018. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cis.2018.05.003>.

TABAKOVIĆ, A.; BRAAK, D.; VAN GERWEN, M.; COPUROGLU, O.; POST, W.; GARCIA, S.; SCHLANGEN, E. The compartmented alginate fibres optimisation for bitumen

rejuvenator encapsulation. **Journal of Traffic and Transportation Engineering** (English Edition), v. 4, n.4, p.347–359, 2017.

TABAKOVIC, A.; SCHUYFFEL, L.; KARAC, A.; SCHLANGEN, E. An Evaluation of the Efficiency of Compartmented Alginate Fibres Encapsulating a Rejuvenator as an Asphalt Pavement Healing System. **Applied Sciences**, v. 7, n. 7, p. 647, 2017.

VALADÃO, L.; DUARTE, C.; ANDRADE, G.; SANTOS, D. de L.; SANCHES FILHO, P. Estudo comparativo dos bio-óleos obtidos por pirólises rápida e lenta do caroço de pêssego. **Engenharia Sanitaria e Ambiental**, [S.L.], v. 26, n. 4, p. 757-764, 2021. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/s1413-415220200077>.

VAMEGH, M.; AMERI, M.; NAENI, S. F. C. Performance evaluation of fatigue resistance of asphalt mixtures modified by SBR/PP polymer blends and SBS. **Construction And Building Materials**, v. 209, p. 202-214, 2019.

VAN DEN BERGH, W.; MOLENAAR, A.; VAN DE VEN, M.; DE JONGHE, T. The influence of aged binder on the healing factor of asphalt mixtures. **Third International Conference on Advances and Trends in Engineering Materials and their Applications**, Montreal, Canadá, 2009.

WANG, C.; XUE, L.; XIE, W.; YOU, Z.; YANG, X. Laboratory investigation on chemical and rheological properties of bio-asphalt binders incorporating waste cooking oil. **Construction And Building Materials**, [S.L.], v. 167, p. 348-358, abr. 2018. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.02.038>.

WANG, Z. M.; LEE, J. S.; PARK, J. Y.; WU, C. Z.; YUAN, Z. H. Novel biodiesel production technology from soybean soapstock. **Korean Journal of Chemical Engineering**, v. 24, n. 6, p. 1027–1030, 2007.

WILLIAMS, D.; LITTLE, D.; LYTTON, R.; KIM, Y.; KIM Y. Microdamage healing in asphalt and asphalt concrete, volume II: laboratory and field testing to assess and evaluate microdamage and microdamage healing. **Federal Highway Administration**, 2001.

WOOL, R. P. Self-healing materials: a review. **Soft Matter**, [S.L.], v. 4, n. 3, p. 400, 2008. Royal Society of Chemistry (RSC). <http://dx.doi.org/10.1039/b711716g>.

WOOL, R. P.; O'CONNOR K. M. A Theory of Crack Healing in Polymers. **Journal of Applied Physics**, v 52, n. 10, p. 5953–5963, 1981.

WU, D.; MEURE, S.; SOLOMON, D. Self- healing polymeric materials: a review of recent developments. **Progress in Polymer Science**, v. 33, n. 5, p. 479- 522, 2008.

XIANG, H.; ZHANG, W.; LIU, P.; HE, Z. Fatigue–healing performance evaluation of asphalt mixture using four-point bending test. **Materials And Structures**, [S.L.], v. 53, n. 3, 2020. Springer Science and Business Media LLC. <http://dx.doi.org/10.1617/s11527-020-01482-z>.

XU, S.; GARCÍA, A.; SU, J.; LIU, Q.; TABAKOVIC, A.; SCHLANGEN, E. Self-Healing Asphalt Review: from idea to practice. **Advanced Materials Interfaces**, v. 5, n. 17, p. 1800536, 2018. Wiley. <http://dx.doi.org/10.1002/admi.201800536>.

XUE, B.; WANG, H.; PEI, J.; LI, R.; ZHANG, J.; FAN, Z. Study on self-healing microcapsule containing rejuvenator for asphalt. **Construction And Building Materials**, v. 135, p. 641-649, 2017. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.12.165>.

YANG, S.; JIANG, J.; LENG, Z.; NI, F. Feasibility and performance of the Semi-circular Bending test in evaluating the low-temperature performance of asphalt mortar. **Construction**

And Building Materials, [S.L.], v. 269, p. 121305, 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.121305>.

YU, T.; ZHANG, H.; WANG, Y. Multi-gradient analysis of temperature self-healing of asphalt nano-cracks based on molecular simulation. **Construction And Building Materials**, [S.L.], v. 250, p. 118859, jul. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.118859>.

ZAUMANIS, M.; MALLICK, R. B. Review of very high-content reclaimed asphalt use in plant-produced pavements: state of the art. **International Journal Of Pavement Engineering**, [S.L.], v. 16, n. 1, p. 39-55, 6 mar. 2014. Informa UK Limited. <http://dx.doi.org/10.1080/10298436.2014.893331>.

ZEIADA, W. **Endurance Limit for HMA Based on Healing Phenomenon Using Viscoelastic Continuum Damage Analysis** (PhD dissertation). Arizona State University, Tempe, Arizona, USA, 2012.

ZHANG, H.; CHEN, Z.; XU, G.; SHI, C. Evaluation of aging behaviors of asphalt binders through different rheological indices. **Fuel**, [S.L.], v. 221, p. 78-88, jun. 2018. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.fuel.2018.02.087>.

ZHANG, H.; CHEN, Z.; XU, G.; SHI, C. Physical, rheological and chemical characterization of aging behaviors of thermochromic asphalt binder. **Fuel**, [S.L.], v. 211, p. 850-858, jan. 2018. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.fuel.2017.09.111>.

ZHANG, H; WU, J; QIN, Z; LUO, Y. The Effect of Bio-Oil on High-Temperature Performance of Bio-Oil Recycled Asphalt Binders. **Journal Of Renewable Materials**, v. 10, n. 4, p. 1025-1037, 2022. <http://dx.doi.org/10.32604/jrm.2022.017483>.

ZHOU, T.; KABIR, S. F.; CAO, L.; LUAN, H.; DONG, Z.; FINI, E. H. Comparing effects of physisorption and chemisorption of bio-oil onto rubber particles in asphalt. **Journal Of Cleaner Production**, [S.L.], v. 273, p. 123112, nov. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.123112>.

ZHU, X.; YE, F.; CAI, Y.; BIRGISSON, B.; YU, Y. Digital image correlation-based investigation of self-healing properties of ferrite-filled open-graded friction course asphalt mixture. **Construction And Building Materials**, [S.L.], v. 234, p. 117378, 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.117378>.