

UNIVERSIDADE FEDERAL DE JUIZ DE FORA
FACULDADE DE ENGENHARIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL

Guilherme Pena Neumann

**Análise do processo de autorregeneração de misturas asfálticas incorporadas com
agentes rejuvenescedores encapsulados**

JUIZ DE FORA

2021

Guilherme Pena Neumann

**Análise do processo de autorregeneração de misturas asfálticas incorporadas com
agentes rejuvenescedores encapsulados**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil da Universidade Federal de Juiz de Fora como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Engenharia Civil.
Área de concentração: Estruturas e Materiais.

Orientador: Prof. D.Sc. Geraldo Luciano de Oliveira Marques

JUIZ DE FORA

2021

Ficha catalográfica elaborada através do programa de geração automática da Biblioteca Universitária da UFJF, com os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

Neumann, Guilherme Pena.

Análise do processo de autorregeneração de misturas asfálticas incorporadas com agentes rejuvenescedores encapsulados / Guilherme Pena Neumann. -- 2021.

123 f. : il.

Orientador: Geraldo Luciano de Oliveira Marques

Dissertação (mestrado acadêmico) - Universidade Federal de Juiz de Fora, Faculdade de Engenharia. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, 2021.

1. Misturas asfálticas. 2. Trincas. 3. Autorregeneração. 4. Cápsulas de alginato. I. Marques, Geraldo Luciano de Oliveira, orient. II. Título.

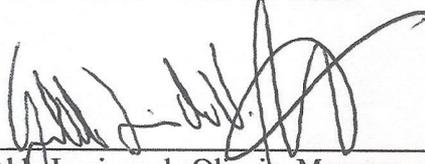
Guilherme Pena Neumann

**Análise do processo de autorregeneração de misturas asfálticas incorporadas com
agentes rejuvenescedores encapsulados**

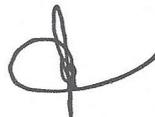
Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil da Universidade Federal de Juiz de Fora como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Engenharia Civil.
Área de concentração: Estruturas e Materiais.

Aprovado em 20 de setembro de 2021.

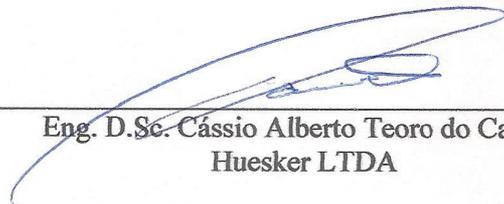
BANCA EXAMINADORA



Prof. D.Sc. Geraldo Luciano de Oliveira Marques - Orientador
Universidade Federal de Juiz de Fora



Prof. D.Sc. Heraldo Nunes Pitanga
Universidade Federal de Juiz de Fora



Eng. D.Sc. Cássio Alberto Teoro do Carmo
Huesker LTDA

AGRADECIMENTOS

Aos meus pais, Paulo e Luciana, à minha irmã, Milena, à minha namorada, Letícia, e a todos que contribuíram para que eu chegasse até aqui.

Ao Professor Geraldo, orientador deste trabalho, por seu esforço e dedicação durante o desenvolvimento do mesmo e ao Victor, laboratorista, que auxiliou na realização dos experimentos.

À Laís, do Laboratório de Genética Humana e Terapia Celular (GENETEC) que auxiliou no processo de fabricação das cápsulas de alginato utilizadas ao longo do trabalho.

Ao professor Heraldo e ao engenheiro Cássio, que aceitaram compor a banca examinadora.

À Universidade Federal de Juiz de Fora por me dar a oportunidade de aprender mais a cada dia.

RESUMO

Diante das inúmeras patologias apresentadas nos pavimentos asfálticos, especificamente aquelas observadas na camada de revestimento, surge como alternativa para o fechamento das trincas originadas a partir da fissuração por fadiga, a incorporação de cápsulas contendo agentes rejuvenescedores nas misturas asfálticas. Este material é composto por um núcleo, geralmente oleoso, envolvido por uma membrana polimérica de alginato de sódio obtida a partir da reação de gelificação ionotrópica na presença de cloreto de cálcio. O processo de fechamento das trincas, denominado autorregeneração ou *self-healing*, ocorre a partir do momento em que a fissura presente no pavimento atinge a cápsula, possibilitando a liberação do óleo. O fenômeno restaura de forma parcial as propriedades mecânicas e promove a redução da viscosidade do ligante asfáltico, sendo que o mesmo é drenado através das trincas, iniciando assim, o processo de molhamento, para que por fim, a estrutura esteja contínua novamente. Diversos materiais e parâmetros têm sido estudados para avaliar a capacidade de autorregeneração. Dito isso, o objetivo deste estudo é avaliar a influência da adição de cápsulas nas misturas asfálticas, então foram estudados três tipos de misturas: a GI, de referência, a GII, contendo cápsulas de óleo de soja, e a GIII, contendo cápsulas de óleos residuais provenientes do processo de fritura na cozinha. Foram estudadas as propriedades mecânicas das misturas asfálticas, assim como o *self-healing* por meio de ensaios mecânicos de carregamento estático e dinâmico. Como forma de avaliar a influência da adição de cápsulas nas propriedades mecânicas das misturas asfálticas foram realizados quatro ensaios: Resistência à tração por compressão diametral, Módulo de resiliência, Vida de fadiga à tensão controlada e Deformação permanente no *Creep* estático. A avaliação da autorregeneração, ou seja, a recuperação da resistência mecânica da mistura, foi feita por meio da Autorregeneração com carregamento estático, Autorregeneração com carregamento dinâmico e Autorregeneração com carregamento estático via dois ciclos de carregamento/autorregeneração. Conforme análise estatística, a adição de cápsulas não afetou a resistência à tração e a deformação permanente, enquanto que reduziu o módulo de resiliência e a vida de fadiga. Em todos os ensaios de autorregeneração, de modo geral, tanto a mistura GII quanto a GIII apresentaram resultados satisfatórios quando comparadas à mistura de referência, sendo que a mistura com cápsulas de óleo de soja apresentou o melhor resultado. Nesse contexto, fica evidente que este método de autorregeneração é promissor para o incremento da vida útil dos revestimentos asfálticos.

Palavras-chave: Misturas asfálticas. Trincas. Autorregeneração. Cápsulas de alginato.

ABSTRACT

In view of the numerous distresses presented in asphalt pavements, specifically those observed in the coating layer, the incorporation of capsules containing rejuvenating agents in the asphalt mixtures appears as an alternative for the closure of cracks caused by fatigue. This material is composed of a nucleus, generally oily, surrounded by a polymeric membrane of sodium alginate obtained from the ionotropic gelling reaction in the presence of calcium chloride. The crack closure process, called self-healing, occurs from the moment the crack present in the pavement reaches the capsule, enabling the release of oil. The phenomenon partially restores the mechanical properties and promotes a reduction in the viscosity of the asphalt binder, which is drained through the cracks, thus initiating the wetting process, so that finally, the structure is continuous again. Several materials and parameters have been studied to assess the self-healing capacity. That said, the aim of this study is to evaluate the influence of the addition of capsules on asphalt mixtures, so three types of mixtures were studied: the GI, reference, the GII, containing soybean oil capsules, and the GIII, containing capsules of residual oils from the frying process in the kitchen. The mechanical properties of the asphalt mixtures were studied, as well as the self-healing through mechanical tests of static and dynamic loading. In order to evaluate the influence of the addition of capsules on the mechanical properties of asphalt mixtures, four tests were carried out: Indirect tensile strength, Resilient modulus, fatigue life and Permanent deformation in static Creep. The evaluation of self-healing, that is, the recovery of the mechanical strength of the mixture, was carried out by means of Self-healing with static loading, Self-healing with dynamic loading and Self-healing with static loading via two cycles of loading/ healing. According to statistical analysis, the addition of capsules did not affect the tensile strength and permanent deformation, while it reduced the resilient modulus and fatigue life. In all self-healing tests, in general, both the GII and GIII mixtures showed positive results when compared to the reference mixture, with the mixture with soybean oil capsules showing the best result. In this context, it is evident this self-healing method is promising for increasing the useful life of asphalt coatings.

Keywords: Asphalt mixtures. Cracks. Self-healing. Alginate capsules.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Esquema 1	- Classificação SARA dos ligantes asfálticos.	21
Figura 1	- Composição dos ligantes asfálticos.....	22
Gráfico 1	- Envelhecimento do ligante asfáltico.	23
Esquema 2	- Competição entre a fadiga e o <i>healing</i> nas misturas asfálticas	37
Figura 2	- Tipos de fendas no pavimento flexível.	25
Gráfico 2	- Estágios da fissuração por fadiga.	31
Esquema 3	- Processo de <i>self-healing</i>	38
Figura 3	- Tipos de afundamento: a) e c) afundamento de trilha de roda; b) e d) afundamento local.	25
Gráfico 3	- Curva característica do processo de fissuração das misturas asfálticas.	32
Esquema 4	- Etapas da pesquisa.....	62
Figura 4	- Ondulações.....	26
Gráfico 4	- Medidas de conservação e reabilitação do pavimento	34
Esquema 5	- Processo de gelificação ionotrópica do alginato de sódio na presença de cálcio.	70
Figura 5	- Escorregamento.....	26
Gráfico 5	- Aumento da vida de fadiga <i>versus</i> temperatura de aquecimento.....	42
Figura 6	- Exsudação.	27
Gráfico 6	- Recuperação da resistência <i>versus</i> aumento da temperatura.....	43
Figura 7	- Desgaste.	27
Gráfico 7	- Carregamento axial: a) carga <i>versus</i> tempo b) deformação permanente <i>versus</i> ciclos.	53
Figura 8	- Panela ou buraco.	28
Gráfico 8	- Variação da rigidez (a) e deformação permanente (b) com a carga cíclica. ...	54
Figura 9	- Remendo.	28
Gráfico 9	- Nível de autorregeneração <i>versus</i> tempo.	56
Figura 10	- Tensões geradas no pavimento flexível.	30
Gráfico 10	- Resultado do ensaio de resistência à tração indireta.	60
Figura 11	- Processo de aquecimento por indução.	40
Gráfico 11	- Resultado ensaio de fadiga por flexão de 3 pontos.....	61
Figura 12	- Bobina de indução.....	41

Gráfico 12	-	Curva granulométrica dos agregados.	64
Figura 13	-	Processo de transferência de calor entre partículas de aço e o ligante asfáltico.	41
Gráfico 13	-	Curva viscosidade <i>versus</i> temperatura do ligante asfáltico.....	67
Figura 14	-	Processo do aquecimento por indução.	42
Gráfico 14	-	Curva de projeto da mistura asfáltica.	74
Figura 15	-	Ruptura das cápsulas	45
Gráfico 15	-	Resultados do ensaio de Resistência à tração por compressão diametral.	93
Figura 16	-	Cápsulas de alginato de cálcio.	46
Gráfico 16	-	Resultados do ensaio de Módulo de resiliência.	95
Figura 17	-	Estrutura química do alginato de sódio.....	48
Gráfico 17	-	Número de ciclos até a ruptura <i>versus</i> diferença de tensões no centro do CP	97
Figura 18	-	Modelo “ <i>egg-box</i> ”: ligação entre as cadeias poliméricas a partir do íon de cálcio.	49
Gráfico 18	-	Taxa de autorregeneração para 80% de RT	101
Figura 19	-	Processo de gelificação por extrusão.	50
Gráfico 19	-	Taxa de autorregeneração para 50% de RT.	102
Figura 20	-	Estrutura das cápsulas de alginato.....	53
Gráfico 20	-	Taxa de autorregeneração para dois ciclos de 50% de RT.....	105
Figura 21	-	Ensaio utilizado para mensurar o <i>self-healing</i>	55
Gráfico 21	-	Taxa de autorregeneração para 2880 ciclos.	107
Figura 22	-	Ensaio de tração indireta seguido de compressão no anel de estabilidade Marshall.....	57
Gráfico 22	-	Taxa de autorregeneração para 1800 ciclos.	109
Figura 23	-	Diferentes tipos de cápsulas de alginato de cálcio.	58
Figura 24	-	Configuração do ensaio de SCB.	59
Figura 25	-	Agregados graúdos e miúdos utilizados nesta pesquisa: a) Brita 19 mm; b) Brita 12 mm; c) Pó de pedra.	63
Figura 26	-	Comparação entre tonalidades dos óleos: a) óleo de soja; b) óleo residual. ...	68
Figura 27	-	Processo de filtragem do óleo residual.....	68
Figura 28	-	Reagentes utilizados para a produção das cápsulas.	69
Figura 29	-	Misturas de óleo/água: a) soja; b) residual.....	71

Figura 30	- Procedimento de mistura: a) pesagem de 15g de alginato de sódio; b) resultado final da emulsão após agitação mecânica.....	71
Figura 31	- Formação da estrutura reticulada: a) gotejamento da emulsão na solução de cloreto de cálcio; b) detalhe da formação da estrutura das cápsulas.....	72
Figura 32	- Processo de secagem das cápsulas.	73
Figura 33	- Cápsulas de óleo de soja e de óleo residual produzidas durante a pesquisa. ..	73
Figura 34	- Incorporação das cápsulas na mistura asfáltica: a) adição das cápsulas; b) Mistura homogeneizada	77
Figura 35	- Configuração do equipamento para realização do ensaio de <i>Creep</i> estático. .	82
Figura 36	- Prensa utilizada no condicionamento e ruptura total do corpo de prova.	84
Figura 37	- Processo de condicionamento da amostra: a) amostra conformada pelo anel de estabilidade Marshall; b) carregamento axial.	86
Figura 38	- Corpos de prova em descanso.	86
Figura 39	- Liberação do óleo após ruptura das cápsulas.	87
Figura 40	- Prensa hidráulica utilizada no ensaio.	89

LISTA DE TABELAS

Tabela 1	-	Composição granulométrica dos agregados.	64
Tabela 2	-	Massa específica dos agregados.	65
Tabela 3	-	Resultados de caracterização do ligante asfáltico.....	66
Tabela 4	-	Composição da mistura asfáltica dosada sem a adição das cápsulas.....	75
Tabela 5	-	Composição final da mistura asfáltica dosada com a adição das cápsulas.	75
Tabela 6	-	Parâmetros mecânicos e volumétricos de projeto obtidos para a mistura sem adição de cápsulas.....	76
Tabela 7	-	Parâmetros mecânicos encontrados no ensaio de fadiga	97
Tabela 8	-	Resultado médio dos parâmetros de sensibilidade à deformação permanente	99
Tabela 9	-	Comparação das resistências à tração médias obtidas após a autorregeneração com a RT máxima medida.	103
Tabela 10	-	Comparação do ensaio de 2 ciclos com o de 1 ciclo.	106
Tabela 11	-	Parâmetros utilizados no ensaio de autorregeneração com carregamento dinâmico.	107
Tabela 12	-	Comparação do número N médio obtido após a autorregeneração com o N de referência.....	110

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	13
1.1	CONSIDERAÇÕES INICIAIS	13
1.2	JUSTIFICATIVA	14
1.3	OBJETIVOS	16
1.3.1	Objetivo geral.....	16
1.3.2	Objetivos específicos.....	16
1.4	ORGANIZAÇÃO DO TRABALHO	16
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	18
2.1	CONCEITOS GERAIS SOBRE OS PAVIMENTOS ASFÁLTICOS	18
2.1.1	Ligantes asfálticos.....	19
2.1.1.1	<i>Composição química</i>	19
2.1.1.2	<i>Envelhecimento dos ligantes asfálticos</i>	22
2.1.2	Patologias nos pavimentos	23
2.1.2.1	<i>Trincamento por fadiga</i>	28
2.1.3	Manutenção e reabilitação de pavimentos	33
2.1.3.1	<i>Técnicas de Manutenção</i>	34
2.1.3.2	<i>Técnicas de Reabilitação.....</i>	35
2.2	AUTORREGENERAÇÃO EM MISTURAS ASFÁLTICAS	35
2.2.1	Definição de autorregeneração.....	35
2.2.2	Métodos de autorregeneração	39
2.2.2.1	<i>Aquecimento por Indução</i>	39
2.2.2.2	<i>Aquecimento por micro-ondas</i>	43
2.2.2.3	<i>Agentes rejuvenescedores encapsulados</i>	44
2.3	CÁPSULAS DE ALGINATO DE CÁLCIO.....	46
2.3.1	Processo de encapsulação.....	47
2.3.1.1	<i>Gelificação Ionotrópica do alginato</i>	48
2.4	ÓLEOS VEGETAIS COMO REJUVENESCEDORES	50
2.5	METODOLOGIAS DE AVALIAÇÃO DO <i>SELF-HEALING</i>	51
3	MATERIAIS E MÉTODOS	62
3.1	MATERIAIS	63
3.1.1	Agregados	63

3.1.2	Ligante Asfáltico	65
3.1.3	Agentes rejuvenescedores	67
3.1.4	Cápsulas	69
3.2	MÉTODOS	74
3.2.1	Dosagem da mistura asfáltica	74
3.2.2	Adição das cápsulas na mistura asfáltica	76
3.2.3	Produção das amostras de mistura asfáltica	78
3.2.4	Caracterização das misturas asfálticas	78
3.2.4.1	<i>Avaliação da adição de cápsulas no comportamento mecânico das misturas asfálticas</i>	79
3.2.4.2	<i>Avaliação da autorregeneração</i>	83
3.2.5	Análise estatística	90
4	RESULTADOS	93
4.1	AVALIAÇÃO DO COMPORTAMENTO MECÂNICO DAS MISTURAS ASFÁLTICAS	93
4.1.1	Resistência à tração por compressão diametral	93
4.1.2	Módulo de resiliência	94
4.1.3	Vida de fadiga à tensão controlada	96
4.1.4	Deformação permanente no <i>Creep</i> estático	99
4.2	AVALIAÇÃO DA AUTORREGENERAÇÃO	100
4.2.1	Autorregeneração com carregamento estático	101
4.2.1.1	<i>Nível de fissuração de 80%</i>	101
4.2.1.2	<i>Nível de fissuração de 50%</i>	102
4.2.1.3	<i>Discussões</i>	103
4.2.2	Autorregeneração com carregamento estático via dois ciclos de carregamento/autorregeneração	105
4.2.3	Autorregeneração com carregamento dinâmico	106
4.2.3.1	<i>Níveis de tensões aplicados</i>	106
4.2.3.2	<i>Nível de fissuração de 80%</i>	107
4.2.3.3	<i>Nível de fissuração de 50%</i>	108
4.2.3.4	<i>Discussões</i>	109
5	CONSIDERAÇÕES FINAIS	112
5.1	CONCLUSÕES	112

5.2	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	114
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	116

1 INTRODUÇÃO

Neste capítulo são apresentados as considerações iniciais sobre o assunto abordado, a justificativa para a realização, os objetivos da pesquisa, e por fim, a organização do trabalho.

1.1 CONSIDERAÇÕES INICIAIS

A malha rodoviária no Brasil constitui-se como uma infraestrutura de suma importância para o desenvolvimento econômico do país, visto que as rodovias são o principal modal de transporte que interconecta as cinco regiões geográficas ao longo dos 8,5 milhões de quilômetros quadrados de área territorial que abriga em torno de 209,5 milhões de brasileiros. De acordo com o Boletim Estatístico Unificado da Confederação Nacional dos Transportes (CNT, 2021), atualmente a malha nacional é composta por 1.718.395 quilômetros, sendo que apenas 212.562 quilômetros estão pavimentados.

A grande maioria desta malha pavimentada é formada por pavimentos asfálticos flexíveis, que requer ações rotineiras de manutenção e reabilitação durante seu período de serviço como uma maneira de promover níveis satisfatórios de segurança e conforto aos usuários, além de prolongar a vida útil destas estruturas. Sendo assim, é necessária uma atenção maior das instituições a respeito deste modal, de forma que a alocação dos investimentos, muitas das vezes insuficientes, seja feita de forma otimizada para garantir a segurança de trafegabilidade aos usuários.

O pavimento asfáltico encontra-se em estado contínuo de degradação, seja por meio das ações do tráfego, devido às solicitações de cargas excessivas, falta de manutenções periódicas ou pelas ações climáticas. Estes fatores, agindo isoladamente ou de forma associada, causam a ruptura da camada de revestimento. As trincas na camada asfáltica são um dos primeiros indícios da redução da capacidade funcional e estrutural dos pavimentos, originadas a partir dos fenômenos de fadiga dos materiais constituintes. Outros fatores, mais especificamente relacionados à causas ambientais, que tornam o pavimento asfáltico mais sensível à fadiga por meio da redução de sua capacidade resiliente, são o envelhecimento por oxidação do ligante asfáltico e o dano causado por umidade (GODOI, 2017; XU *et al.*, 2018).

Por outro lado, o ligante asfáltico tem a propriedade de viscosidade associada a variação de temperatura, o que caracteriza o compósito com o comportamento de fluido-newtoniano. Desta forma, a partir deste comportamento é possível que, em certas condições, o ligante asfáltico seja drenado pelas fissuras existentes, preenchendo-as até que em determinado

momento a pressão e a tensão superficial do material sejam iguais às da mistura asfáltica rígida ao entorno, reestabelecendo a continuidade da estrutura. Dito isso, é possível observar o fenômeno de autorregeneração das misturas asfálticas (LIU *et al.*, 2012; GARCÍA *et al.*, 2015).

Este fenômeno é influenciado por diversos fatores, como a necessidade de o material atingir uma temperatura mínima, que pode variar de acordo com a natureza dos seus constituintes, geralmente de 20°C a 70°C, a graduação dos agregados constituintes, a viscosidade do ligante e os períodos sem tráfego. Tanto a recuperação da rigidez quanto o aumento da vida a fadiga estão condicionadas à estas propriedades, com um importante destaque para os tempos de descanso induzidos (LIU *et al.*, 2012; GARCIA *et al.*, 2015).

1.2 JUSTIFICATIVA

As instituições estão introduzindo alternativas mais econômicas na produção das misturas asfálticas à quente, um exemplo disso é a aplicação dos materiais provenientes de pavimentos asfálticos reciclados, com importante destaque ao combate da fissuração e das deformações permanentes, fenômenos que para serem corrigidos geram grandes despesas com a restauração da estrutura (ZARGAR *et al.*, 2012).

Su *et al.* (2015) sugerem que a reciclagem é um dos métodos mais econômicos para lidar com a recuperação de pavimentos, porém ainda é um problema quando existe uma grande quantidade de ligante envelhecido. Nesse contexto, o uso de óleos vegetais no papel de agentes rejuvenescedores, como óleo de girassol, soja e canola, por exemplo, para restaurar as propriedades iniciais do asfalto configura-se como uma metodologia viável para a manutenção de pavimentos de forma econômica e ecológica.

Conforme García *et al.* (2009), ainda não existem soluções que fechem de forma total as trincas presentes no pavimento. Desta forma, quando há indícios do processo de fissuração, usualmente são aplicados selantes para proteger a mistura das degradações ambientais e penetração de umidade. Em outras situações, podem ser aplicados rejuvenescedores que alteram a composição química do ligante asfáltico. Ambos os procedimentos possibilitam um aumento na vida útil do pavimento e adiam a reconstrução, contudo, são feitos apenas na região superficial da camada asfáltica e podem causar problemas de aderência entre o pavimento e pneu dos veículos.

Segundo Al-Mansoori *et al.* (2017), devido ao tráfego constante nas rodovias, a taxa de crescimento da fissuração pode ser mais elevada do que a taxa de autorregeneração, ou *self-healing*, como o fenômeno também é denominado, e assim, desta forma impedir a

autorregeneração das misturas asfálticas. Neste cenário é que surge a possibilidade da aplicação das cápsulas contendo agentes rejuvenescedores incorporados em seu núcleo, durante o processo de produção da mistura asfáltica. O conceito principal é que cápsulas inseridas permaneçam intactas durante a usinagem, a aplicação, a compactação na pista de rolamento e a vida útil do pavimento até que, em determinado momento, por causas externas, como uma solicitação excessiva ou o processo natural de fissuração, ocorra a ruptura das mesmas, liberando o agente que promove a redução da viscosidade do ligante asfáltico e a regeneração de forma acelerada (GARCÍA *et al.*, 2010).

A regeneração ocorre, uma vez que, a partir da fissura da cápsula, o agente rejuvenescedor em seu conteúdo, óleo vegetal, por exemplo, é liberado para a região ao entorno da cápsula, reduzindo a viscosidade do ligante. Sendo assim, o ligante flui por gravidade por estas trincas, facilitando o processo de autorregeneração. Desta forma, o que caracteriza o processo como vantajoso é o fato de não haver a necessidade de intervenção externa na pista (PACIÊNCIA, 2018; BARROS, 2020).

Conforme Xu *et al.* (2018), na última década ocorreu um avanço significativo nas pesquisas e tecnologias que objetivam acelerar o fenômeno de autorregeneração (*self-healing*), com um importante destaque para o aquecimento por indução (GARCÍA *et al.*, 2011) nas misturas asfálticas incorporadas por fibras metálicas e com a aplicação de agentes rejuvenescedores encapsulados (MICAÉLO *et al.*, 2016).

No âmbito do uso de agentes rejuvenescedores encapsulados, além do trabalho de Micaelo *et al.* (2016), cabe destacar os de Al-Manssori *et al.* (2017), Al-Manssori *et al.* (2018a), Al-Manssori *et al.* (2018b), Paciência (2018) e Barros (2020).

Segundo Barros (2020), a aplicação de tais métodos com o intuito de reestabelecer características mecânicas prévias do pavimento ainda é recente, portanto, existem diversas possibilidades de materiais rejuvenescedores a serem utilizados na confecção das cápsulas, especialmente aqueles que concernem ao emprego mediante ao baixo custo e que conferem sustentabilidade aos projetos de pavimentação.

Neste contexto, visto que ainda existem diversas possibilidades e alternativas acerca da problemática e que os óleos vegetais de cozinha, virgens ou residuais, ainda foram pouco explorados como agentes rejuvenescedores encapsulados para o ligante asfáltico, através do presente trabalho busca-se ampliar os conhecimentos na área das pesquisas acadêmicas que têm como intuito reestabelecer parcialmente ou totalmente as propriedades iniciais das camadas de revestimento dos pavimentos por meio da autorregeneração das misturas asfálticas aditivadas com cápsulas de alginato de cálcio.

1.3 OBJETIVOS

Os objetivos da presente pesquisa foram divididos em objetivo geral e objetivos específicos.

1.3.1 Objetivo geral

A pesquisa tem como objetivo analisar o processo de autorregeneração de misturas asfálticas incorporadas com agentes rejuvenescedores encapsulados na presença de alginato de sódio obtidos a partir do uso de óleo vegetal de soja virgem e óleos residuais provenientes do processo de fritura alimentícia.

1.3.2 Objetivos específicos

De forma específica, com o estudo, busca-se:

- a) avaliar a influência da incorporação de cápsulas contendo óleos vegetais como rejuvenescedores nas propriedades mecânicas da mistura asfáltica;
- b) avaliar a capacidade de autorregeneração das misturas através de ensaios mecânicos com carregamento estático e dinâmico;
- c) desenvolver uma nova metodologia para a avaliação da autorregeneração através da aplicação de carregamento dinâmico;
- d) desenvolver a encapsulação dos agentes rejuvenescedores por gelificação ionotrópica do alginato em laboratório.

1.4 ORGANIZAÇÃO DO TRABALHO

O presente trabalho encontra-se organizado em 5 capítulos, sendo o primeiro a Introdução da pesquisa, composto pelas Considerações iniciais, Justificativa do estudo, Objetivos e a Organização do trabalho.

No capítulo 2 é apresentada a Revisão Bibliográfica, abordando conceitos sobre as misturas asfálticas, cápsulas de alginato de cálcio e o processo de autorregeneração das misturas asfálticas.

No capítulo 3 são apresentados os materiais utilizados no trabalho, assim como é definida a metodologia dos ensaios utilizados em cada etapa e os procedimentos adotados para o desenvolvimento do trabalho.

No capítulo 4 são apresentados os resultados obtidos referentes à experimentação feita previamente, como também as discussões a respeito dos mesmos.

No capítulo 5 são apresentadas as principais conclusões obtidas pelo trabalho e sugestões para desenvolvimento de pesquisas futuras em áreas correlatas ao assunto estudado.

Por fim, são apresentadas as Referências Bibliográficas utilizadas durante a execução da pesquisa.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste presente capítulo é apresentado o referencial teórico necessário para o desenvolvimento e elaboração deste trabalho. Sendo assim, primeiramente, são apresentados conceitos relativos aos ligantes asfálticos e às misturas asfálticas em geral. Logo após, são abordados os principais problemas e patologias que a camada de revestimento sofre devido aos efeitos do tráfego e intempéries, ao longo de sua vida útil, para que em seguida, por fim, sejam apresentados os procedimentos de manutenção e reparos da camada de rolamento.

Após as considerações iniciais sobre as misturas asfálticas, é apresentado o fenômeno de *self-healing* nestes materiais, que também é designado como autorregeneração ao longo do texto do trabalho, as principais técnicas existentes de indução deste processo e os materiais utilizados nesta aplicação.

Em seguida, são apresentados os conceitos e propriedades referentes aos óleos vegetais e aos outros materiais utilizados para a confecção das cápsulas, que são utilizadas como agentes rejuvenescedores da mistura asfáltica, assim como o processo de fabricação em si. Finalmente, o capítulo será encerrado com a apresentação dos resultados publicados dos trabalhos que abordam o uso de cápsulas de alginato de cálcio como método acelerador do processo de autorregeneração.

2.1 CONCEITOS GERAIS SOBRE OS PAVIMENTOS ASFÁLTICOS

O pavimento é uma estrutura constituída de diversas camadas acomodadas sobre uma superfície plana obtida por meio de obras de terraplanagem e que tem como finalidade resistir aos esforços gerados pelo tráfego de veículos e às ações climáticas. Ademais, tal estrutura deve proporcionar aos usuários boas condições de rolamento, conforto, economia e segurança durante seus deslocamentos (BERNUCCI *et al.*, 2008). Sendo assim, os pavimentos classificados como flexíveis são aqueles que possuem a camada superior formada por ligante asfáltico e agregados, e as camadas inferiores subjacentes constituídas por materiais granulares ou solos (MARQUES, 2018).

Através de uma abordagem mais específica, conforme Medina (1997), a camada de revestimento é a superior na estrutura do pavimento, a qual se destina a resistir principalmente às ações geradas pelo tráfego de veículos, impermeabilizar as camadas inferiores e oferecer condições adequadas de rolamento, proporcionando conforto e segurança ao usuário, de modo

que distribua as solicitações de forma atenuada para as camadas inferiores. Desta forma, pode se inferir que tal camada está em grande parte relacionada com a qualidade da via.

O revestimento asfáltico, material mais utilizado nas superfícies das rodovias, é a fração superior do pavimento destinada ao rolamento dos veículos, por isso deve resistir diretamente à ação do tráfego. Geralmente é formado por uma mistura de ligantes asfálticos e agregados, sendo estes correspondentes a cerca de 90% a 95% em peso e de 70% a 85% do volume. Os agregados conferem estabilidade à estrutura, enquanto que, o ligante é um fluido que funciona como uma espécie de adesivo entre os elementos pétreos, tendo sua viscosidade influenciada pela temperatura (MENDES, 2011; AL-MANSOORI *et al.*, 2017).

De acordo com Sun *et al.* (2018), os concretos asfálticos, os quais compõem as camadas de revestimento asfáltico, são projetados para terem sua vida útil em certa quantidade de anos, entretanto a realidade que se observa é uma durabilidade do pavimento em boas condições muito menor do que a prevista. Esta redução é principalmente causada pelo trincamento por fadiga, o qual está diretamente relacionado ao tráfego repetido, aos fatores ambientais e ao aumento da rigidez da estrutura, ocasionada pela reação de oxidação ocorrida entre as cadeias de hidrocarbonetos presentes no ligante asfáltico e o oxigênio do ar atmosférico (GARCÍA *et al.*, 2010).

2.1.1 Ligantes asfálticos

Neste tópico é apresentada a composição química e o como se dá o processo de envelhecimento dos ligantes asfálticos.

2.1.1.1 Composição química

Os ligantes asfálticos empregados na pavimentação são produtos derivados da destilação do petróleo bruto, sendo que os mesmos possuem características de serem materiais impermeáveis, pouco reativos e que trabalham como adesivos termoplásticos, promovendo uma forte união entre os agregados. Em termos de composição química, são compostos por 90 a 95% de hidrocarbonetos e de 5 a 10% de heteroátomos, como oxigênio, enxofre, nitrogênio e metais (BERNUCCI *et al.*, 2008). Tais materiais são formados por uma parte sólida, denominada asfaltenos, e uma parte líquida, os maltenos, estes que podem ser subdivididos em cadeias aromáticas polares, cadeias aromáticas de naftaleno e os parafínicos (GARCIA *et al.*, 2010).

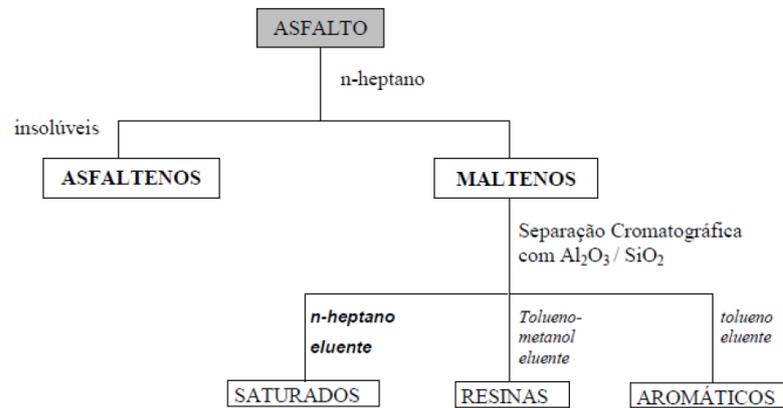
As propriedades físicas dos ligantes estão diretamente relacionadas às características da fonte de petróleo, ao processo de extração e ao processo de refinamento. Sendo assim, a composição química do material influencia nas suas propriedades mecânicas, reatividade química, além de indicar a qualidade e a natureza dos produtos formados após as reações oxidativas (IQBAL *et al.*, 2006).

Conforme Shell (2003), de forma generalizada, uma análise elementar dos ligantes asfálticos produzidos mostra que podem ser encontrados de 82 a 88% de carbono, 8 a 11% de nitrogênio, 0 a 6% de enxofre, 0 a 1,5% de oxigênio e de 0 a 1% de nitrogênio. Segundo Pamplona (2013), por ser um material de natureza muito complexa, diversas metodologias com a finalidade de separação das frações dos ligantes asfálticos foram estudadas, e a que obteve mais destaque e aplicação foi a do químico Corbett (1969).

Apesar da complexidade para realizar o fracionamento dos asfaltos, visto que existem inúmeras fontes de extração e processos de refino, atualmente, o método mais moderno de fracionamento é o desenvolvido e normatizado por meio da Norma D4124-01 (ASTM, 2018), que define como frações: os saturados, os nafteno-aromáticos, os polar-aromáticos e os asfaltenos. Por outro lado, na Europa, o emprego maior é do método SARA, elaborado por Corbett (BERNUCCI *et al.*, 2008).

De acordo com Corbett (1969), o ligante asfáltico pode ser fracionado através da diferença de solubilidade e polaridade conforme as quatro categorias: saturados (S), aromáticos (A), resinas (R) e asfaltenos (A), sendo por isso a classificação denominada como SARA (Figura 1). Desta forma, os asfaltenos representam a fração mais pesada, com maior polaridade e insolubilidade em n-heptano, enquanto os saturados, aromáticos e as resinas, que compõem a fração maltênica, têm como característica a baixa massa molar, baixa polaridade e a solubilidade em n-heptano. O Esquema 1 apresenta os processos referentes à classificação SARA.

Esquema 1 - Classificação SARA dos ligantes asfálticos.



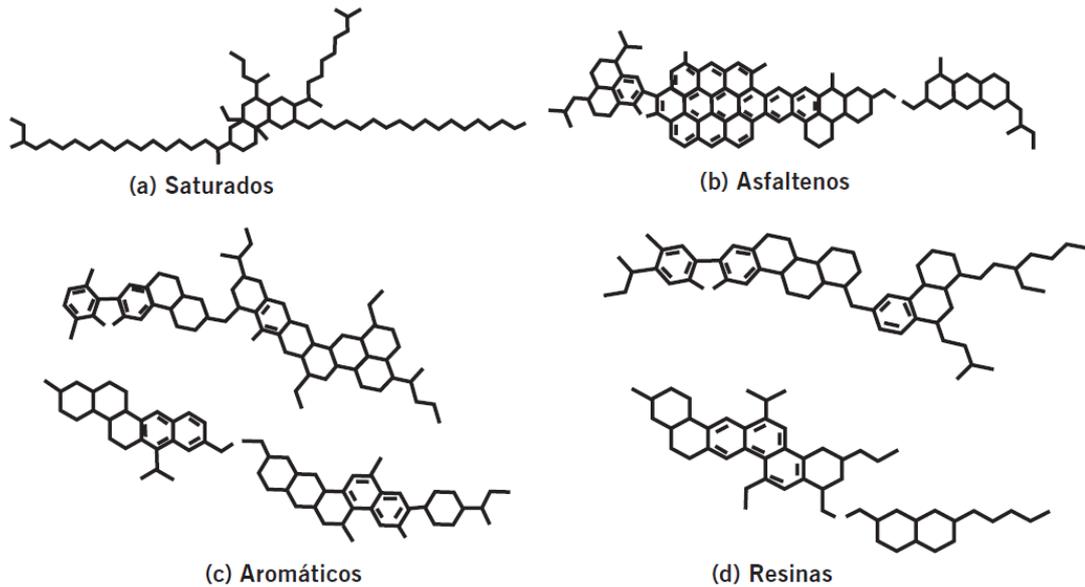
Fonte: PAMPLONA (2013).

No método SARA, os asfaltenos, como descrito no Esquema 1, são separados através da precipitação em n-heptano, sendo que posteriormente os maltenos são fracionados por cromatografia de camada fina por meio de adsorção em colunas capilares preenchidas com sílica ou alumina, seguida de eluição em solventes como n-heptano, metano-tolueno e tolueno, para que através de ionização de chama, seja possível extrair os saturados, os aromáticos e as resinas (LUCENA, 2005; BERNUCCI *et al.* 2008).

Conforme BERNUCCI *et al.* (2008), os ligantes são constituídos pelos elementos descritos a seguir:

- a) saturados (Figura 1a), constituem de 5 a 20% do asfalto, são óleos viscosos não polares transparentes, representados pelas cadeias retas e ramificadas de hidrocarbonetos;
- b) asfaltenos (Figura 1b), os quais representam de 5 a 25% do asfalto, são aglomerados de elementos polares e polarizáveis, formados por ligações intermoleculares de hidrocarbonetos naftalénicos condensados e de cadeias saturadas curtas. Sendo sólidos pretos ou marrons, de forma que quanto maior o seu teor, maior será a viscosidade e a dureza do ligante asfáltico;
- c) aromáticos (Figura 1c), que representam de 40 a 60% do asfalto, são um meio de dispersão e peptização dos asfaltenos. Têm como características ser um líquido amarelo polar, possuir baixa massa molar e cadeias insaturadas de carbono;
- d) resinas (Figura 1d), constituídas predominantemente de hidrogênio e carbono, e menores proporções de oxigênio, enxofre e nitrogênio. São sólidas ou semissólidas, de natureza polar e fortemente adesiva, o que influencia no comportamento gelatinoso do ligante.

Figura 1 - Composição dos ligantes asfálticos.



Fonte: BERNUCCI *et al.* (2008).

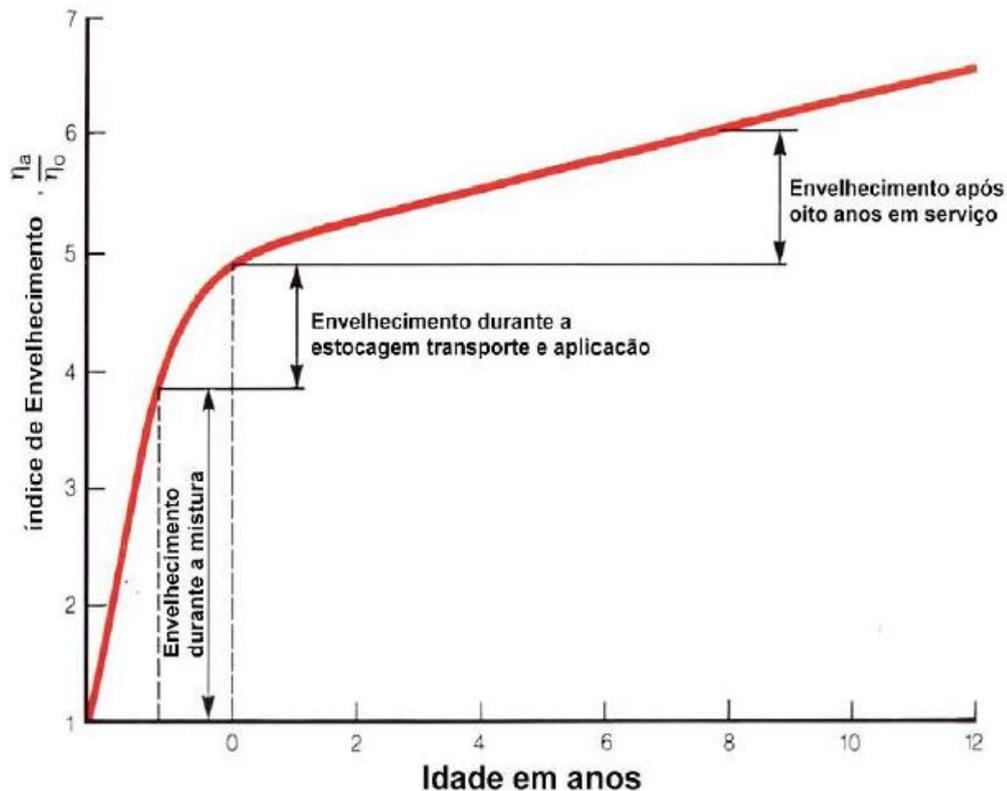
2.1.1.2 Envelhecimento dos ligantes asfálticos

O processo de envelhecimento dos ligantes asfálticos é definido como o fenômeno responsável por causar variações nas características físicas, químicas e reológicas que ocorrem desde a estocagem, produção ou usinagem, aplicação na pista e até durante a vida de serviço do pavimento (TONIAL, 2001).

O fenômeno de envelhecimento dos ligantes asfálticos é classificado de duas formas: a curto prazo, relacionado ao período que o material asfáltico é misturado aos agregados minerais durante a usinagem sob ação do aumento da temperatura, ao transporte até o canteiro de obras, na distribuição e compactação; e a longo prazo, o qual é o período relacionado a vida de serviço, na qual o pavimento é submetido à ações climáticas e solicitações provenientes do tráfego de veículos (MORILHA JUNIOR, 2004).

Como forma de comparação entre o efeito do envelhecimento durante o período de uso do ligante asfáltico, o Gráfico 1 apresenta o índice de envelhecimento, que é basicamente a relação entre a viscosidade em dado instante (η_a) e a viscosidade inicial (η_0), considerada no momento da produção do ligante (WHITEOAK, 1990). Portanto, mostra que a maior parte do fenômeno de envelhecimento do ligante asfáltico ocorre nos momentos iniciais, desde a mistura até a aplicação na pista, o que corresponde ao envelhecimento de curto prazo.

Gráfico 1 - Envelhecimento do ligante asfáltico.



Fonte: WHITEOAK (1990).

Segundo Cravo (2016), os principais agentes ambientais responsáveis pelo processo de oxidação e conseqüentemente o envelhecimento dos ligantes asfálticos são: a luz, que induz reações de foto-oxidação; as variações de temperatura, que aumentam a taxa de difusão do oxigênio e fornecem energia para as reações de oxidação; a água, que em estado líquido ou gasoso degrada o asfalto solubilizando seus constituintes e por fim, o oxigênio, que penetra no pavimento asfáltico por meio da difusão, se unindo quimicamente ao ligante asfáltico.

2.1.2 Patologias nos pavimentos

Santos (2005) afirma que os principais mecanismos de degradação dos pavimentos são as trincas por fadiga nas camadas asfálticas e as deformações permanentes nas trilhas de rodas. Entretanto, o pavimento ainda pode sofrer danos provenientes de ações oriundas de fatores ambientais, desgastes por abrasão, irregularidades na distribuição da massa de asfalto e erros de dosagem dos materiais asfálticos.

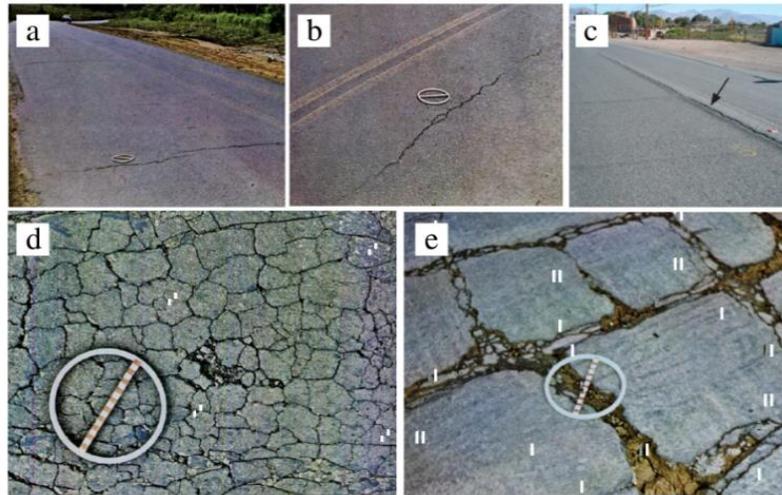
Segundo Bernucci *et al.* (2008), os defeitos na superfície dos pavimentos podem surgir a curto, médio ou longo prazo. Sendo que as causas para essas patologias provêm de fatores

como erros de projeto, devido à falta de conhecimento do volume de tráfego futuro, incompatibilidade estrutural entre as camadas, especificação inadequada dos materiais empregados, erros nos procedimentos de dosagem e falhas no sistema de drenagem; os erros construtivos, que são caracterizados por problemas durante a execução no canteiro de obras, como espessura das camadas menor que a prevista em projeto, erros nas taxas de imprimção e compactação dos materiais em temperaturas inadequadas; conservação e manutenção feitas de forma incorretas, além de evidentemente, o processo de degradação natural ao longo da vida útil do pavimento.

A terminologia TER 005 (DNIT, 2003), define os termos empregados aos defeitos inerentes aos pavimentos flexíveis e semirrígidos. Desta forma, ela classifica as patologias da maneira descrita a seguir:

- a) Fenda, descontinuidade na superfície do pavimento, que se subdivide em fissura, tipo de fenda de largura capilar, sendo que somente é percebida a olho nu a uma distância inferior a 1,5 m; trinca, fenda com abertura superior à da fissura, facilmente visível a olho nu. As trincas, por sua vez, podem ser classificadas em isoladas transversais (ortogonais ao eixo da via, Figura 2a), longitudinais (paralela ao eixo da via, Figura 2b) e de retração (aquela que está associada à retração térmica do material da base, e não a fenômenos de fadiga, Figura 2c). Por fim, as trincas isoladas, quando interconectadas, são denominadas trincas interligadas, subdivididas em trinca tipo “couro de jacaré” (associação de trincas interligadas sem direções preferenciais, Figura 2d) e trinca tipo “bloco” (associação de trincas interligadas formando com lados bem definidos, Figura 2e);

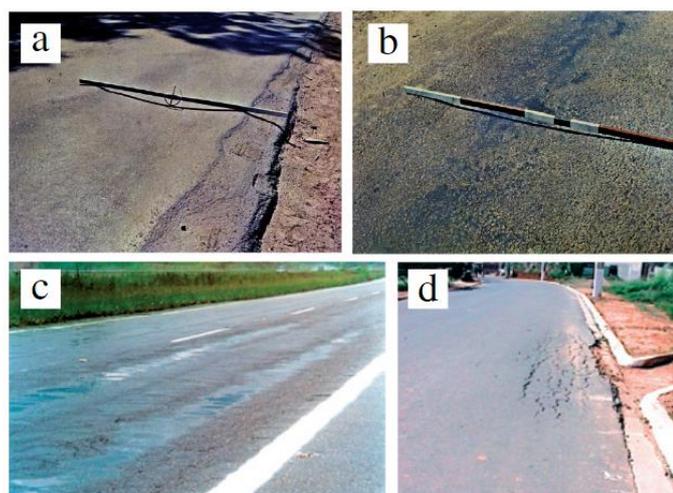
Figura 2 - Tipos de fendas no pavimento flexível.



Fonte: adaptado de BERNUCCI *et al.* (2008) e DNIT (2003).

b) afundamento, deformação permanente que causa depressão na superfície do pavimento, pode estar associada a solevamento (compensação volumétrica lateral). Tem como subdivisão os afundamentos plásticos, aqueles causados por fluência de uma ou mais camadas do pavimento ou do subleito, acompanhado de solevamento; ou o afundamento de consolidação, que é causado pela consolidação diferencial de uma ou mais camadas do pavimento ou subleito. A Figura 3 ilustra estes tipos de afundamento;

Figura 3 - Tipos de afundamento: a) e c) afundamento de trilha de roda; b) e d) afundamento local.



Fonte: Adaptado de BERNUCCI *et al.* (2008) e DNIT (2003).

c) ondulação ou corrugação, deformações transversais na superfície do pavimento (Figura 4);

Figura 4 - Ondulações.



Fonte: DNIT (2003).

- d) escorregamento, deslocamento do revestimento em relação a camada inferior, caracterizado por aparição de fendas no formato de meia-lua (Figura 5);

Figura 5 - Escorregamento.



Fonte: DNIT (2003).

- e) exsudação, excesso do ligante asfáltico na superfície do pavimento (Figura 6);

Figura 6 - Exsudação.



Fonte: DNIT (2003).

- f) desgaste, resultado do arrancamento gradual do agregado do pavimento, que torna a superfície áspera e tem como causa os esforços cisalhantes oriundos do tráfego (Figura 7);

Figura 7 - Desgaste.



Fonte: DNIT (2003).

- g) panela ou buraco, cavidade no revestimento proveniente de inúmeras causas (Figura 8);

Figura 8 - Panela ou buraco.



Fonte: DNIT (2003).

h) remendo, superfície da panela preenchida com uma ou mais camadas após procedimento de reparo. São subdivididos em remendos profundos, quando há substituição do revestimento e outras camadas inferiores, ou superficiais, quando é feita a aplicação de uma camada de correção sobre o revestimento (Figura 9).

Figura 9 - Remendo.



Fonte: BERNUCCI *et al.* (2008).

2.1.2.1 *Trincamento por fadiga*

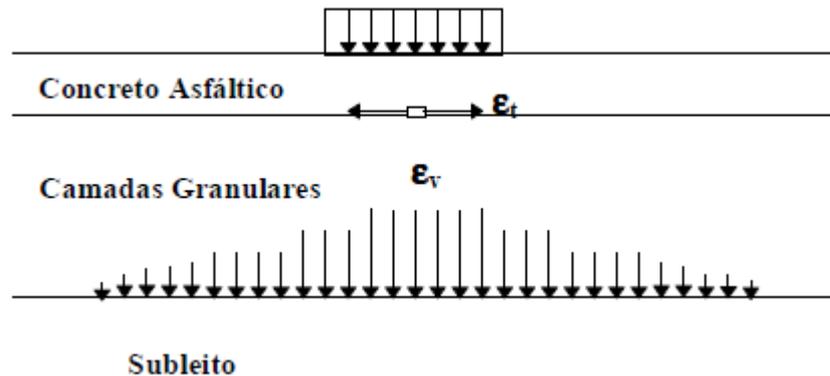
Conforme Barros (2020), a principal causa dos danos estruturais são as ações oriundas do tráfego ao longo da vida de serviço do pavimento. Sendo que os mesmos podem ser classificados em recuperáveis ou permanentes. Segundo Nascimento (2014), no Brasil, o principal mecanismo que causa ruptura seguida de degradação progressiva nos pavimentos asfálticos é o trincamento por fadiga, que é o foco principal de abordagem do trabalho.

O trincamento dos pavimentos asfálticos corresponde ao início de uma deterioração estrutural que altera a distribuição de tensões de toda a estrutura. Apesar de não ser o dano que acometa de forma mais significativa o conforto e a segurança do usuário, pode gradualmente se transformar em um problema mais grave, podendo ainda prejudicar o desempenho da camada de rolamento ou de todo o conjunto que compõe o pavimento. Já o trincamento por fadiga ocorre devido à solicitação repetitiva do material, o que é característico dos revestimentos flexíveis, visto que dessa forma a ruptura ocorre com uma tensão inferior à ruptura causada por meio do carregamento estático (SANTOS, 2005; BASTOS, 2010).

De acordo com o método de ensaio ME 183 (DNIT, 2018), o fenômeno correspondente ao trincamento por fadiga é definido como a “redução da resistência de um material sob um carregamento repetido, de magnitude inferior à sua resistência sob o carregamento estático”. Em outras palavras, conforme Preussler *et al.* (1981), a fadiga do material pode ser descrita quando o mesmo é submetido a um estado repetido de tensões e deformações, gerando trincas ou até mesmo a ruptura, após um número suficiente de repetições do carregamento, ou seja, perda de resistência após ser solicitado por um carregamento repetitivo.

O pavimento flexível, como já mencionado anteriormente, é aquele que possui um revestimento asfáltico na camada superior associado a camadas subjacentes compostas de materiais granulares ou solos. Durante o tráfego dos veículos, as solicitações geram tensões e deformações na estrutura, sendo que as camadas de revestimento e base atenuam as tensões verticais compressivas transmitidas ao subleito por meio de uma indução de tensões cisalhantes horizontais (ϵ_t), como mostra a Figura 10. Dessa forma, as tensões na fibra inferior atuando repetidamente na camada asfáltica conduzem ao trincamento por fadiga e as tensões verticais (ϵ_v) levam a afundamento por deformação permanente na trilha de roda e ondulação longitudinal (GONÇALVES, 2002).

Figura 10 - Tensões geradas no pavimento flexível.

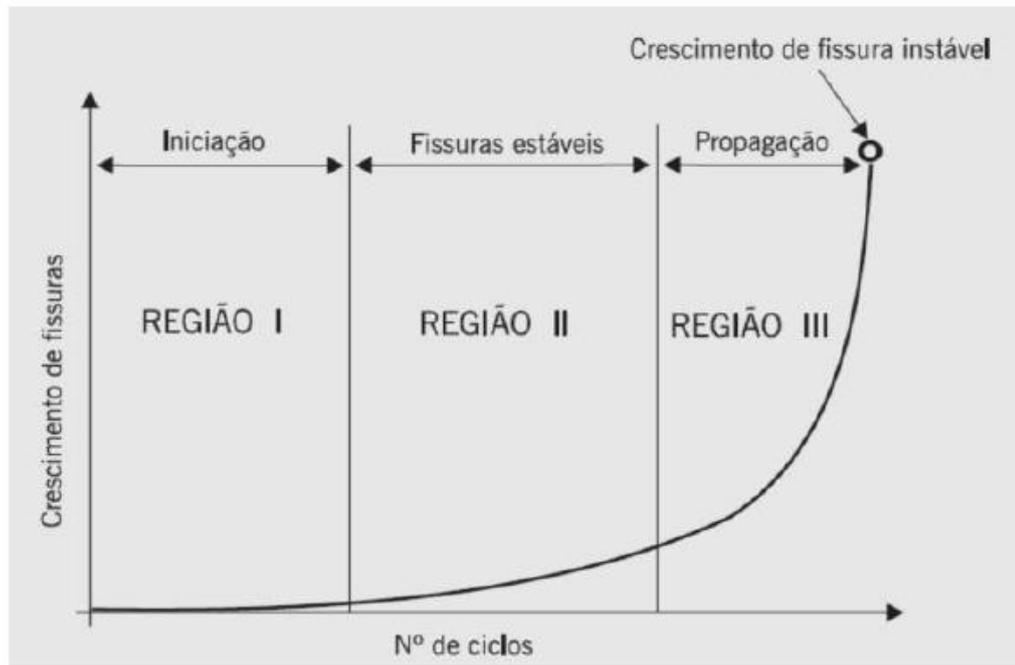


Fonte: GONÇALVES (2002).

Fontes (2009) também descreve o processo de formação das trincas por fadiga que se iniciam na parte inferior da camada asfáltica, geralmente situadas abaixo das trilhas de rodas dos veículos, local em que ocorrem as maiores flexões. Ao final da vida de fadiga, tais trincas inferiores propagam-se até a superfície, sendo que frequentemente as trincas isoladas se interligam e se transformam em trincas ramificadas, fazendo com que o pavimento apresente o trincamento do tipo “couro de jacaré”. As consequências da fadiga do revestimento podem afetar o pavimento de forma global, atingindo todas as camadas ou apenas a camada de desgaste (MINHOTO, 2005).

As trincas na camada asfáltica se originam durante as ações repetidas do tráfego, as quais geram esforços de tração devido à flexão imposta a estrutura. A fissuração por fadiga que ocorre no pavimento asfáltico é dividida em três estágios, conforme apresenta o Gráfico 2. Na região I acontecem as primeiras microfissuras, sendo que a densidade do deslocamento cresce e as zonas de danos irreversíveis se originam. Já na região II aparecem as microfissuras na coalescência das microfissuras. Por fim, na região III ocorre o aumento das microfissuras até o momento de ruptura completa da estrutura (FONTES, 2009).

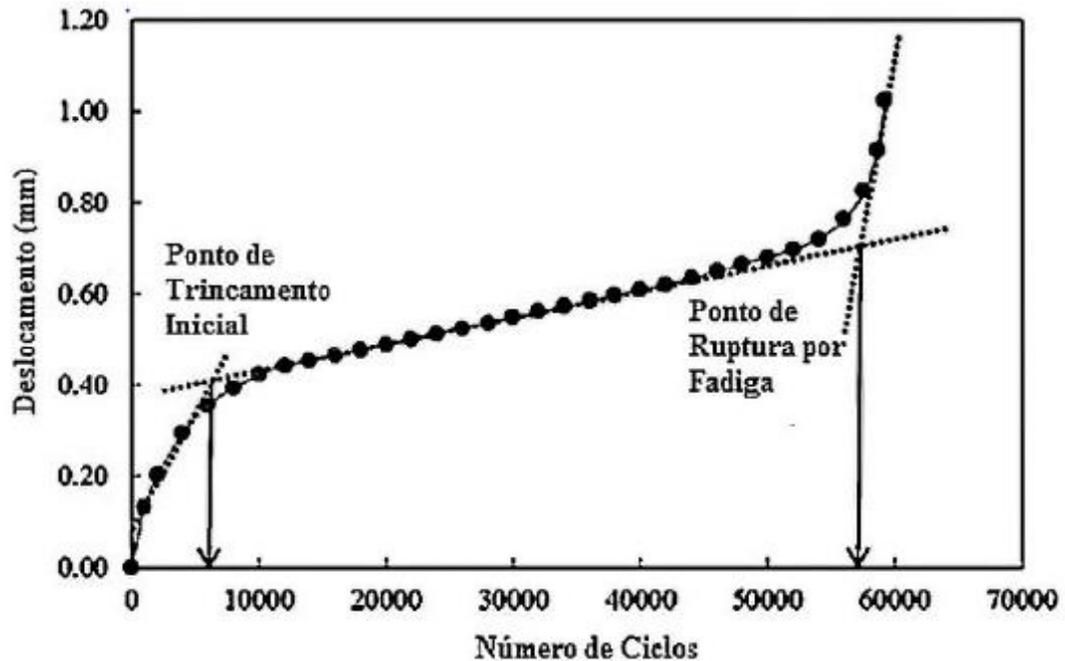
Gráfico 2 - Estágios da fissuração por fadiga.



Fonte: BERNUCCI *et al.* (2008).

De acordo Shen e Lu (2011), uma outra forma tradicional de representar a fissuração das misturas asfálticas são as curvas na forma de “S”. O Gráfico 3 apresenta a relação entre o deslocamento e os ciclos de carga, deste modo é possível observar um rápido aumento no deslocamento até o fim do primeiro estágio, caracterizando a ocorrência de uma trinca inicial. O segundo estágio, condição linear, corresponde ao deslocamento que indica a transformação de microtrincas em macrotrincas e por fim, o terceiro estágio, no qual o deslocamento volta a aumentar rapidamente, consiste na ruptura da estrutura por fadiga.

Gráfico 3 - Curva característica do processo de fissuração das misturas asfálticas.



Fonte: BARROS (2020).

Uma outra forma de trincamento, denominada “*top-down cracks*”, pode surgir na superfície e se propagar até a base do pavimento, esse fenômeno, que ainda necessita ser investigado de forma mais aprofundada, pode ser causado devido à concentração de tensões na superfície de contato entre o pneu e o pavimento ou por variações térmicas em países mais frios, entretanto, sabe-se que não tem relação direta com a fadiga do pavimento (FREITAS *et al.*, 2004; BARROS, 2020).

Em laboratório, o dano por fadiga é definido basicamente pelo processo de iniciação e propagação da trinca. Existem diversas abordagens para avaliá-lo, como os métodos fenomenológicos e a teoria da mecânica da fratura. No primeiro, são necessários ciclos de tensão ou deformação aplicados na superfície da amostra a fim de induzir a ruptura por tensão ou deformação controlada. No segundo, a premissa básica é que todos os materiais se apresentam inerentemente com falhas, neste sentido, a vida de fadiga corresponde ao número de aplicações de carga para propagar a falha inicial até uma dimensão crítica (DI BENEDETTO *et al.* 2004; HUANG *et al.*, 2013)

De acordo com o método de ensaio ME 183 (DNIT, 2018), a vida de fadiga em campo é definida pelo número equivalente do eixo padrão (N), que representa a quantidade de repetições que tal eixo possuindo a carga 8,2 T, possa passar sobre o pavimento, sem que seja observado dano. Esta degradação é medida através da relação entre a quantidade de trincas

observadas e a área trincada admissível para cada tipo de via. Já em laboratório, a vida de fadiga é medida no ensaio à tensão controlada no qual utiliza-se o número de solicitações (N) que conduz o corpo de prova à ruptura total.

2.1.3 Manutenção e reabilitação de pavimentos

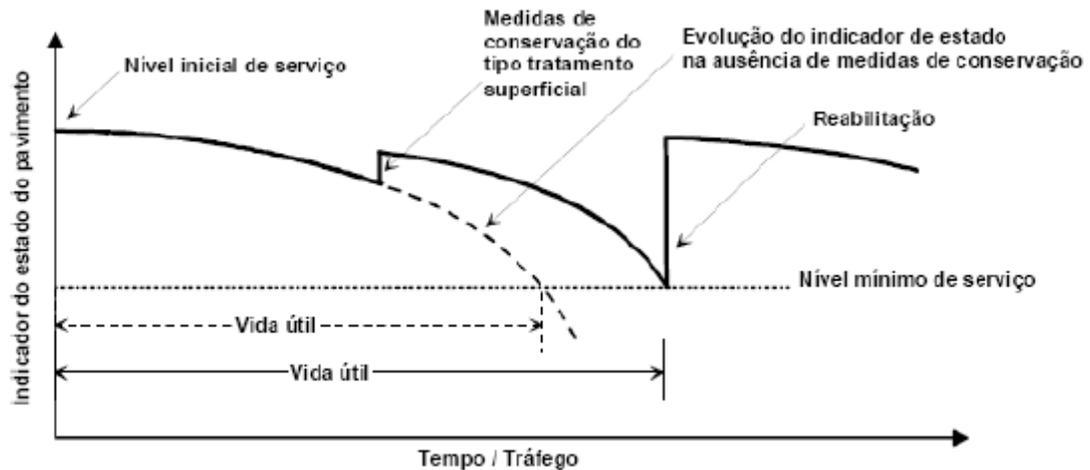
Os pavimentos rodoviários sofrem ao longo de sua vida de serviço ações provenientes do tráfego e das intempéries, isso faz com que a estrutura seja deteriorada de forma que as características funcionais e estruturais sejam prejudicadas. Neste sentido, é de extrema importância a adoção de um sistema de gerência de pavimentos para acompanhar o estado do pavimento e auxiliar na tomada de decisões com o intuito de melhorar as condições do pavimento (BIROLI, 2003; CUNHA, 2010).

Batista (2004) define as características funcionais como sendo aquelas diretamente ligadas aos aspectos geométricos da superfície do pavimento, assim como a condição de aderência entre o pneu e o pavimento, enquanto que as características estruturais estão relacionadas com a capacidade da estrutura resistir às solicitações provenientes do tráfego.

A manutenção corresponde a todas as técnicas executadas na superfície dos pavimentos com a finalidade de reestabelecer as características funcionais ou até mesmo fazer o tratamento de patologias localizadas e, portanto, não tem o intuito de aumentar a capacidade de carga do pavimento. Já o procedimento de reabilitação tem como objetivo recuperar a capacidade estrutural do pavimento, podendo até mesmo aumentar a vida útil da estrutura, de forma que o pavimento possa receber um novo ciclo de solicitações (PACIÊNCIA, 2018; BARROS, 2020).

De acordo com Batista (2004), durante a vida útil do pavimento é necessária a aplicação de medidas de conservação, denominadas anteriormente como manutenção, de forma a reestabelecer parcialmente ou totalmente as condições originais de funcionalidade da via. A partir do momento que a estrutura chega ao nível mínimo de serviço, é necessária a reabilitação do pavimento, como mostra o Gráfico 4.

Gráfico 4 - Medidas de conservação e reabilitação do pavimento.



Fonte: BATISTA (2004).

2.1.3.1 Técnicas de Manutenção

Barros (2020) apresenta as principais técnicas de manutenção, a saber: fresagem ou escarificação, reparações pontuais, selagem, tratamentos superficiais e reperfilagem, a serem utilizadas conforme o tipo de defeito observado no pavimento, ou seja, aquelas destinadas à correção das características funcionais ou patologias pontuais na camada de desgaste. Com relação à manutenção das trincas e fissuras causadas por fadiga, os principais procedimentos amplamente utilizados como forma de correção dos defeitos são a selagem através da aplicação de materiais especiais e o tratamento da superfície com agentes rejuvenescedores.

De acordo com DNIT (2006a), a selagem de trincas consiste no preenchimento das trincas e fissuras do revestimento asfáltico com materiais diversos como cimentos asfálticos, cimentos diluídos, emulsões ou selantes especiais de forma que impeça a infiltração da água para as camadas subjacentes.

A água presente na superfície penetra na estrutura do pavimento atingindo as interceções entre as camadas, as regiões com maiores vazios na base e o subleito. Consequentemente ocorre o aumento das deflexões e a deterioração da superfície do pavimento. Dito isso, é importante a realização deste procedimento como medida de conservação do pavimento, para que sua capacidade estrutural seja mantida e sua vida útil seja aumentada (BARROS, 2020).

Segundo Tabaković *et al.* (2016), o tratamento superficial com rejuvenescedores, por sua vez, consiste na aplicação de agentes rejuvenescedores como o Modeseal R20, Reclamite, Paxole 1009, Cyclepave e ACF Iterlene 1000 diretamente sobre a camada de rolamento, por meio de pulverização, o que promove a diminuição da viscosidade do ligante e o aumento da

vida de serviço do pavimento. Entretanto, o agente rejuvenescedor penetra apenas em torno de dois centímetros e pode promover a redução do coeficiente de atrito entre o pneu e o pavimento, com conseqüente perda de aderência, podendo gerar um risco para a segurança do usuário da via somado à necessidade de interrupção do tráfego para a aplicação do material (GARCIA *et al.*, 2009).

2.1.3.2 Técnicas de Reabilitação

As principais técnicas de reabilitação dos pavimentos estão relacionadas com a aplicação de uma camada de material asfáltico sobre o pavimento antigo. De maneira geral, são aplicados os mesmos materiais ou outros materiais já presentes no revestimento, como asfalto, asfalto borracha, asfaltos reciclados ou até mesmo asfaltos modificados por polímeros. Dependendo da situação da degradação pode haver fresagem ou não da camada de rolamento (BIROLI, 2003; PACIÊNCIA, 2018).

2.2 AUTORREGENERAÇÃO EM MISTURAS ASFÁLTICAS

Neste tópico são apresentadas a definição do fenômeno de autorregeneração de misturas asfálticas, assim como as principais técnicas de indução deste processo.

2.2.1 Definição de autorregeneração

Inicialmente, no ano de 1967, Bazin e Saunier divulgaram pela primeira vez os resultados obtidos em sua pesquisa referente a um fenômeno de recuperação da rigidez, da resistência e um aumento da vida de fadiga de misturas asfálticas após induzirem períodos maiores de descansos durante ensaios de fadiga. A partir disso, o fenômeno vem sendo estudado em diversas pesquisas na área de pavimentação asfáltica (XU *et al.*, 2018).

Inúmeras técnicas são empregadas como forma de conservação dos pavimentos asfálticos, como aplicações de emulsões rejuvenescedoras, asfalto espuma e diversos tipos de micro revestimentos, sempre com o intuito de aumentar a vida útil do pavimento de maneira econômica. Contudo, somente o primeiro método restaura de forma parcial ou total as propriedades originais do ligante asfáltico (BOYER, 2000; BERNUCCI *et al.* 2008)

Karlsson e Isacson (2006) fazem uma distinção entre os agentes amaciadores, aqueles representados por substâncias que reduzem a viscosidade do ligante envelhecido e os agentes

rejuvenescedores, que são substâncias com alto teor de maltenos, sendo responsáveis por alterar a composição química do ligante. Este processo ocorre por meio da restauração da proporção de asfaltenos e maltenos presentes no ligante asfáltico envelhecido (GARCÍA *et al.*, 2010).

Como complementação, conforme DNIT (2006a) os agentes rejuvenescedores são caracterizados por serem materiais constituídos por hidrocarbonetos processados de forma que seja obtido em sua composição química uma alta fração de maltenos e saturados, os quais são as substâncias oxidadas durante o envelhecimento do ligante asfáltico. Nesse sentido, quando tal material é aplicado, são restabelecidas, de modo parcial ou total, as propriedades do ligante asfáltico.

Conforme Paciência (2018), apesar da distinção feita por Karlsson e Isacson (2006) entre agentes amaciadores e rejuvenescedores, é comum uma confusão na literatura acerca de ambas terminologias, sendo que é utilizada amplamente a expressão “agentes rejuvenescedores” para substâncias que apenas reduzem a viscosidade do ligante asfáltico.

Xu *et al.* (2018) definem o processo de autorregeneração como a recuperação das propriedades do material asfáltico através da redução da presença de fissuras e trincas no pavimento. O fenômeno pode ser explicado com base na abordagem físico-química, no qual ocorre a desaceleração do dano por fadiga e que está diretamente ligado às propriedades físico-químicas do ligante e da mistura asfáltica, e também por meio da abordagem mecânica, a qual sugere que a recuperação e o aumento da vida útil da estrutura estão intrinsecamente relacionados aos tempos de descanso maiores induzidos ao pavimento.

Al-Mansoori *et al.* (2018) definem o *self-healing* como a habilidade do material se reparar sozinho após ser submetido a ações mecânicas ou térmicas, as quais geram danos no pavimento. Vale acrescentar que o processo pode acontecer de forma natural ou ser induzido por um estímulo externo. Tal capacidade é conferida às misturas asfálticas, como já dito anteriormente, devido à possibilidade de fechamento das trincas que aparecem no asfalto durante o carregamento cíclico e às variações térmicas, promovendo a consequente recuperação da resistência e rigidez da mistura. Entretanto, o *self-healing* dos materiais asfálticos funciona apenas para o reparo de microtrincas, visto que descontinuidades maiores requerem ações externas para serem corrigidas, assim como as deformações permanentes presentes no pavimento (QIU *et al.*, 2011; MENOZZI *et al.*, 2015).

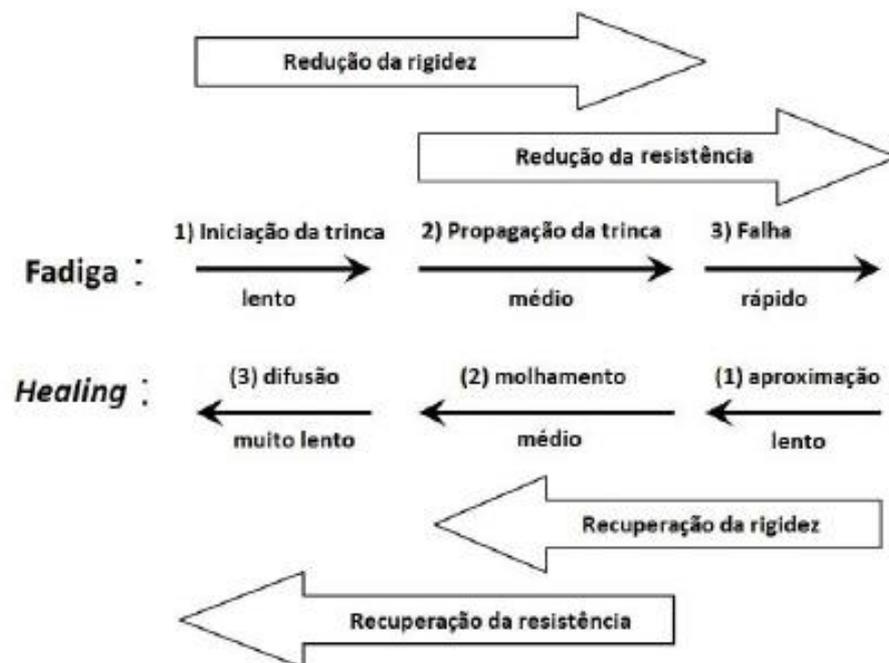
O fenômeno de regeneração das misturas asfálticas é altamente complexo, pois depende do tempo de descanso entre os pulsos gerados pelo carregamento, o estágio da fissuração, a temperatura e as características do material, como a viscosidade do ligante asfáltico e seu

confinamento. A propriedade regenerativa das misturas asfálticas deve-se à natureza viscosa do ligante asfáltico, que o torna capaz de fluir e rearranjar suas moléculas (QIU *et al.*, 2011).

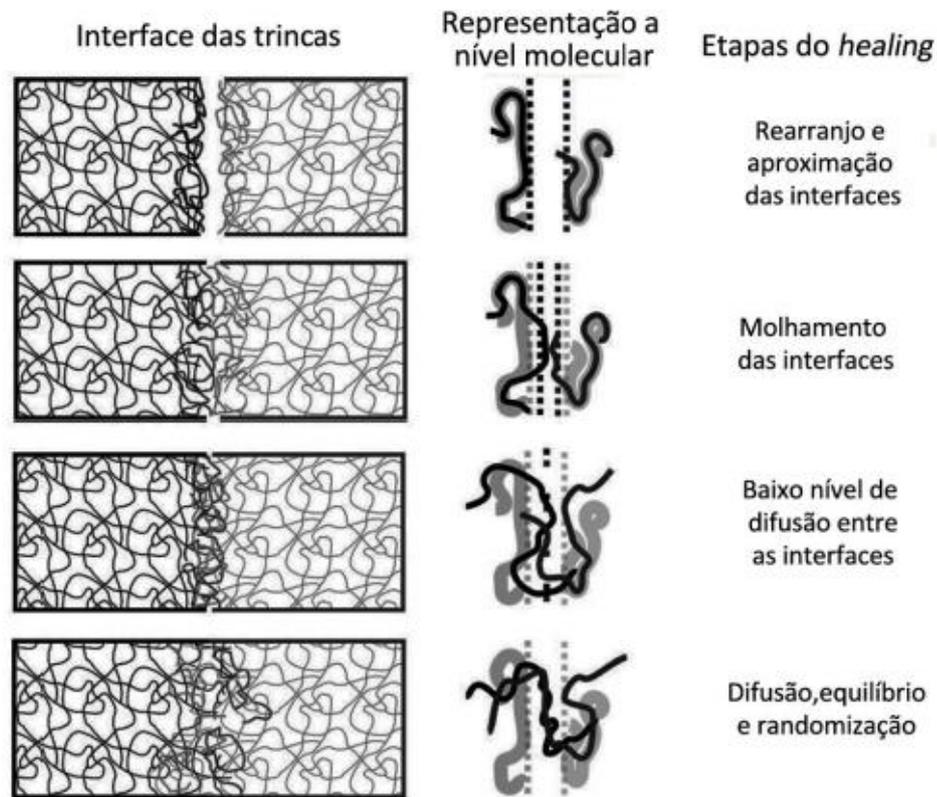
O processo de *self-healing* nas misturas asfálticas ocorre em diferentes níveis, Qiu (2011) classifica os processos em nível macro, que são as regenerações de fissuras ou trincas que ocorrem durante o intervalo de passagem dos eixos dos veículos, ou durante o aumento de temperatura nas estações mais quentes do ano. Já no nível micro, o fenômeno é observado quando ocorre nas regiões adesivas entre ligante e agregado ou quando acontece nas regiões coesivas do próprio ligante asfáltico.

De acordo com Phillips (1998) *apud* Barros (2020), ocorre uma competição durante toda a vida útil do pavimento asfáltico entre a fadiga e a regeneração (*healing*), o que pode ser observado no Esquema 2. A fadiga, como já mencionado anteriormente, pode ser dividida em três estágios, a abertura, a propagação das trincas e a ruptura total do material. Por outro lado, o processo de regeneração também é dividido em três estágios, (1) a aproximação das interfaces da estrutura trincada devido à consolidação de tensões e o fluxo do ligante asfáltico por meio das falhas; (2) o fechamento das trincas, graças ao molhamento (*wetting*) que promove a adesão das interfaces da trinca unidas por meio da energia de superfície livre e, por fim, (3) a recuperação das propriedades mecânicas devido à difusão e randomização da estrutura dos asfaltenos, como é ilustrado no Esquema 3.

Esquema 2 - Competição entre a fadiga e o *healing* nas misturas asfálticas.



Fonte: BARROS (2020).

Esquema 3 - Processo de *self-healing*.

Fonte: BARROS (2020).

Diante da complexidade de regeneração dos materiais asfálticos, algumas técnicas de manutenção têm sido estudadas com a finalidade de induzir e acelerar a autorregeneração das misturas asfálticas, como a de aquecimento por indução (GARCÍA *et al.*, 2013) e o aquecimento por micro-ondas (NORAMBUENA-CONTRERAS E GARCÍA, 2016). Tais técnicas consistem basicamente em inserir aditivos metálicos no asfalto para posterior aquecimento através de campos eletromagnéticos variados, com o objetivo de reduzir a viscosidade do ligante asfáltico para que ele possa fluir pelas trincas. Outra técnica utilizada para acelerar o *self-healing* dos materiais asfálticos é por meio do uso de cápsulas contendo rejuvenescedores que se rompem durante a fissuração e liberam o agente para fluir nas fissuras de forma que ocorra a redução da viscosidade do ligante (GARCÍA *et al.*, 2010; AL-MANSOORI *et al.*, 2018).

Qiu *et al.* (2009) definem as cinco condições essenciais que os agentes incorporados devem possuir para promover o processo de autorregeneração das misturas asfálticas, como: compatibilidade com o ligante asfáltico, estabilidade a altas temperaturas, capacidade de suportar as tensões ocorridas na mistura e na execução, temperatura de *healing* a partir de 30°C

e por fim, a capacidade de sofrer o processo autorregeneração de forma contínua ou múltiplas vezes.

2.2.2 Métodos de autorregeneração

Ao longo dos anos, diversos métodos de autorregeneração das misturas asfálticas estão sendo estudados, os que têm recebido importante destaque nas pesquisas acadêmicas são aqueles que promovem a recuperação das propriedades das misturas asfálticas através do aquecimento por indução, aquecimento por micro-ondas e os que utilizam agentes rejuvenescedores encapsulados incorporados à mistura asfáltica

2.2.2.1 Aquecimento por Indução

O aquecimento por indução dos pavimentos foi desenvolvido inicialmente e patenteado por Minsk (1968), em seu estudo foi utilizado o grafite como condutor elétrico com a finalidade de derreter neve e gelo nas superfícies de estradas por meio do aquecimento indutivo. Atualmente o aquecimento por indução das misturas tem se voltado com a finalidade de desenvolver o *self-healing* dos pavimentos. Inúmeras pesquisas têm mostrado que a temperatura é um fator determinante na regeneração das misturas asfálticas. Sendo assim, tem sido investigado na *Delft University Technology*, na Holanda, um método de regeneração dos pavimentos através do aquecimento por indução, que consiste na adição de fibras metálicas durante o processo de fabricação das misturas com a finalidade de tornar o material condutor. Outras pesquisas também estão sendo realizadas em forma de parceria entre as Universidades de Nottingham e Cantábria, além de outras instituições (TABAKOVIC E SCHLANGEN, 2015; PACIÊNCIA, 2018; XU *et al.* 2018).

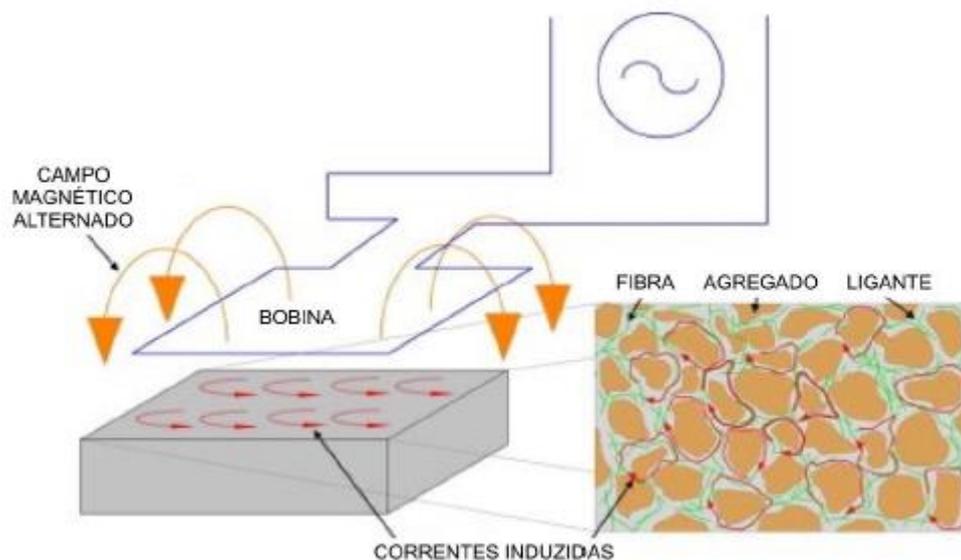
De acordo com García *et al.* (2010), o concreto asfáltico que possui características condutivas tem em sua composição, juntamente com o ligante asfáltico e os agregados, componentes eletricamente condutivos para possibilitar taxas mais altas de condutividade elétrica.

Ainda segundo García *et al.* (2010), como dito anteriormente, o primeiro pré-requisito para transformar as misturas asfálticas suscetíveis ao aquecimento por indução é a inserção de materiais condutivos, sendo que isso pode ser feito pela adição de fibras metálicas e/ou também através do uso de fíleres. Já o segundo pré-requisito é conectar tais materiais condutores elétricos à circuitos eletromagnéticos de malha fechada de forma que os materiais recebam

correntes elétricas com a mesma frequência do campo magnético, para que por fim, o calor seja gerado através da energia perdida quando a corrente elétrica sofre certa resistência para percorrer o circuito.

O processo de indução (Figura 11) ocorre através da exposição do material à um campo magnético alternado gerado por uma bobina (Figura 12), que induz uma corrente elétrica nas fibras condutoras, as quais por sua vez, graças ao efeito Joule, têm sua temperatura aumentada, promovendo consequentemente a transferência deste calor para o material asfáltico. Desta forma, o mesmo se comporta como um fluido-newtoniano, uma vez que as temperaturas ultrapassam seu ponto de amolecimento. Por fim, a viscosidade do ligante aumenta e possibilita que ele flua e preencha as trincas por meio da gravidade, tensão superficial ou pressão gerada por sua própria expansão térmica, finalizando o processo de *self-healing*. (GARCÍA *et al.* 2011; TABAKOVIC E SCHLANGEN, 2015; GROSSENGGER *et al.*, 2018).

Figura 11 - Processo de aquecimento por indução.



Fonte: ARAGÃO (2019).

Conforme García *et al.* (2011), de acordo com a Lei de Faraday, se o material for suscetível aos efeitos do eletromagnetismo e estiver situado dentro do campo magnético, ocorre a indução de uma corrente elétrica (corrente parasita) com a mesma frequência do campo.

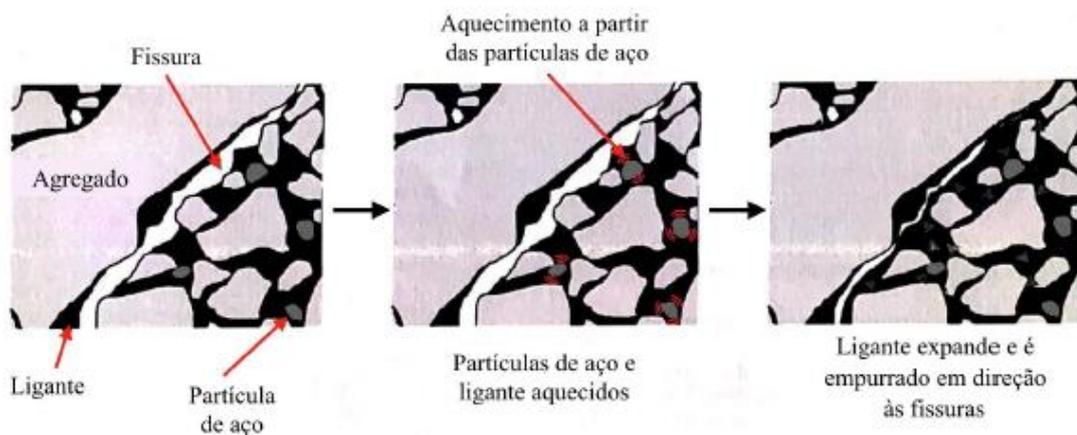
Figura 12 - Bobina de indução.



Fonte: GARCÍA (2011).

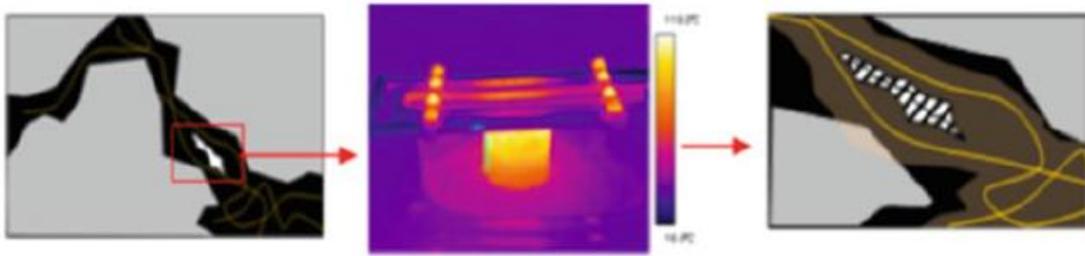
Conforme Liu *et al.* (2013), a transferência do calor gerado pela indução eletromagnética oriunda de uma fonte externa ocorre de forma local entre as partículas metálicas aquecidas e o material que está em contato direto, ou seja, o ligante ou o agregado. O processo de transferência de energia ocorre por meio da condução devido à diferença de temperatura dos elementos aquecidos e os demais elementos que compõem a mistura asfáltica. As partículas metálicas atingem altas temperaturas de forma rápida, uma vez que em contato com o ligante, promovem a redução da viscosidade e o fechamento das trincas, como mostram as Figuras 13 e 14.

Figura 13 - Processo de transferência de calor entre partículas de aço e o ligante asfáltico.



Fonte: ARAGÃO (2019).

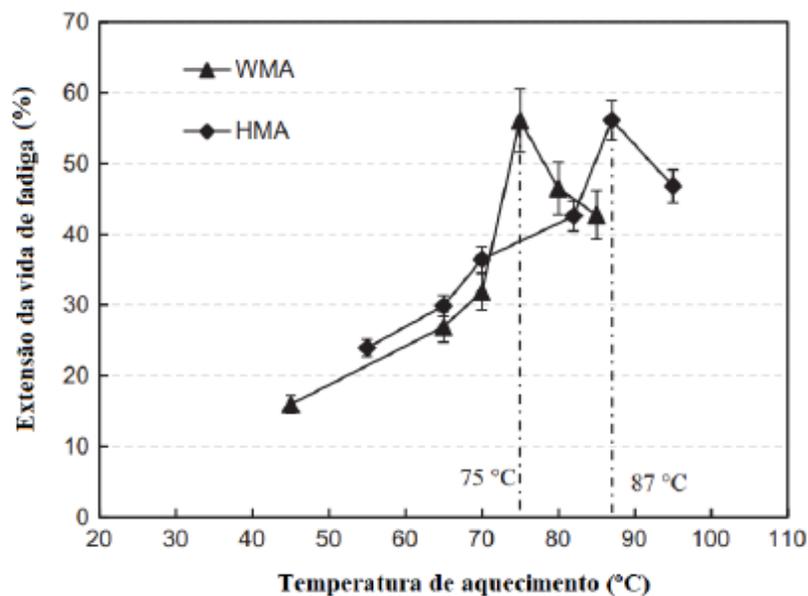
Figura 14 - Processo do aquecimento por indução.



Fonte: TABAKOVIC E SCHLANGEN (2015).

O estudo de Liu *et al.* (2017) consistiu em adicionar 6% de fibras metálicas em uma mistura usinada à quente densa, denominada como HMA e em uma mistura morna, denominada WMA. As amostras foram submetidas ao aquecimento por indução com potência de 7,9 kW e frequência de 123 kHz, sendo que previamente já haviam sido ensaiadas por meio do ensaio de flexão em quatro pontos de forma que o módulo complexo chegasse à metade do valor original, para que após o aquecimento fossem submetidas novamente ao mesmo ensaio até que o módulo complexo tendesse ao mesmo valor. Como resultado, a pesquisa observou um aumento na vida de fadiga após o aquecimento, sendo este diretamente ligado ao aumento da temperatura até atingir um incremento de 56,17% à 75°C para a WMA e 56,09% a 87°C para HMA, como mostra o Gráfico 5.

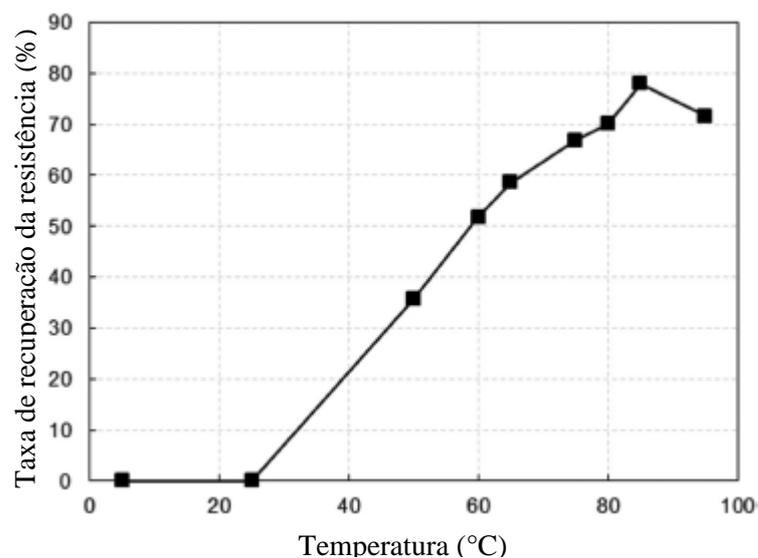
Gráfico 5 - Aumento da vida de fadiga *versus* temperatura de aquecimento.



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

Como forma de avaliar o processo de *self-healing* por meio do aquecimento por indução, Xu *et al.* (2018) submeteram vigas de concreto asfáltico medindo 25 x 30 x 30 milímetros ao ensaio de flexão em três pontos com o objetivo de fraturar as amostras. Em seguida, as vigas foram colocadas sob a ação do campo magnético e ficaram condicionadas durante um período de descanso de 4 horas. Logo após, os corpos de prova foram novamente submetidos ao teste de flexão de três pontos com o mesmo método de carregamento. Dessa forma, o experimento foi utilizado como o artifício para quantificar a autorregeneração das misturas asfálticas, sendo que a taxa de *self-healing* foi definida através da relação entre a resistência a flexão após o aquecimento por indução e a resistência inicial. O Gráfico 6 apresenta a recuperação da resistência em relação ao aumento da temperatura.

Gráfico 6 - Recuperação da resistência *versus* aumento da temperatura.



Fonte: XU *et al.* (2018).

2.2.2.2 Aquecimento por micro-ondas

Segundo Xu *et al.* (2018), de forma similar ao que ocorre no aquecimento por indução, o aquecimento por micro-ondas tem sido considerado como uma técnica promissora para promover o *self-healing* de materiais compósitos. Neste método o aquecimento se dá por meio da perturbação das moléculas polares diante do campo magnético variável, que sofrem dificuldade de deslocamento por falta de espaço na mistura, e conseqüentemente a temperatura local aumenta. Os materiais asfálticos podem sozinhos apresentar o aumento de temperatura quando colocados sobre as ações de fornos micro-ondas, entretanto, uma vez que partículas

metálicas são adicionadas, como no método por aquecimento por indução, inicia-se o processo de reflexão da radiação micro-ondas, fato que causa um aumento de temperatura de maneira mais rápida.

Conforme Norambuena-Contreras e García (2016), tanto no aquecimento por indução eletromagnética quanto no método por meio do forno micro-ondas, as amostras de vigas ensaiadas em laboratório recuperaram a resistência mecânica inicial acima de 80% e em torno de 90%, respectivamente.

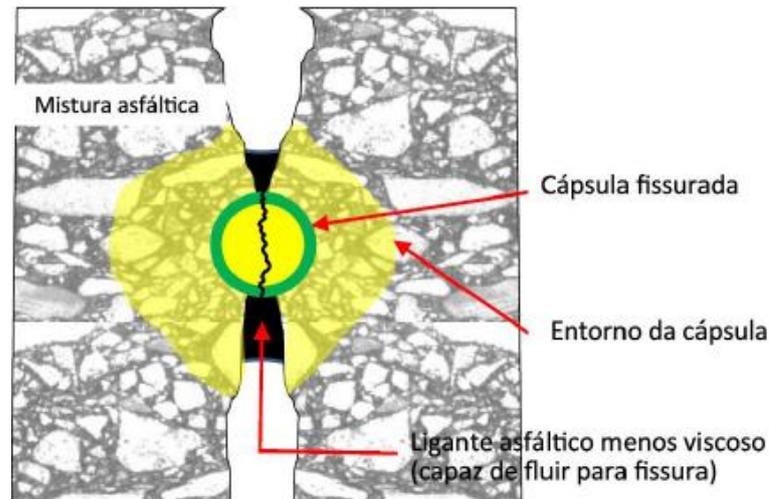
2.2.2.3 Agentes rejuvenescedores encapsulados

Segundo Paciência (2018), o conceito de *self-healing* por meio da ação de agentes rejuvenescedores encapsulados consiste em adicionar tais substâncias no interior das cápsulas incorporadas na mistura asfáltica de modo que o processo seja ativado somente a partir do momento que as fissuras presentes no pavimento rompem a membrana das mesmas e o agente rejuvenescedor seja liberado nas proximidades da falha, iniciando assim o processo de autorregeneração.

De acordo com Barros (2020), os rejuvenescedores convencionais aplicados na mistura asfáltica têm a capacidade de repor as frações leves do asfalto perdidas durante o processo de envelhecimento, por isso, tais métodos promovem a autorregeneração dos pavimentos asfálticos. Uma forma é aplicação de tais substâncias na superfície do pavimento, entretanto existem alguns empecilhos, como citado anteriormente, portanto, a metodologia que apresenta a incorporação de cápsulas contendo óleos rejuvenescedores na mistura asfáltica fornece alguns benefícios em relação ao outro método.

O procedimento de autorregeneração, ou *self-healing*, induzido por meio da incorporação de agentes rejuvenescedores encapsulados na mistura ocorre quando a fissura ou trinca originada por ações externas rompe as cápsulas que possuem as substâncias rejuvenescedoras em seu núcleo, promovendo a liberação do agente na mistura. Deste modo, ocorre a redução da viscosidade do ligante asfáltico, o qual flui por meio das trincas (GARCÍA *et al.*, 2010; PACIÊNCIA, 2018). A Figura 15 ilustra o processo descrito anteriormente.

Figura 15 - Ruptura das cápsulas.



Fonte: BARROS (2020).

De acordo com García (2018), existem diferentes métodos que utilizam as cápsulas com agente rejuvenescedor com a finalidade de induzir o *self-healing*. Um dos métodos consiste em adicionar microcápsulas de óleo com o diâmetro menor que 100 micrometros envolvidas em uma membrana polimérica, foi provado que este tipo de cápsula libera o rejuvenescedor, entretanto, não foi testada a resistência do material à usinagem e compactação da mistura, além disso, somente foram testadas na presença de ligantes e não na mistura asfáltica. Já no outro método, as cápsulas possuem um núcleo de areia porosa ou polimérico, sendo que o agente rejuvenescedor utilizado é o óleo de cozinha. Foi comprovado que este tipo de cápsula resiste à compactação e à usinagem da mistura, assim como afeta positivamente as propriedades mecânicas da camada asfáltica.

García *et al.* (2010) desenvolveram cápsulas com tamanho entre 1,5 e 1,7 mm utilizando um núcleo de areia porosa originada de silicato de cálcio como esqueleto embebido em um rejuvenescedor envolvido em uma membrana feita de resina epóxi e cimento. O processo de fabricação das cápsulas foi feito através de banhos do grão de areia no rejuvenescedor aquecido, com o intuito de diminuir a sua viscosidade e promover a incorporação do agente nos vazios do grão de areia. Posteriormente, os grãos foram misturados manualmente com resina epóxi e por fim, misturados com cimento, formando assim a estrutura da cápsula.

Su *et al.* (2015) desenvolveram microcápsulas com diâmetro inferior a 0,1 mm, constituídas por um óleo aromático rejuvenescedor, envolvidas por uma membrana feita de melanina-formaldeído modificada por metanol (MMF).

As cápsulas de MMF, além de ter o procedimento de confecção bastante complexo, podem ser nocivas ao meio ambiente devido à lixiviação dos materiais e ainda sofrem altas

deformações plásticas, o que causa dificuldade na liberação do agente rejuvenescedor. Por sua vez, as cápsulas formadas por grão de areia envolvidas por resina epóxi têm um teor baixo de rejuvenescedor, o que faz ser necessário uma grande quantidade para atingir o *healing* da mistura asfáltica. Entretanto, isso pode causar falha prematura na camada de revestimento do pavimento asfáltico por causa do elevado nível de deformação permanente (TABAKOVIĆ *et al.*, 2017; XU *et al.*, 2018; BARROS, 2020).

Micaelo *et al.* (2016) produziram cápsulas de alginato de cálcio constituídas de óleo de girassol, utilizado como agente rejuvenescedor, encapsulado por uma membrana polimérica formada por alginato de sódio, de acordo com o que mostra a Figura 16. A estrutura foi confeccionada através de uma técnica chamada gelificação ionotrópica do alginato na presença de íons de cálcio.

Figura 16 - Cápsulas de alginato de cálcio.



Fonte: MICAELO *et al.* (2016).

2.3 CÁPSULAS DE ALGINATO DE CÁLCIO

Segundo Barros (2020), os estudos mais avançados referentes ao processo de *self-healing* de misturas asfálticas são aqueles que utilizaram as cápsulas com membranas poliméricas de alginato de cálcio obtidas através da reação de gelificação ionotrópica, possuindo em seu interior como agente rejuvenescedor o óleo de girassol.

O alginato é um polissacarídeo de origem natural, não tóxico e inodoro, que pode ser extraído de algas marinhas pardas ou marrons, da classe *Phaeophyceae*, mais especificamente das espécies *Laminaria hyperborean*, *Ascophyllum nodosum* e *Macrocystis pyrifera*, sendo que as mesmas sobrevivem nas águas temperadas dos hemisférios norte e sul, ou de certas espécies de bactérias, como a *Azotobacter vinelandii* e em várias outras espécies *pseudomonas*, na forma de um sal sódico do ácido algínico (GEORGE e ABRAHAM, 2006; BRESSEL, 2007).

O polímero tem sido aplicado na encapsulação de diversas substâncias, sempre com o intuito de promover a liberação gradual do agente encapsulado. O alginato tem sido utilizado para encapsular drogas e fármacos, ao invés das técnicas tradicionais, visto que tem como vantagem o fato de ser uma substância biodegradável em comparação com os solventes orgânicos utilizados, e biocompatível, assim como em materiais biológicos, como enzimas e células (PASQUALIM *et al.*, 2010; PAULA *et al.*, 2010).

2.3.1 Processo de encapsulação

Conforme Todd (1970), a microencapsulação é um método que tem como objetivo isolar e manter uma substância ativa, como sólidos, líquidos ou gases no interior de uma estrutura. Esse processo resulta na formação de micropartículas, no qual a substância armazenada é envolvida por uma camada fina de outro material, geralmente polimérico, como é no caso das cápsulas de alginato de cálcio.

De acordo com Leite (2014), as micropartículas poliméricas podem ser divididas em microcápsulas e microsferas. As primeiras são caracterizadas pelo fato de o agente, líquido ou sólido, ficar armazenado em um núcleo, sendo que a estrutura pode ser mononuclear ou polinuclear. As segundas consistem em sistemas matriciais, nas quais o agente encontra-se disperso homogeneamente e/ou dissolvido no interior da matriz polimérica (SPARKS, 1981).

A definição do método utilizado para a microencapsulação depende principalmente do tipo de material a ser empregado, a forma de aplicação e o mecanismo de liberação destinado ao agente. As principais técnicas disponíveis para a microencapsulação de agentes ativos são a separação por fase orgânica, a polimerização interfacial, a polimerização *in-situ*, o *spray drying*, a inclusão molecular, a coacervação simples ou complexa, e a gelificação ionotrópica (LEIMANN, 2008; BARROS, 2020).

Conforme Sacchetin (2009), o agente pode ser liberado por dois mecanismos, sendo o primeiro por difusão através dos poros da rede polimérica e o segundo por meio da degradação da estrutura polimérica.

Barros (2020) descreve o alginato de sódio como o reagente necessário para a formação das cápsulas. No presente trabalho será descrito de modo mais aprofundado o procedimento de encapsulação por meio da gelificação ionotrópica do alginato de sódio na presença de íons de cálcio, dando origem à estrutura denominada nesta pesquisa como cápsulas de alginato de cálcio.

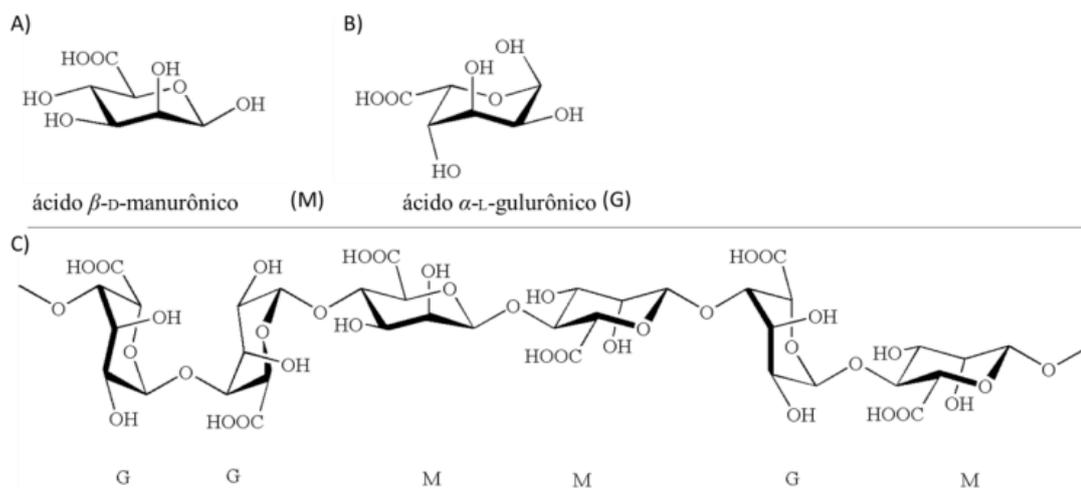
2.3.1.1 Gelificação Ionotrópica do alginato

Conforme Silva (2018), o mecanismo de gelificação ionotrópica do alginato de sódio consiste na capacidade do material interagir com cátions bivalentes, formando assim ligações cruzadas ao trocar os íons Na^{2+} , o que conseqüentemente leva à formação de um hidrogel.

De acordo com Souza *et al.* (2008), o alginato de sódio é um polímero constituído por cadeias lineares formadas a partir de duas unidades monoméricas dos sais dos ácidos β -D-manurônico (M) e/ou α -L-gulurônico (G), unidas por ligações glicosídicas.

Estas unidades monoméricas podem ser organizadas em cadeias homopoliméricas, compostas exclusivamente de unidades M ou G (Figura 17a e 17b), ou cadeias heteropoliméricas, compostas por alternância entre as unidades M e G (Figura 17c), o que é também denominado como blocos MG (BARROS, 2020).

Figura 17 - Estrutura química do alginato de sódio.



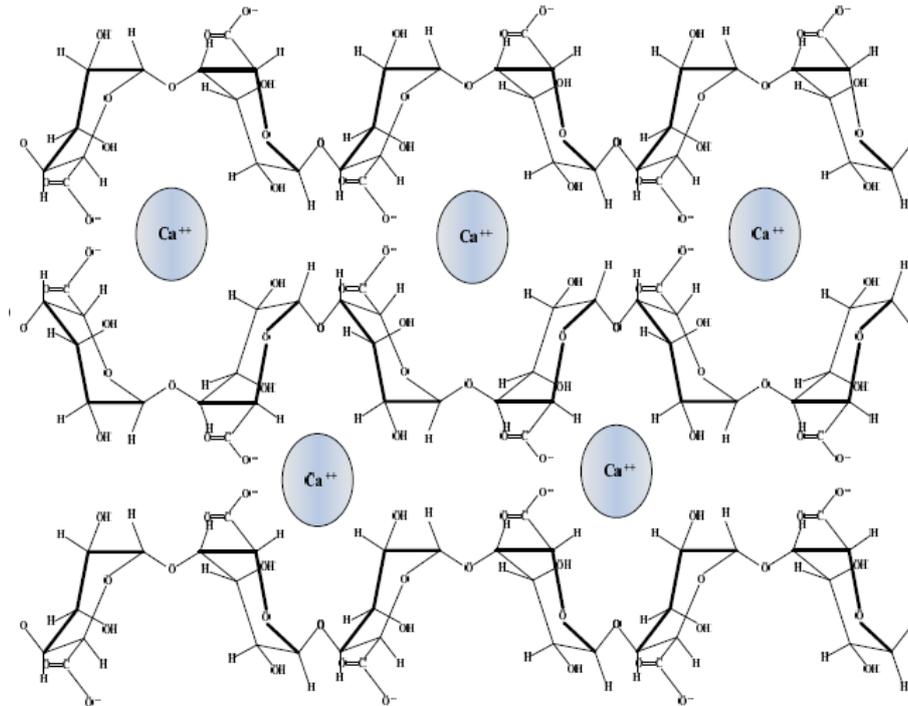
Fonte: SILVA (2018).

O alginato tem como principal propriedade a capacidade de se transformar em gel quando em contato com cátions divalentes como o Ba^{2+} , Ca^{2+} e Sr^{2+} . A formação do gel ocorre por meio do resultado de ligações cruzadas entre os cátions divalentes em um formato de cadeia de polímeros (SACCHETIN, 2009).

Como forma de explicar as propriedades gelificantes do alginato de sódio, Grant *et al.* (1973) propuseram o modelo “egg-box”, o qual consiste em considerar que o alginato modifica sua forma linear ao reagir com os íons divalentes (geralmente o Ca^{2+}), formando uma rede tridimensional, o que possibilita uma maior quantidade de íons de cálcio reagirem com o

alginate, originando estruturas extremamente ordenadas e complexas, como mostra a Figura 18.

Figura 18 - Modelo “egg-box”: ligação entre as cadeias poliméricas a partir do íon de cálcio.



Fonte: SACCHETIN (2009).

De acordo com Patil *et al.* (2010), existem duas metodologias para a preparação dos grânulos de hidrogel, sendo a primeira por extrusão, correspondente à encapsulação através de uma emulsão contendo a substância destinada à formação da membrana ou parede, a qual é gotejada na solução iônica através de um orifício (Figura 19). Deste modo, o tamanho da micropartícula produzida está diretamente ligado ao diâmetro do orifício e à velocidade de saída do material. A segunda é por meio da atomização, processo no qual ar comprimido é incorporado à emulsão a ser encapsulada, de forma que seja capaz de pressionar a solução contra o orifício de tamanho controlado.

Figura 19 - Processo de gelificação por extrusão.



Fonte: adaptado de MACIEL (2013).

Segundo Bressel (2007), diversos fatores influenciam na gelificação do alginato de sódio. Desta forma, a concentração de blocos G tende a formar géis mais resistentes enquanto que os alginatos com elevado teor de blocos M irão formar géis mais sensíveis. Existem ainda outros fatores que influenciam no processo, como a presença de impurezas, tamanho da gota no processo de extrusão, concentração de material biológico ou do agente a ser encapsulado e a concentração dos íons gelificantes e não gelificantes.

George e Abraham (2006) sugerem que a quantidade de íons Ca^{2+} também influencia na rede polimérica, formando cadeias temporárias ou permanentes. Ademais, quando o teor de cálcio na rede de gel for baixo, é possível observar que os géis se liquefazem quando submetidos a quantidades menores de calor ou tensão mecânica, o que caracteriza o comportamento de cadeia temporária. Por outro lado, quando a concentração de íons é alta, ocorre a formação de cadeias permanentes, como gel e até mesmo um precipitado.

2.4 ÓLEOS VEGETAIS COMO REJUVENESCEDORES

Inúmeras técnicas de rejuvenescimento têm sido empregadas visando recuperar as características perdidas durante o envelhecimento da mistura asfáltica, sendo que tais métodos buscam utilizar de forma mais adequada os resíduos dos processos industriais e comerciais. Alguns autores sugerem que estes materiais podem ser utilizados na construção ou na reciclagem de pavimentos de maneira mais eficiente que os produtos industrializados que estão no mercado (FONTOURA *et. al.*, 2017).

Conforme Ji *et al.* (2017), os óleos vegetais são ricos em ácidos graxos insaturados, além de apresentar uma elevada resistência à altas temperaturas. Tais razões são os motivos

para torná-los adequados para aplicações com o objetivo de autorregeneração da mistura asfáltica, quando as mesmas se encontram com seu ligante já envelhecido.

Diversos autores, como Asli *et al.* (2012), Zargar *et al.* (2012), Chen *et al.* (2014), Azahar *et al.* (2016) e Sun *et al.* (2018) têm estudado a técnica de regeneração aplicando óleos vegetais alimentícios na mistura asfáltica, sendo que, de forma geral, os resultados obtidos nas pesquisas têm sido positivos, mostrando que esses materiais são capazes de recuperar parcialmente as propriedades mecânicas iniciais do ligante asfáltico envelhecido. Ademais, quanto às propriedades químicas, físicas e reológicas, até mesmo nos estudos que foram empregados óleo de cozinha residual, o ligante asfáltico rejuvenescido apresentou as mesmas qualidades quando comparado ao mesmo tipo de ligante antes do fenômeno do envelhecimento.

De acordo com Portugal *et al.* (2017), os óleos vegetais têm como principais características suas propriedades antioxidantes e as propriedades tensoativas que promovem a redução da viscosidade do ligante, devido à presença do ácido oleico.

Chen *et al.* (2014) destacam que os óleos de cozinha possuem baixa viscosidade e que seu ponto de fulgor é superior a 220°C, o que indica que o resíduo proveniente destes óleos fornece segurança durante os processos de usinagem à quente.

Segundo Azahar *et al.* (2016), o óleo de cozinha, após utilizado, apresenta propriedades diferentes do óleo virgem, principalmente no que concerne à densidade, viscosidade cinemática e teor de umidade. Visto que, após a fritura dos alimentos, o óleo é exposto a altas temperaturas, ar e umidade, isso gera sua degradação, devido às mudanças químicas e físicas na estrutura do mesmo. Os produtos deste fenômeno são os ácidos graxos livres, os monos e diglicerídeos, e a polimerização. Quanto aos aspectos físicos alterados, destaca-se a alta viscosidade, maior calor específico, alteração da tensão superficial e mudança da tonalidade. A análise do resíduo pode ser feita por meio da avaliação do teor de água e ácido oleico encontrados em uma amostra.

2.5 METODOLOGIAS DE AVALIAÇÃO DO *SELF-HEALING*

A capacidade de autorregeneração dos materiais asfálticos pode ser medida em campo ou laboratório através de diversos métodos nas escalas micro, meso e macro. A abordagem consiste basicamente em avaliar a resposta do material em diversas condições de carga, dano, período de descanso e diferentes temperaturas. Os métodos microescalares incluem a microscopia eletrônica de varredura (MEV) e a microscopia de força atômica (MFA), enquanto que os mesoescalares incluem a microscopia de fluorescência e a tomografia computadorizada. Os métodos mais utilizados para a mensuração deste fenômeno são os macroescalares, nos quais

são avaliados os efeitos nas propriedades mecânicas dos materiais através de ensaios de fadiga, fratura e medições em campo (BARROS, 2020).

Na fadiga o carregamento pode ser feito de duas formas, sendo a primeira de maneira intermitente, na qual após cada ciclo de carregamento ocorre um intervalo e depois ocorre novamente o carregamento convencional. A segunda, de maneira interrompida, consiste em causar a ruptura na amostra de material asfáltico, deixar o material descansar e em seguida repetir o processo inicial. Já por meio da fratura, as amostras são conduzidas a ruptura total para que em seguida as faces sejam colocadas em contato para posterior repetição do ensaio que causou o rompimento (AYAR *et al.*, 2016).

Micaelo *et al.* (2016) estudaram três grupos de cápsulas contendo óleo de girassol com diferentes características morfológicas, de resistência e de diâmetros. Os materiais utilizados na produção foram: (1) Alginato de Sódio ($C_6H_7O_6Na$) (Sigma-Aldrich), (2) Cloreto de Cálcio ($CaCl_2$) (Sigma-Aldrich), (3) Óleo de girassol e (4) Resina epóxi-cimento. Os grupos I e II de cápsulas possuíam a estrutura polimérica associada ao revestimento de epóxi-cimento, enquanto que o grupo III apresentava somente a estrutura polimérica.

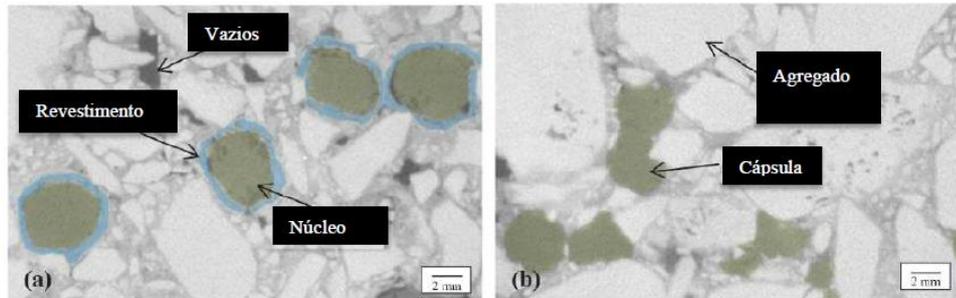
Ainda de acordo com Micaelo *et al.* (2016), as cápsulas foram produzidas através da técnica de gelificação ionotrópica do alginato de sódio. O rejuvenescedor escolhido foi o óleo de girassol comercial, visto que o material não exigia medidas de saúde e segurança para uso em laboratório, sendo termicamente estável. As cápsulas desenvolvidas são aproximadamente esféricas com 4,6 mm de diâmetro e suas principais propriedades são influenciadas diretamente pela relação óleo e água.

Em seguida, foi feita a dosagem do concreto asfáltico, que definiu o teor de ligante em 4,5% e o volume de vazios também em 4,5% para que posteriormente a mistura asfáltica fosse submetida a um processo de envelhecimento por 12 dias à 85°C em estufa, dessa forma foi possível simular o envelhecimento real do pavimento. As cápsulas foram adicionadas à mistura em teor de 6% para os grupos I e II e 3% para o grupo III, além de um grupo de controle sem adição de cápsulas, para que a compactação fosse feita posteriormente no compactador giratório (MICAELO *et al.*, 2016).

Micaelo *et al.* (2016) observaram que a resistência à compressão das cápsulas do tipo I foi o dobro quando comparada com as do tipo II e III, sendo que essas últimas apresentaram valores semelhantes. Ademais, a perda de massa das cápsulas foi baixa na temperatura de compactação, menor do que 4% em relação à massa inicial. Os tipos I e II apresentaram fissuras, pois a estrutura de cimento-epóxi não se adaptou aos vazios da mistura, enquanto que no grupo III as cápsulas somente com a estrutura polimérica se adaptaram à forma dos agregados ao seu

redor, como mostra a Figura 20. Deste modo, as cápsulas sofreram pequenas deformações, suficientes para resistir ao carregamento da compactação e liberar pequenas quantidades de óleo.

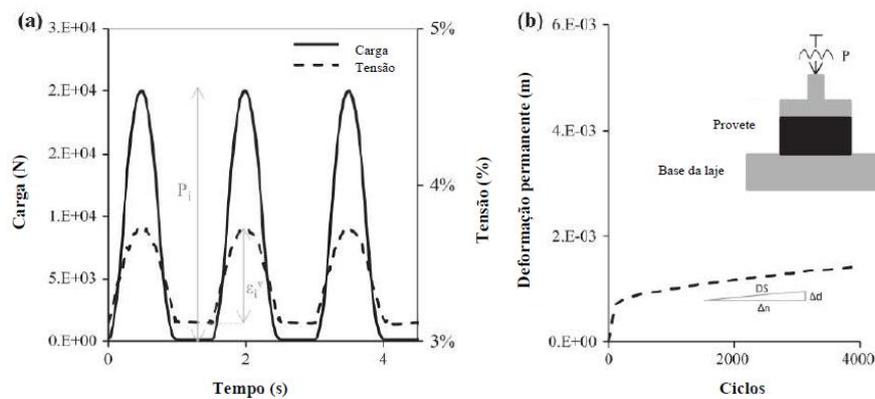
Figura 20 - Estrutura das cápsulas de alginato.



Fonte: adaptado de MICAELO *et al.* (2016).

Como forma de avaliar o processo de *self-healing*, foi feito o ensaio de compressão uniaxial cíclico da mistura asfáltica, com corpos de prova cilíndricos, sem confinamento lateral à tensão controlada (Gráfico 7). O ensaio foi executado na temperatura padrão de 20°C, sendo que inicialmente aplicou-se o carregamento cíclico, sucessivamente executou-se um período de descanso e por fim, as amostras foram submetidas a outro carregamento similar ao primeiro realizado. Diversos tempos de descanso foram aplicados (3h, 6h, 12h, 24h e 48h), de forma que as cápsulas fossem fissuradas e o óleo se difundisse na mistura (MICAELO *et al.*, 2016).

Gráfico 7 - Carregamento axial: a) carga *versus* tempo b) deformação permanente *versus* ciclos.

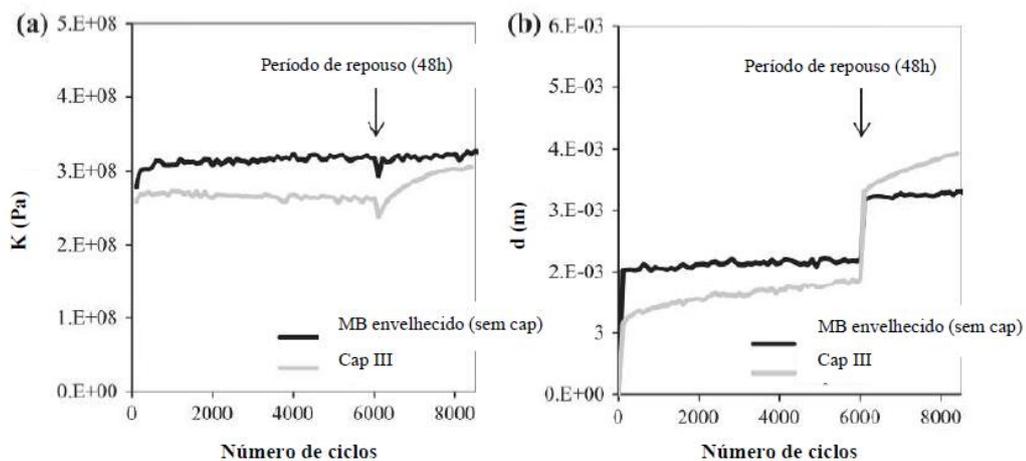


Fonte: MICAELO *et al.* (2016).

Micaelo *et al.* (2016) observaram a evolução da rigidez para misturas com e sem cápsulas do grupo III durante o carregamento cíclico e foi constatado que a mistura sem cápsulas teve a rigidez aumentada constantemente devido ao empacotamento dos agregados durante o carregamento cíclico. Por outro lado, para a mistura com cápsulas houve uma queda na rigidez durante os primeiros 500 ciclos, evidenciando a quebra de cápsulas durante o ensaio. Entretanto, ao final do período de descanso, foi observado um aumento na rigidez para este tipo de mistura, enquanto que nas misturas sem cápsulas a rigidez manteve-se constante, como mostra o Gráfico 8a.

Quanto à deformação vertical, as amostras sem cápsulas apresentaram uma deformação menor comparada às que continham os agentes encapsulados, isso se deve à liberação do óleo na mistura asfáltica. A deformação das amostras sem cápsulas foi praticamente constante durante todo o experimento, enquanto que para o outro grupo houve um aumento da deformação após o repouso, o que provavelmente está relacionado com a redução da viscosidade a partir da drenagem do óleo (Gráfico 8b) (MICAELO *et al.*, 2016).

Gráfico 8 -Variação da rigidez (a) e deformação permanente (b) com a carga cíclica.



Fonte: MICAELO *et al.* (2016).

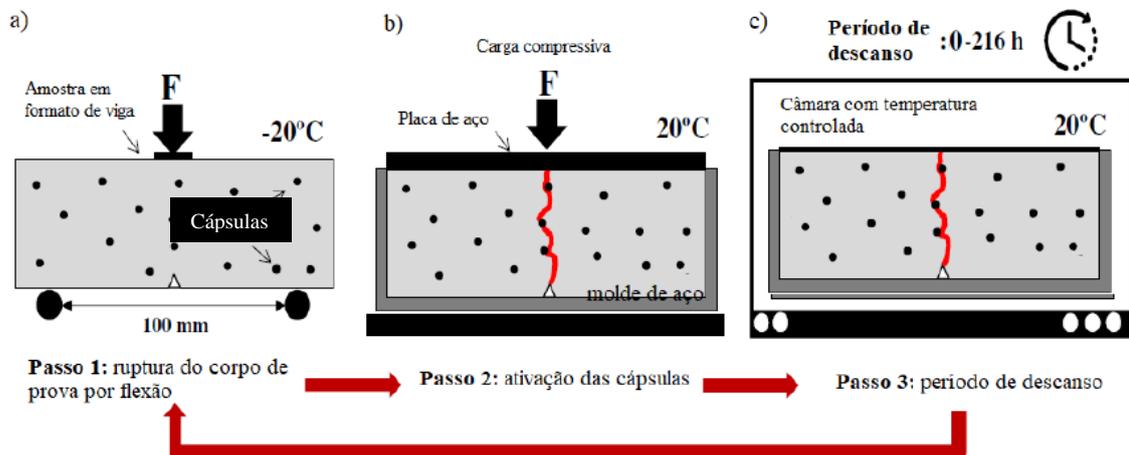
Al-Mansoori *et al.* (2017) desenvolveram um estudo com o mesmo tipo de cápsulas citado anteriormente, entretanto, agora sem o revestimento epóxi. O foco principal abordado no trabalho foi o efeito da adição de cápsulas nas propriedades mecânicas e de regeneração das misturas asfálticas. Sendo assim, foram realizados ensaios de sensibilidade à água, rigidez, resistência à erosão e de fadiga.

As misturas produzidas continham um teor de cápsulas de 0,10%, 0,25% e 0,50% em relação à massa total da mistura. Isto corresponde a um valor de relação óleo/ligante de 1,1%, 2,8% e 5,5% (AL-MANSOORI *et al.*, 2017).

Al-Mansoori *et al.* (2017) observaram que as amostras com cápsulas apresentaram um módulo de resiliência menor quando comparado às misturas sem cápsulas, isso indica uma menor rigidez do material asfáltico. Ademais, foi levantada a hipótese que quanto maior o tamanho das cápsulas menor é a rigidez da mistura.

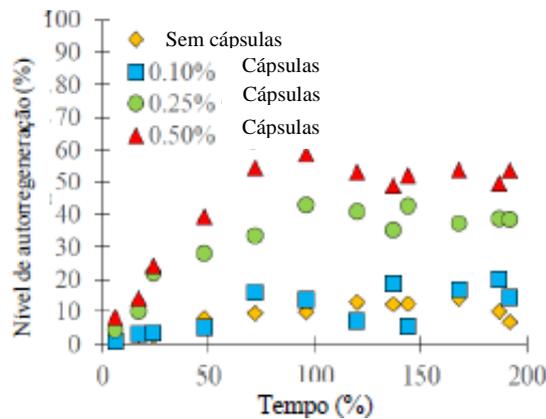
A fim de avaliar a autorregeneração, Al-Mansoori *et al.* (2017) desenvolveram um novo método de maneira a simular o carregamento do tráfego em que foram utilizadas amostras prismáticas rompidas no ensaio de flexão de três pontos (Figura 21a). Em seguida, a amostra rompida foi reunida por meio de um molde que recebeu um carregamento compressivo superior, com a finalidade de simular o carregamento do tráfego (Figura 21b). Finalmente, após o período de descanso os corpos de prova foram submetidos novamente ao ensaio de flexão (Figura 21c), sendo a taxa de *self-healing* a relação entre a resistência à flexão antes e após o período de descanso.

Figura 21 - Ensaio utilizado para mensurar o *self-healing*.



Fonte: BARROS (2020).

De modo geral, como resultado para este ensaio, foi observado um maior incremento na taxa de *self-healing* ao longo do tempo quanto maior o teor de cápsulas inserido na mistura, como mostra o Gráfico 9.

Gráfico 9 - Nível de autorregeneração *versus* tempo.

Fonte: adaptado de AL-MANSOORI *et al.* (2017).

Paciência (2018) fabricou cápsulas de forma semelhante à Micaelo *et al.* (2016), utilizando o mesmo tipo de óleo, mas com diâmetro em torno de 2,9 mm, consideravelmente menor quando comparado com os outros autores, os quais produziram cápsulas de 4,6 mm. O compactador giratório foi utilizado, visto que a forma de compactação das cápsulas simularia o comportamento do pavimento durante sua vida útil. Os corpos de prova foram moldados com teor de ligante de 4,7% e volume de vazios de 3,6%, sendo denominados como misturas betuminosas (MB), com adição de cápsulas (MBC) e com adição de óleo (MBO), este último consistia em uma mistura asfáltica sem cápsulas com adição de 0,1% de óleo de maneira a considerar o óleo liberado durante o processo de produção das amostras. Alguns experimentos foram realizados como forma de investigar o efeito da incorporação das cápsulas na mistura, como a adesividade, com a finalidade de determinar a afinidade entre ligante e agregados. Também foram desenvolvidos ensaios para determinar as propriedades volumétricas e de resistência à tração indireta das amostras.

Paciência (2018) avaliou o efeito de *self-healing* com base no ensaio de resistência à tração indireta por meio da compressão diametral através de ensaios sucessivos, intercalados com um período de descanso. Além disso, o autor estudou o efeito do carregamento, simulando o tráfego rodoviário, por meio da aplicação de uma carga estática de compressão axial sobre a amostra fissurada no molde de compactação.

A recuperação da resistência foi avaliada através de dois métodos. No primeiro, foi feito o ensaio de tração a 20°C, aplicação do anel estabilizador Marshall, seguido de ensaio de compressão com a amostra, repouso de 24 horas à temperatura constante e por fim, o segundo ensaio de tração (Figura 22). No segundo método variaram-se as temperaturas do ensaio, em -14, 10 e 20°C, assim como o período de descanso, em 24h, 72h e 96h, e as cargas axiais em

5,0kN, 7,5kN ou 10kN, para que fosse feito o segundo ensaio de tração ao final, mas não foi necessário o anel estabilizador, visto que as deformações impostas à amostra não eram elevadas (PACIÊNCIA, 2018).

Figura 22 - Ensaio de tração indireta seguido de compressão no anel de estabilidade Marshall.



Fonte: PACIÊNCIA (2018).

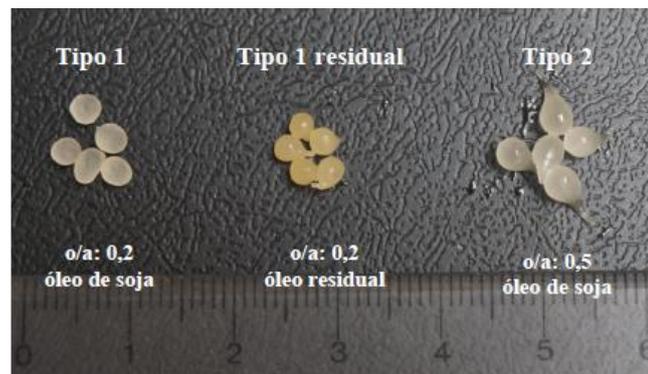
Paciência (2018) indica que a probabilidade de autorregeneração foi menor conforme o aumento do nível de dano das amostras, sendo que as deformações menores que 3 mm apresentavam maiores taxas de regeneração, enquanto que as deformações maiores que 5 mm apresentavam as menores taxas. Quanto à adesividade, as porcentagens de agregados encobertos com ligante foram semelhantes para as misturas com e sem cápsulas.

Paciência (2018) também observou que as amostras sem cápsulas (MB) apresentaram uma resistência à tração indireta média maior no primeiro ensaio, seguidas das amostras com óleo incorporado na mistura (MBO) e as com cápsulas (MBC). Por outro lado, após o segundo ensaio, as amostras MBC apresentaram recuperação relativamente mais elevada em relação às amostras MBO e MB.

Norambuena-Contreras *et al.* (2019a) e Norambuena-Contreras *et al.* (2019b) obtiveram, para misturas SMA, resultados semelhantes ao de Al-Mansoori *et al.* (2017) no mesmo tipo de ensaio que este, no qual foram observados resultados positivos na autorregeneração referentes à adição de cápsulas nas misturas asfálticas, entretanto, os autores consideraram teores em torno de 0,5% de cápsulas ideais para o incremento da autorregeneração, uma vez que adições superiores afetaram de forma negativa o desempenho da mistura asfáltica.

Barros (2020) utilizou em sua pesquisa dois tipos de cápsulas: o primeiro com óleo de soja e o segundo com uma mistura de óleos vegetais saturados provenientes de frituras. O processo de encapsulação seguiu a metodologia de Micaelo *et al.* (2016), entretanto a diferença é que os últimos empregaram óleo de girassol. Foram feitos três tipos de cápsulas, com diferentes materiais e relações óleo/água, como mostra a Figura 23. O teor de ligante de projeto utilizado pelo autor foi de 5,0%, enquanto que o volume de vazios ficou definido em 3,9%.

Figura 23 - Diferentes tipos de cápsulas de alginato de cálcio.



Fonte: BARROS (2020).

Barros (2020) adotou os teores de cápsulas de 0,6% para as do Tipo 1 e para as do Tipo 1 residual e 0,5% para as cápsulas Tipo 2, em relação à massa total da mistura asfáltica. A adição de cápsulas não altera o volume de vazios da mistura asfáltica, uma vez que as mesmas conseguem adaptar seu formato ao dos demais materiais presentes na massa asfáltica.

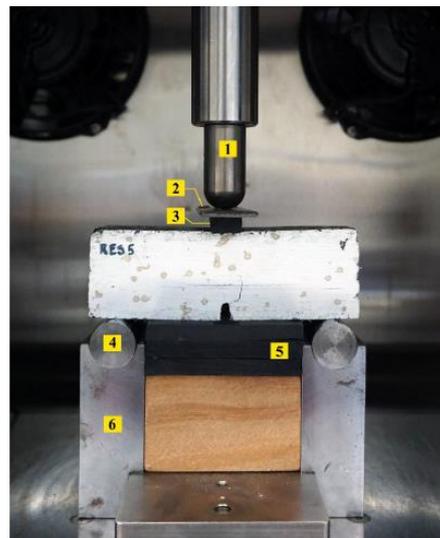
A fim de avaliar possíveis efeitos negativos da adição de cápsulas na mistura asfáltica, Barros (2020) estudou as seguintes propriedades mecânicas: resistência à tração por compressão diametral, dano por umidade induzida, rigidez por meio do módulo de resiliência, resistência à deformação permanente e vida de fadiga.

A autorregeneração foi avaliada por meio da realização de dois ensaios que levam à fissuração, intercalado com um período de descanso. Duas metodologias foram utilizadas: o ensaio de tração indireta por compressão diametral, semelhante à investigação feita por Paciência (2018) e o ensaio de fadiga por meio da flexão de três pontos sobre fundação elástica, executado de forma similar a Al-Manssori *et al.* (2017), Norambuena-Contreras *et al.* (2019a) e Norambuena-Contreras *et al.* (2019b) (BARROS, 2020).

A segunda metodologia consiste em submeter, na primeira etapa, uma amostra prismática a um carregamento cíclico na prensa UTM de forma que seja possível determinar a vida de fadiga da mistura. Já na segunda etapa, ocorre a aplicação de apenas uma parcela

correspondente ao ciclo da vida de fadiga, seguida de um período de descanso e por fim, um novo ensaio até que as amostras atingissem a ruptura completa por fadiga. O ensaio foi executado no suporte do ensaio SCB (*Semi-circular Bending Test*), composto por dois roletes de aço e uma peça base para suporte dos roletes, sendo que entre os mesmos foi colocada uma borracha de Neoprene de forma a evitar deformações permanentes durante o teste, como mostra a Figura 24 (BARROS, 2020).

Figura 24 - Configuração do ensaio de SCB.



- 1 – Atuador da UTM;
- 2 – Placa de aço;
- 3 – Bloco de borracha Neoprene;
- 4 – Rolete;
- 5 – Fundação elástica de borracha Neoprene;
- 6 – Base para suporte dos roletes.

Fonte: BARROS (2020).

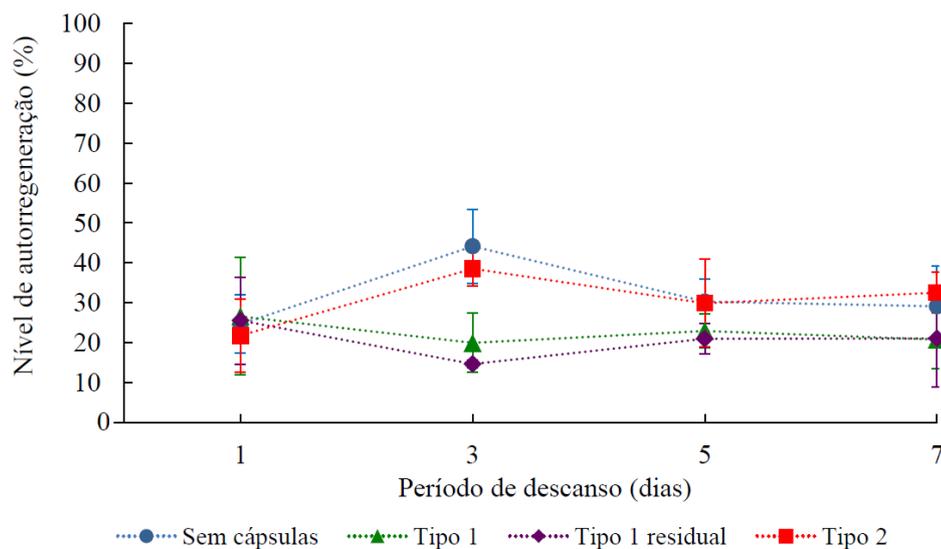
Barros (2020) indica que estatisticamente, por meio de testes t, não houve redução na resistência à tração causada pela adição de cápsulas, entretanto, para as misturas Tipo 1 residual e Tipo 2, ocorreu uma significativa redução percentual quando comparadas à mistura sem cápsulas. Quanto ao dano por umidade induzida, as amostras com cápsulas apresentaram sensibilidade maior quando comparadas à mistura sem cápsulas. O fato pode ser explicado por meio da liberação do óleo no entorno das cápsulas, que reduz a adesividade entre ligante e agregado e favorece a penetração de água, deslocando a película de asfalto.

Barros (2020) constatou que a rigidez, assim como o módulo de resiliência, foi reduzida em todas as misturas com adição de cápsulas e isso pode ser explicado pela ruptura de parte das cápsulas durante a usinagem e compactação da mistura. A deformação permanente seguiu a mesma tendência, sendo que a mistura sem cápsulas apresentou maior valor de *Flow Number*, ou seja, maiores resistências à deformação permanente. A redução pode estar associada com a diminuição da viscosidade do ligante e com a redução do atrito interno da mistura devido ao efeito lubrificante do óleo.

As misturas com cápsulas, especificamente o Tipo 1 residual e Tipo 2, apresentaram maiores resistências à fadiga no nível baixo de tensões, enquanto que as sem cápsulas, seguida do Tipo 1, apresentaram maiores resistências no nível de tensões elevadas (BARROS, 2020).

Na avaliação do *self-healing*, Barros (2020) observou que a adição de cápsulas não contribuiu para o aumento da resistência à tração por compressão diametral após o segundo ensaio, visto que a autorregeneração da mistura sem cápsulas apresentou maiores taxas para quase todos os intervalos de descanso, como mostra o Gráfico 10. Portanto, o ensaio de tração indireta causa um dano elevado nas amostras, o que pode comprometer a eficácia do sistema de autorregeneração através de agentes encapsulados, sendo assim, concluiu-se que tal ensaio pode não ser ideal na avaliação do fenômeno e que ainda são necessários novos estudos para avaliar a aplicação do experimento.

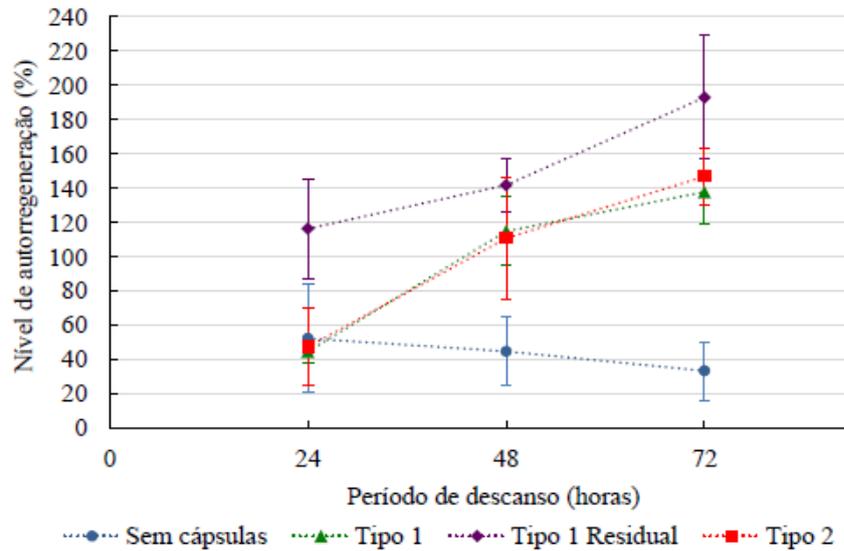
Gráfico 10 - Resultado do ensaio de resistência à tração indireta.



Fonte: BARROS (2020).

Barros (2020) constatou por meio do ensaio de fadiga por flexão em três pontos que os níveis de autorregeneração foram maiores nas misturas com cápsulas em relação as que não possuíam o agente rejuvenescedor, sendo que a que apresentou maior nível foi a Tipo 1 residual. Outro ponto observado é que o *self-healing* foi maior nos períodos de descanso mais longos como apresentado no Gráfico 11.

Gráfico 11 - Resultado do ensaio de fadiga por flexão de 3 pontos.



Fonte: BARROS (2020).

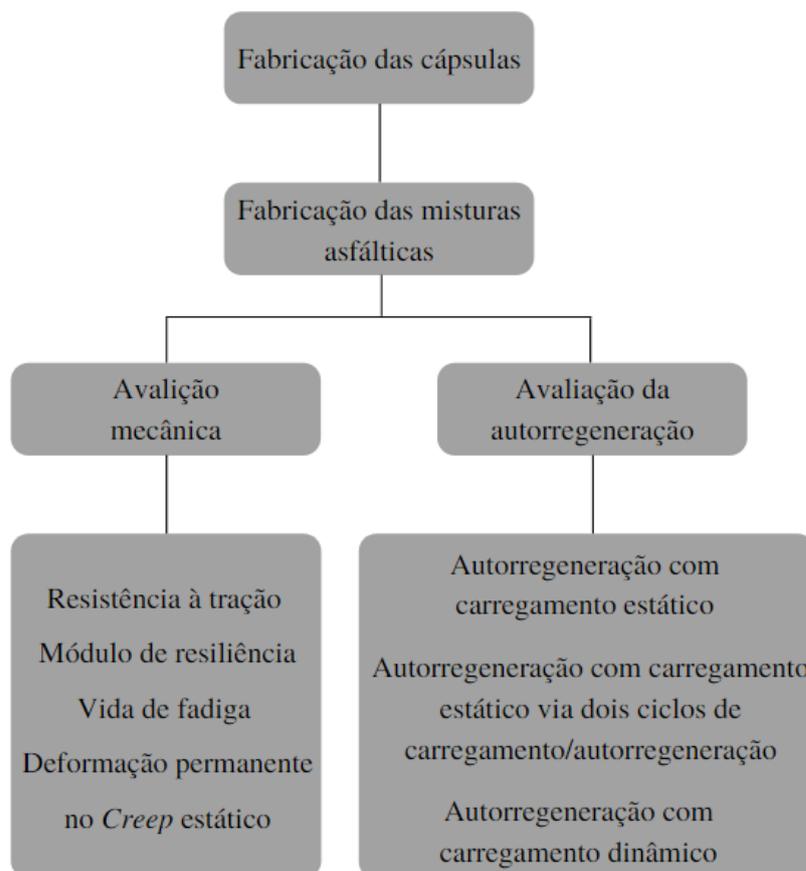
Yamaç *et al.* (2020) produziram amostras semelhantes às de Al-Mansoori *et al.* (2017), porém utilizou óleo residual vegetal e mineral, provenientes de fritura alimentícia e manutenção de veículos, respectivamente. A avaliação do *self-healing* foi feita no ensaio de flexão de três pontos, onde observou-se que a maior taxa de autorregeneração ocorreu em misturas que tinham os ambos tipos de cápsulas no teor de 0,5% em relação a massa total da mistura asfáltica.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

O presente capítulo apresenta e descreve os materiais utilizados nesta pesquisa, os quais compõem as misturas asfálticas e as cápsulas formadas por agentes rejuvenescedores, assim como os procedimentos necessários para a produção dos materiais supracitados. Ademais, são apresentados os métodos empregados para a avaliação da incorporação das cápsulas na resistência mecânica e também para a análise do fenômeno de autorregeneração das misturas asfálticas.

Todos os procedimentos citados anteriormente foram realizados no Laboratório de Pavimentação da Faculdade de Engenharia, com exceção da fabricação das cápsulas que foi feita com o apoio do Laboratório de Genética Humana e Terapia Celular (GENETEC), localizado no Instituto de Ciências Biológicas, ambos situados na Universidade Federal de Juiz de Fora. O Esquema 4 ilustra o fluxograma relativo às etapas que compuseram a realização desta pesquisa.

Esquema 4 – Etapas da pesquisa.



Fonte: Elaborado pelo autor (2021).

3.1 MATERIAIS

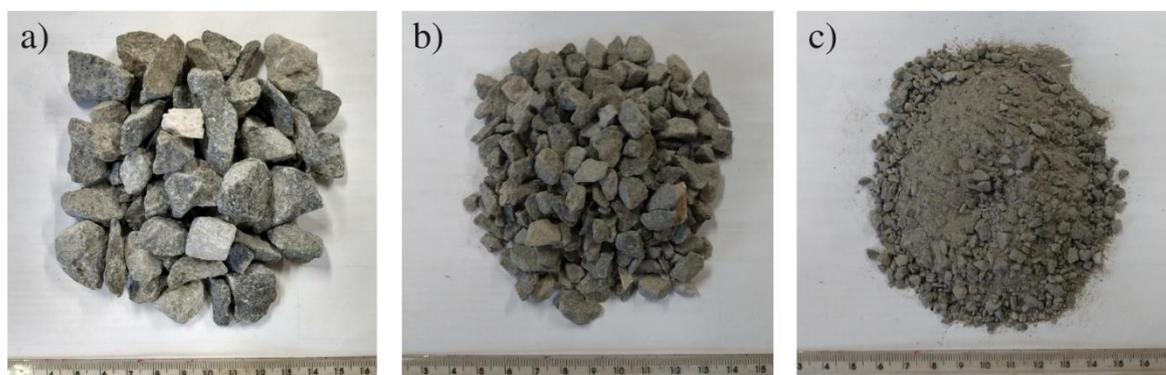
Os materiais utilizados na pesquisa foram os necessários para a produção de uma mistura asfáltica enquadrada dentro da faixa C da especificação de serviço ES 031 (DNIT, 2006b), ou seja, o cimento asfáltico de petróleo (CAP) e os agregados que compuseram a matriz pétreo. Ademais, os materiais necessários para o processo de fabricação das cápsulas foram o alginato de sódio e cloreto de cálcio, com a finalidade de formação da membrana polimérica, assim como os óleos vegetais, óleo de soja virgem e óleo residual, proveniente de processos de fritura alimentícia para o preenchimento do núcleo da estrutura.

3.1.1 Agregados

Os agregados utilizados para a produção das misturas asfálticas foram provenientes da Empresa Pedreira Pedra Sul, situada no município de Matias Barbosa, já comumente empregados em misturas asfálticas no município de Juiz de Fora e frequentemente estudados pelo Laboratório de Pavimentação da UFJF. O fato de os mesmos terem sido empregados em outros trabalhos anteriores no laboratório, além de serem materiais com fácil disponibilidade para uso ao longo de toda pesquisa justificam tal escolha.

Especificamente, os agregados graúdos utilizados para a composição da matriz pétreo foram as britas graníticas de diâmetros nominais máximos 19 mm e 12,5 mm, designadas comercialmente como “Brita 1” e “Brita 0”, respectivamente. O agregado miúdo utilizado foi o “Pó de pedra”. A Figura 25 apresenta os agregados utilizados nesta pesquisa.

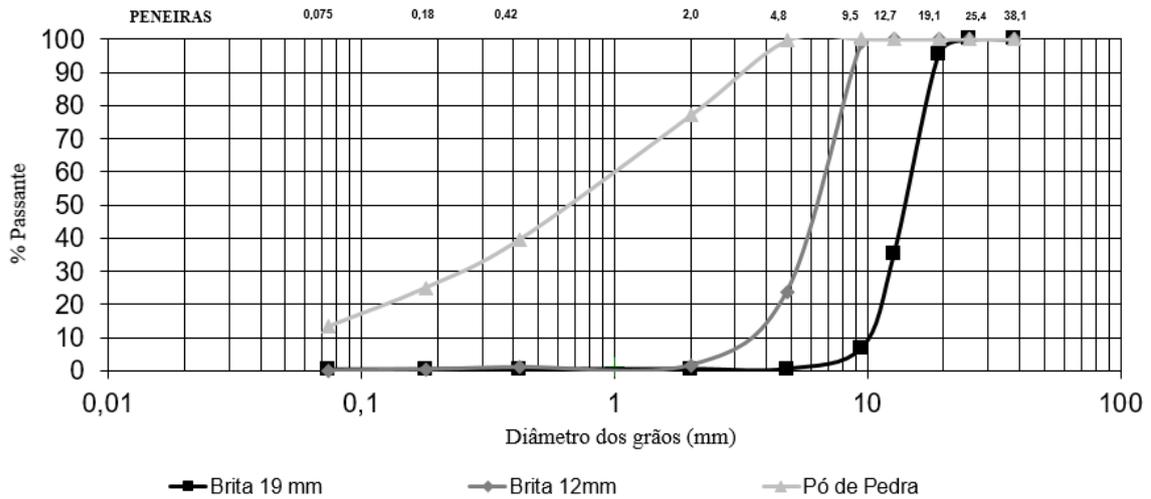
Figura 25 – Agregados graúdos e miúdos utilizados nesta pesquisa: a) Brita 19 mm; b) Brita 12 mm; c) Pó de pedra.



Fonte: Elaborado pelo autor (2021).

A caracterização dos agregados foi realizada por meio dos procedimentos de análise granulométrica (DNIT 411/2019-ME) e massa específica (DNIT 412/2019-ME). O Gráfico 12 ilustra a curva granulométrica dos agregados e a Tabela 1 apresenta as composições granulométricas dos agregados utilizados nas misturas asfálticas do experimento.

Gráfico 12 - Curva granulométrica dos agregados.



Fonte: Elaborado pelo autor (2021).

Tabela 1 - Composição granulométrica dos agregados.

Peneiras		Brita 19 mm	Brita 12 mm	Pó de Pedra
Polegadas	mm			
1 1/2"	38	100,0	100,0	100,0
1"	25,4	100,0	100,0	100,0
3/4"	19,1	95,6	100,0	100,0
1/2"	12,7	35,1	100,0	100,0
3/8"	9,5	6,9	99,1	100,0
N° 4	4,8	0,5	23,9	99,6
N° 10	2	0,4	1,7	77,0
N° 40	0,42	0,4	1,1	39,5
N° 80	0,18	0,4	0,4	25,1
N° 200	0,074	0,3	0,1	13,3

Fonte: Elaborado pelo autor (2021).

A Tabela 2 apresenta os resultados de massa específica real e aparente.

Tabela 2 - Massa específica dos agregados.

Teste			Brita 19 mm	Brita 12 mm	Pó de Pedra
Massa específica real	g/cm ³ (Gsa)		2,757	2,739	2,698
Massa específica aparente	g/cm ³ (Gsb)		2,712	2,656	2,647

Fonte: Elaborado pelo autor (2021).

3.1.2 Ligante Asfáltico

O ligante asfáltico utilizado para a produção da mistura asfáltica foi o cimento asfáltico de petróleo (CAP) de classificação 50/70, fabricado pela Refinaria Gabriel Passos - REGAP, refinaria localizada no município de Betim-MG. Tal material é amplamente empregado na pavimentação das ruas do município de Juiz de Fora, tendo sido doado pela Empresa Municipal de Pavimentação e Urbanização – EMPAV.

Os dados necessários para a aplicação e manuseio do ligante asfáltico foram adotados com base no certificado de ensaio fornecido pelo fabricante do material. A Tabela 3 apresenta os parâmetros de caracterização, assim como os métodos internacionais e as correspondentes normas da ABNT empregadas para avaliar as características físicas e reológicas do material.

Tabela 3 - Resultados de caracterização do ligante asfáltico.

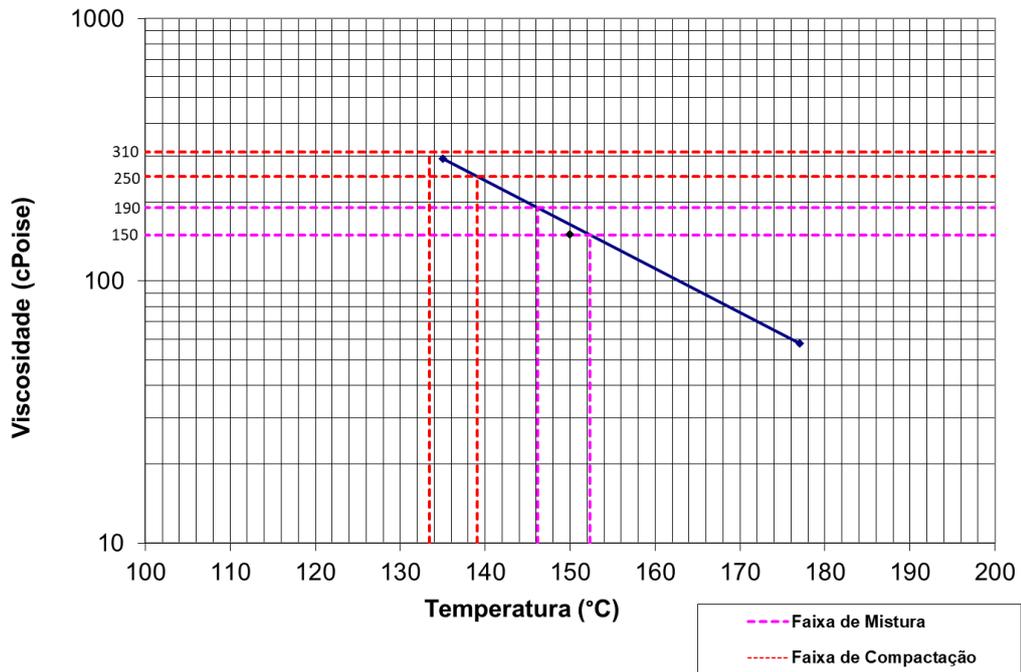
Característica	Unidade	ASTM	ABNT	Resultado	Especificação
Penetração	0,1 mm	D 5	NBR 6576	57	50 a 70
Ponto de amolecimento	°C	D 36	NBR 6560	49	46 min
Viscosidade Brookfield a 135°C SP 21 20 rpm	cp	D 4402	NBR15184	292	274 min
Viscosidade Brookfield a 150°C SP 21	cp	D 4402	NBR15185	151	112 min
Viscosidade Brookfield a 177°C SP 21	cp	D 4402	NBR15186	58	57 a 285
RTFOT - Penetração retida	%	D 5	NBR 6576	55	55 min
RTFOT - Aumento do ponto de amolecimento	°C	D 36	NBR 6560	5	8 max
RTFOT - Ductilidade a 25°C	cm	D 113	NBR 6293	>150	20 min
RTFOT - variação em % massa	%	D 2872	-	-0,50	-0,50 a 0,50
Ductilidade a 25 °C	cm	D 113	NBR 6293	>150	60 min
Solubilidade no tricloroetileno	% massa	D 2042	NBR 14855	99,9	99,5 min
Ponto de Fulgor	°C	D 92	NBR 11341	336	235 min
Índice de sescetibilidade térmica	N/A	X 010	-	-1,1	1,5 a 0,7
Densidade relativa a 20,4 °C	N/A	D70	-	1,05	-
Aquecimento a 177 °C	N/A	X 215	-	NESP*	NESP

* Não espuma

Fonte: adaptada de PETROBRAS (2021).

Conforme REPORT 648 (NCHRP, 2010), as temperaturas adequadas para usinagem e compactação da mistura asfáltica são aquelas nas quais o ligante asfáltico apresenta viscosidades de 170 ± 20 cP e 280 ± 30 cP, respectivamente.

Com base nos resultados obtidos por meio do ensaio de viscosidade Brookfield à 135 °C e 177 °C plotados em um gráfico com o eixo y em escala logarítmica, foi traçada a linha de tendência exponencial da relação viscosidade *versus* temperatura do ligante asfáltico adotado. Através da equação obtida por meio do ajuste da linha de tendência aos pontos, foi possível determinar as temperaturas médias de usinagem e compactação, definidas em 149°C e 136°C, respectivamente. A temperatura dos agregados foi definida a partir da temperatura de usinagem mais 15°C, ou seja, 164°C. O Gráfico 13, mostra tais temperaturas, bem como as faixas de usinagem e compactação.

Gráfico 13 - Curva viscosidade *versus* temperatura do ligante asfáltico.

Fonte: Elaborado pelo autor (2021).

3.1.3 Agentes rejuvenescedores

Como agentes rejuvenescedores, foram utilizados dois tipos de óleos vegetais empregados no ramo alimentício: o óleo de soja virgem (Figura 26a), sendo obtido no comércio local e o óleo residual (Figura 26b), caracterizado por uma mistura de diversos tipos de óleos saturados provenientes do processo de fritura na cozinha.

O uso do óleo de soja se justifica visto que é um dos tipos de óleo mais usados com finalidade doméstica, comercial e industrial no país, além do fato de ser encontrado com certa facilidade e ter um custo mais baixo em relação aos demais tipos disponíveis no mercado. O óleo residual, que é muito poluente, foi empregado com o objetivo de reduzir a deposição deste material na natureza, assim como conferir maior sustentabilidade ao processo de autorregeneração.

Figura 26 - Comparação entre tonalidades dos óleos: a) óleo de soja; b) óleo residual.



Fonte: Elaborado pelo autor (2021).

O óleo residual foi filtrado com um auxílio de um sistema composto por funil e papel filtro (Figura 27), de forma a eliminar as partículas sólidas e outras impurezas que pudessem interferir no processo de gelificação ionotrópica, o qual será descrito posteriormente no tópico 3.1.4.

Figura 27 - Processo de filtragem do óleo residual.



Fonte: Elaborado pelo autor (2021).

Os materiais necessários para a encapsulação dos agentes rejuvenescedores por meio da gelificação ionotrópica consistem basicamente em duas substâncias: o sal aniônico alginato de sódio ($C_6H_7O_6Na$) e uma fonte de cálcio, sendo essa última o cloreto de cálcio dihidratado

($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), além de água destilada. Tais materiais podem ser encontrados facilmente no comércio de produtos químicos, sendo os reagentes adquiridos da empresa Dinâmica Química Contemporânea LTDA. A Figura 28 mostra a embalagem de ambos os reagentes utilizados na pesquisa.

Figura 28 - Reagentes utilizados para a produção das cápsulas.

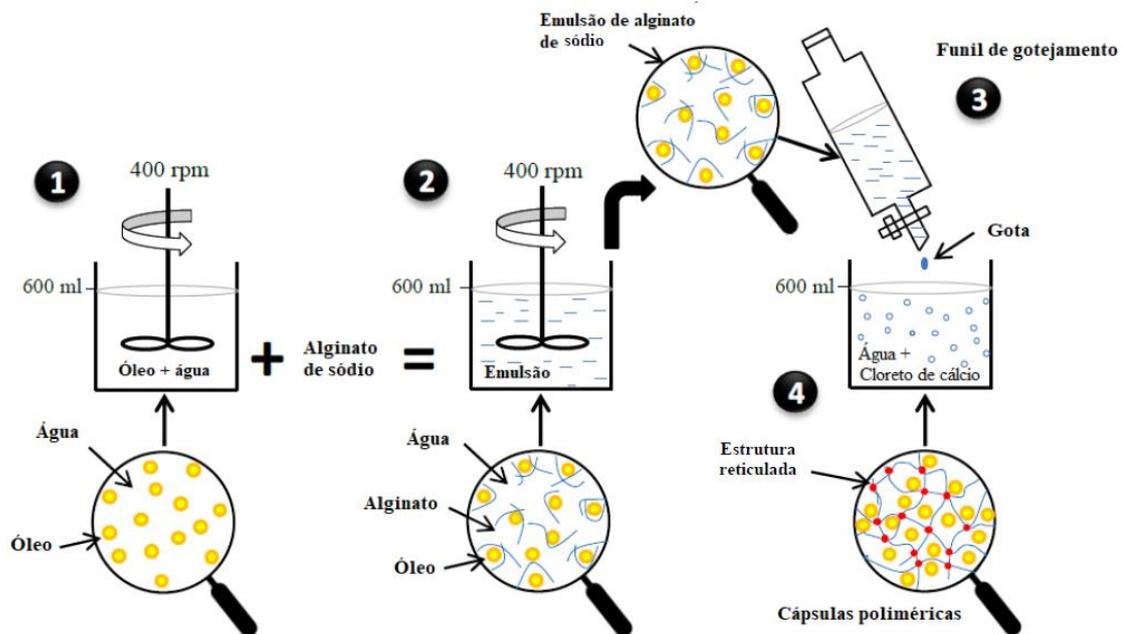


Fonte: Elaborado pelo autor (2021).

3.1.4 Cápsulas

As cápsulas foram fabricadas de forma similar à que foi realizada por Micaelo *et al.* (2016), no qual os mesmos utilizaram o método de gelificação ionotrópica de alginato na presença de íons de cálcio, como mostra o Esquema 5. Ao todo, para a realização dos ensaios, foram confeccionadas aproximadamente 350g de cápsulas contendo óleo de soja virgem e 350g de cápsulas contendo uma mistura de óleos residuais, produzidas conforme necessário durante a execução da pesquisa.

Esquema 5 - Processo de gelificação ionotrópica do alginato de sódio na presença de cálcio.



Fonte: adaptado de AL-MANSOORI (2018).

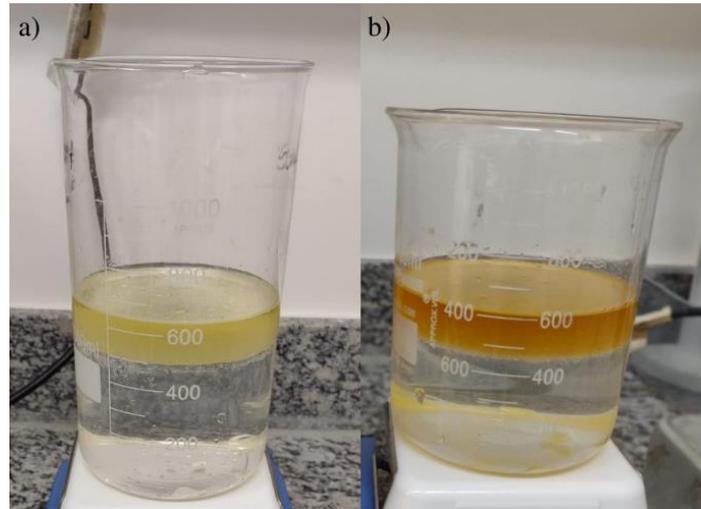
O procedimento de gelificação ionotrópica representado pelo Esquema 5 foi dividido nas etapas explicadas a seguir.

1) Definição da relação óleo/água das cápsulas

Neste trabalho foi adotada uma relação óleo/água para as cápsulas de 0,3, esta escolha foi feita, visto que Barros (2020), autor que adotou o mesmo tipo de óleo virgem (óleo de soja) e uma mistura de óleos residuais semelhante, utilizou relações de 0,2 que apresentaram resultados mais desejáveis ao final da análise da influência mecânica e da autorregeneração após a adição das cápsulas, enquanto que no mesmo trabalho, cápsulas com relação óleo/água de 0,5 apresentaram dificuldades para reter o conteúdo de rejuvenescedor em seu interior.

Foi colocado óleo e água destilada em um béquer com capacidade volumétrica de 1000 ml de maneira que se atendesse a relação óleo/água de 0,3 e que a soma dos volumes totalizasse 600 ml, sendo assim foi colocado 138,5 ml de óleo e 461,5 ml de água destilada para a fabricação tanto das cápsulas constituídas por óleo de soja quanto para as de óleo residual. A Figura 29 ilustra as duas misturas.

Figura 29 - Misturas de óleo/água: a) soja; b) residual.



Fonte: Elaborado pelo autor (2021).

2) Processo de emulsificação

A mistura formada por óleo e água foi agitada por meio de um agitador mecânico de baixo cisalhamento durante um minuto, simultaneamente foi pesado 15g de alginato de sódio em uma balança e adicionado a mistura. Após a adição do alginato, reagente que emulsiona a solução, o processo de agitação mecânica foi executado por aproximadamente 10 minutos. A Figura 30 mostra o procedimento de pesagem e o resultado final da emulsão.

Figura 30 - Procedimento de mistura: a) pesagem de 15g de alginato de sódio; b) resultado final da emulsão após agitação mecânica.



Fonte: Elaborado pelo autor (2021).

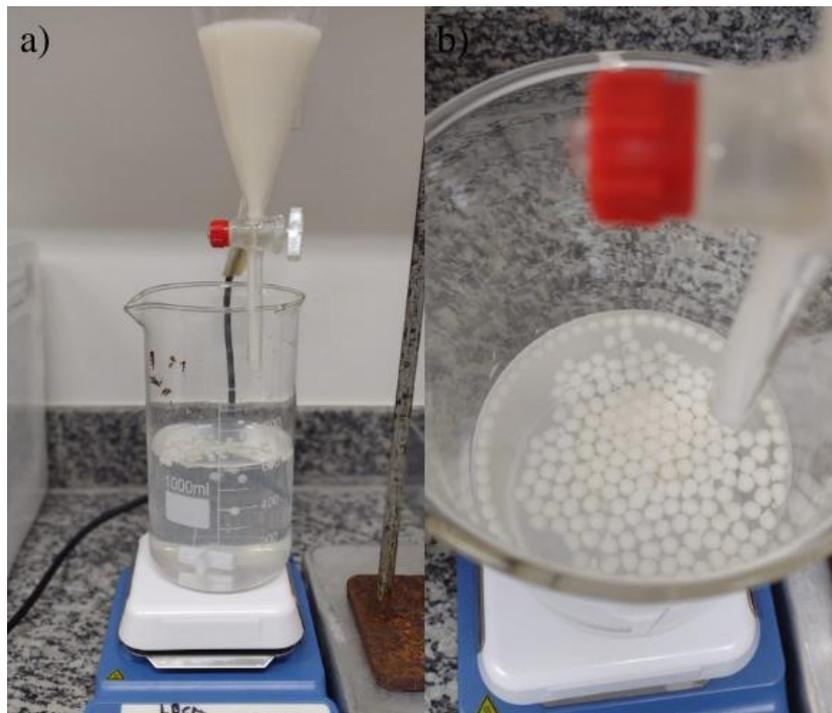
3) Solução de cloreto de cálcio

Após a emulsão óleo-água pronta, foi preparada uma solução de cloreto de cálcio à concentração de 2%. A fim de obter tal concentração foram diluídos 15,9g de $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ em 600mL de água destilada à 20°C.

4) Formação da estrutura reticulada

A formação das cápsulas se dá por meio do gotejamento da emulsão de óleo/água na solução de cloreto de cálcio por meio de um funil de gotejamento, o qual regula a velocidade e o tamanho das gotas. Durante o processo, a solução de cálcio foi agitada por meio de um agitador magnético, com a finalidade de manter as gotas dispersas para que não ocorresse nenhum acúmulo do material que prejudicasse a homogeneidade da estrutura, como mostra a Figura 31.

Figura 31 - Formação da estrutura reticulada: a) gotejamento da emulsão na solução de cloreto de cálcio; b) detalhe da formação da estrutura das cápsulas.



Fonte: Elaborado pelo autor (2021).

Por fim, depois de terminado o processo, as cápsulas foram lavadas em água destilada e posteriormente foram secadas por meio de ventilação artificial produzida por um ventilador durante o período de 12 horas. A Figura 32 exemplifica as cápsulas ainda em estado úmido durante o processo de secagem.

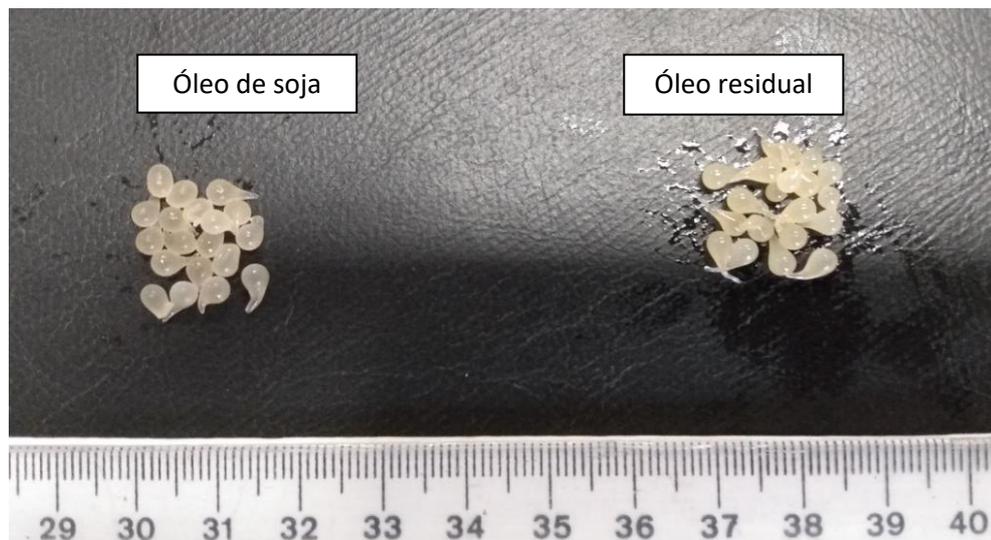
Figura 32 - Processo de secagem das cápsulas.



Fonte: Elaborado pelo autor (2021).

As cápsulas úmidas apresentaram um volume maior quando comparadas às cápsulas secas, pois ainda continham uma parcela de água residual, além do fato de possuírem um aspecto menos translúcido. Não foi possível fazer uma análise precisa da variação de massa das cápsulas, entretanto a análise visual permitiu verificar a possibilidade da ocorrência do que foi observado por Micaelo *et al.* (2016), onde foi constatada uma perda de óleo de 16% em relação à quantidade inicial. A Figura 33 mostra o resultado final obtido para os dois tipos de cápsulas empregados neste trabalho.

Figura 33 - Cápsulas de óleo de soja e de óleo residual produzidas durante a pesquisa.



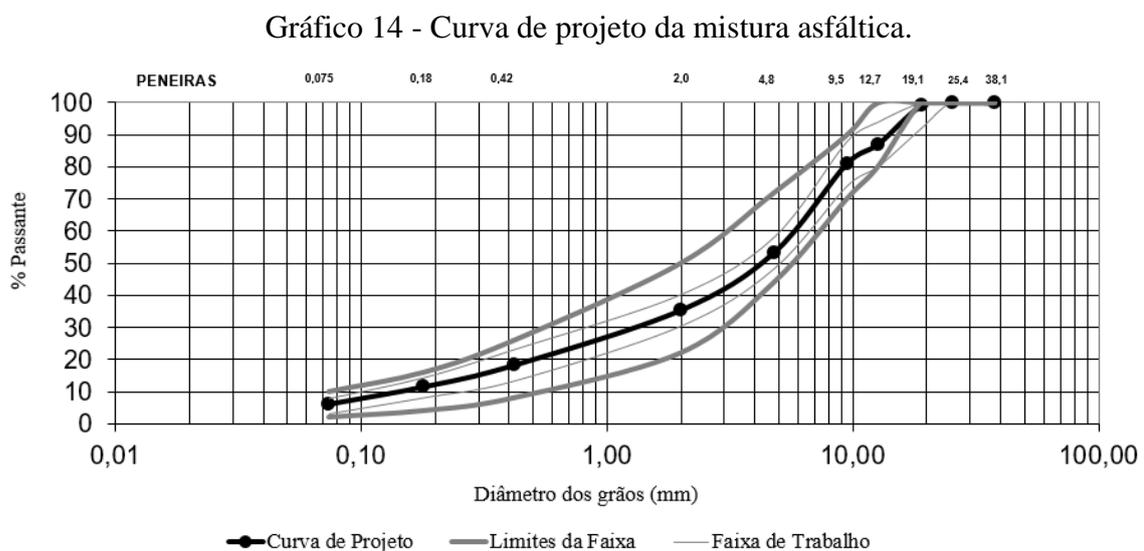
Fonte: Elaborado pelo autor (2021).

3.2 MÉTODOS

O trabalho tem como objetivo a avaliação da influência da adição das cápsulas na autorregeneração, ou *self-healing*, das misturas asfálticas, assim como analisar o efeito de tais adições nas propriedades mecânicas do material. Neste sentido, o foco principal deste tópico é descrever as metodologias utilizadas nas etapas de avaliação da influência no comportamento mecânico e a mensuração do fenômeno de *self-healing* induzido pela incorporação das cápsulas com agentes rejuvenescedores nas misturas asfálticas.

3.2.1 Dosagem da mistura asfáltica

A mistura asfáltica utilizada na pesquisa foi dosada no Laboratório de Pavimentação da UFJF por meio da metodologia Marshall, conforme preconiza o método de ensaio ME 043 (DNER, 1995). A composição granulométrica da matriz pétreo foi escolhida de modo que ficasse enquadrada dentro dos limites estabelecidos para faixa C da especificação de serviço ES 031 (DNIT, 2006b). Sendo assim, foram escolhidos 20% de Brita 1, 35% de Brita 0 e 45% de Pó de pedra para a composição da matriz pétreo. O Gráfico 14 apresenta a curva de projeto da mistura asfáltica adotada.



Fonte: Elaborado pelo autor (2021).

Em seguida, foi assumido um teor de ligante T igual à 5,0% e mais quatro variações, sendo duas acima, T + 0,5% e T + 1,0%, e duas abaixo, T - 0,5% e T - 1,0%. Com estes cinco

grupos definidos, foram moldados 3 corpos de prova para cada um deles, totalizando 15 amostras. Os parâmetros volumétricos de cada grupo foram determinados, assim como os ensaios mecânicos. O resultado final para o teor de ligante asfáltico ideal da mistura foi aquele necessário para atender às exigências preconizadas pela especificação de serviço ES 031 (DNIT, 2006b) quanto ao Teor de Vazios e Relação Betume-Vazios. Nesta dosagem realizada o teor de projeto obtido foi de 4,8% em relação à massa total da mistura asfáltica. A Tabela 4 resume a composição da mistura dosada sem a adição das cápsulas de alginato de cálcio.

Tabela 4 - Composição da mistura asfáltica dosada sem a adição das cápsulas.

Materiais	Mistura sobre o total (% em massa)	Mistura sobre os Agregados (% em massa)
Brita 19 mm	19,04	20,00
Brita 12 mm	33,32	35,00
Pó de Pedra	42,84	45,00
CAP 50/70	4,8	5,04

Fonte: Elaborado pelo autor (2021).

A Tabela 5 apresenta a composição final da mistura dosada com a adição das cápsulas de alginato de cálcio, independentemente do tipo de óleo (soja e residual), uma vez que os teores adicionados foram iguais para ambos os tipos. Neste contexto, a composição da mistura somente foi corrigida após a inclusão do teor de cápsulas em massa.

Tabela 5 - Composição final da mistura asfáltica dosada com a adição das cápsulas.

Materiais	Mistura sobre o total (% em massa)
Brita 19 mm	18,93
Brita 12 mm	33,12
Pó de Pedra	42,58
CAP 50/70	4,77
Cápsulas de alginato	0,60

Fonte: Elaborado pelo autor (2021).

A Tabela 6 apresenta os parâmetros volumétricos e mecânicos de projeto obtidos para o teor de ligante encontrado por meio da dosagem Marshall, assim como os limites preconizados pela faixa C do DNIT.

Tabela 6 - Parâmetros mecânicos e volumétricos de projeto obtidos para a mistura sem adição de cápsulas.

Parâmetros	Projeto	Especificação Faixa C DNIT 031/2006 – ES
Densidade Aparente da Mistura:	2,450	-
Densidade Máxima Teórica:	2,531	-
Teor de Vazios (%):	3,3	3,0 a 5,0
Vazios do Agregado Mineral (%):	15,0	15,0 (min)
Relação Betume Vazios (%):	78,0	75,0 a 82,0
Resistência à Tração (MPa):	1,95	0,7 a 1,2
Estabilidade (Kgf):	1800,0	500,0 (min)
Fluência (mm):	4,5	2 a 4,5 mm
Temperatura de Mistura (°C):	143 a 152	-
Temperatura de Compactação (°C):	133 a 139	-
Energia de Compactação (golpes):	75,0	-

Fonte: Elaborado pelo autor (2021).

Após a incorporação das cápsulas nas misturas asfálticas foi verificado os principais parâmetros volumétricos de projeto, como o teor de vazios, a relação betume vazios, os vazios do agregado mineral e a densidade aparente da mistura. Neste contexto, observou-se que a adição das cápsulas não afetou tais parâmetros, visto que os valores encontrados foram semelhantes aos descritos na Tabela 6.

3.2.2 Adição das cápsulas na mistura asfáltica

Durante a pesquisa três tipos de misturas asfálticas foram produzidas, classificadas de acordo com os três grupos de estudo: o Grupo I definido como a mistura de referência, ou seja, composto pela mistura asfáltica dosada sem a adição de cápsulas; o Grupo II, composto pela mistura asfáltica dosada e cápsulas de óleo de soja virgem; e o grupo III, composto pela mistura asfáltica dosada e cápsulas com óleo residual. Ao todo, ao longo do trabalho foram confeccionados 114 corpos de prova.

As cápsulas foram incorporadas à mistura asfáltica durante a usinagem, no momento em que os agregados e o ligante já se encontravam em homogeneidade. A Figura 34 mostra o momento de adição das cápsulas e a distribuição das mesmas após o processo manual de mistura à massa asfáltica.

Figura 34 - Incorporação das cápsulas na mistura asfáltica: a) adição das cápsulas; b) Mistura homogeneizada.



Fonte: Elaborado pelo autor (2021).

O teor de cápsulas escolhido foi de 0,6% em relação à massa total da mistura asfáltica, o que em massa corresponde a aproximadamente 7,2 g. Tal valor representa cerca de 12,5% em relação à massa de ligante asfáltico adotada, valor um pouco maior do que o utilizado na literatura. Estas quantidades foram adotadas de forma a tentar maximizar o efeito de regeneração da mistura, sendo que foram norteadas pelo trabalho de Barros (2020) e Paciência (2018), que utilizaram proporções de 6% a 8% e de 10,4% em relação à massa total de ligante, respectivamente.

A quantidade de cápsulas adicionadas ser sutilmente maior do que os valores observados na literatura pode ser justificada, visto que a forma de compactação adotada nesta pesquisa foi por impacto, o que poderia gerar um dano excessivo às cápsulas em relação à compactação giratória, método adotado nos trabalhos supracitados.

Ademais, teve-se o cuidado de não adicionar uma quantidade excessiva de cápsulas de forma que tal proporção não ficasse muito acima dos valores da literatura, visto que de acordo com Micaelo *et al.* (2016) teores abaixo do limite inferior podem ser insuficientes para a indução do processo de autorregeneração e teores superiores podem causar uma diminuição significativa de rigidez da mistura, além de um conseqüente aumento na deformação permanente.

3.2.3 Produção das amostras de mistura asfáltica

Após serem produzidas, as amostras foram compactadas por meio da metodologia Marshall, de acordo com o método de ensaio ME 043 (DNER, 1995), no qual a compactação ocorre por meio da aplicação da energia de 75 golpes em cada face do corpo de prova. Desta forma, como este procedimento de compactação é mais intenso, com o intuito de evitar a ruptura precoce das cápsulas foram feitas duas camadas de amortecimento, compostas apenas por asfalto/agregados sem os agentes rejuvenescedores, de modo que os mesmos ficassem concentrados no interior da amostra.

Antes de se colocar a quantidade necessária de mistura dentro dos cilindros de compactação, a mesma era dividida em três partes: duas sem a presença de cápsulas e uma com a presença destas. A quantidade de massa asfáltica da porção sem cápsulas era de aproximadamente 20% da massa necessária para a confecção da amostra, dividida em duas finas camadas, de modo que se formasse uma proteção superficial para as cápsulas localizadas próximas das superfícies inferior e superior do corpo de prova.

Sendo assim, primeiramente foi colocada a porção sem cápsulas, seguida da porção com cápsulas e por fim outra porção sem agentes rejuvenescedores encapsulados. Em seguida foi feita a acomodação da mistura dentro do cilindro por meio de quinze golpes na lateral e dez golpes no centro da massa asfáltica com bastão metálico conforme preconizado na metodologia Marshall.

3.2.4 Caracterização das misturas asfálticas

Espera-se que a adição das cápsulas com óleos vegetais promova a autorregeneração das misturas asfálticas, entretanto é importante investigar se tal adição afeta de algum modo as propriedades mecânicas do material. Por isto, nesta pesquisa foram analisadas duas frentes de trabalho, sendo a primeira responsável pela a avaliação dos efeitos da adição de cápsulas nas propriedades mecânicas e a segunda, a mensuração do efeito de autorregeneração, ou *self-healing*, através de métodos macroescalares, das misturas asfálticas que serão feitas por meio dos métodos descritos adiante.

3.2.4.1 Avaliação da adição de cápsulas no comportamento mecânico das misturas asfálticas

Com a finalidade de avaliar os possíveis efeitos da incorporação de cápsulas com agentes rejuvenescedores nas propriedades mecânicas da mistura asfáltica, foram realizados os seguintes ensaios mecânicos: Resistência à tração por compressão diametral, rigidez da mistura através do ensaio de Módulo de resiliência, Vida de fadiga por meio do ensaio de tensão controlada e Deformação permanente através do ensaio compressivo uniaxial estático, também conhecido como *Creep* estático.

a) Resistência à tração por compressão diametral

A fim de determinar a resistência à tração por compressão diametral (RT) foi utilizado o método de ensaio ME 136 (DNIT, 2018) como referência. O método utiliza uma prensa mecânica capaz de aplicar forças de compressão diametralmente opostas através de frisos metálicos, com seu êmbolo se deslocando a uma velocidade de $0,8 \pm 0,1$ mm/s, que induzem tensões de tração horizontais. A leitura da força (F) é feita através de um anel dinamométrico localizado junto à parte superior do equipamento, a RT é calculada conforme a Equação 1.

$$\sigma_R = \frac{2F}{\pi D H} \quad (\text{Equação 1})$$

Em que:

σ_R é a resistência à tração (RT), à temperatura do ensaio, em MPa;

F é a carga de ruptura, em N;

D é o diâmetro de corpo de prova, em mm;

H é altura do corpo de prova (espessura), em mm.

Ao todo foram ensaiados 9 corpos de prova, conforme sugere o método de ensaio ME 136 (DNIT, 2018), sendo 3 amostras de cada grupo.

b) Módulo de resiliência

A rigidez da mistura foi mensurada por meio do módulo de resiliência (MR), conforme define o método de ensaio ME 135 (DNIT, 2018) como sendo a relação entre a tensão horizontal

resultante do carregamento repetido e a correspondente deformação horizontal recuperável após um determinado número de ciclos. A tensão de tração é induzida por uma carga diametralmente oposta gerada através dos frisos metálicos, tendo a frequência do pulso de carga de 1 Hz, sendo que durante 0,1 segundo ocorre o carregamento, seguido de 0,9 segundos de período de repouso. Os deslocamentos horizontais foram medidos utilizando um transdutor LVDT (*Linear Variable Differential Transducer*) preso à amostra por um suporte de referência.

O MR é calculado por meio da Equação 2.

$$MR = \frac{P}{|\Delta H| t} (0,2692 + 0,9977\mu) \quad (\text{Equação 2})$$

Em que:

MR é o módulo de resiliência, expresso em MPa;

P é a carga cíclica, expressa em N;

ΔH é o deslocamento horizontal (elástico ou resiliente), na interseção das duas tangentes, expresso em mm;

t é a espessura (altura) do corpo de prova, expressa em mm;

μ é o coeficiente de *Poisson*.

Todos os ensaios foram executados à temperatura ambiente de 25°C e o valor de coeficiente de *Poisson* adotado foi de 0,3, valor este que é amplamente utilizado na mecânica dos pavimentos.

A fim de determinar o MR das misturas asfálticas, foram ensaiados 3 corpos de prova por grupo, totalizando 9 amostras para este ensaio.

c) Vida de fadiga à tensão controlada

A vida de fadiga das misturas asfálticas foi definida por meio do ensaio de compressão diametral à tensão controlada, baseado no método de ensaio ME 183 (DNIT, 2018). A aplicação da carga cíclica é feita exatamente da mesma forma quando comparado ao ensaio para a determinação do módulo de resiliência, ou seja, o pulso de carga aplicado é de 1 Hz.

O método de ensaio define a vida de fadiga como sendo o número de ciclos (N) responsáveis pela ruptura completa do material para aquele nível de tensões, sendo que o mesmo sugere que sejam escolhidos para a realização do ensaio 4 níveis de tensões que variem entre 5 e 40% da resistência à tração por compressão diametral. Neste trabalho optou-se por trabalhar com 20%, 30% e 40% desta tensão, e por meio de um processo gráfico com a curva

de fadiga obtida para estes três valores de tensão, escolheu-se o quarto valor de tensão como sendo um nível de solicitação que conduziria à ruptura em 3600 ciclos, valor que corresponde à uma hora de carregamento, para cada grupo, como forma de auxiliar na calibração do nível de tensão a ser escolhido para o ensaio de Autorregeneração com carregamento dinâmico, o qual será descrito no tópico 3.2.4.2.-c.

O resultado final do ensaio pode ser expresso de forma gráfica por meio de curvas N versus deformação de tração inicial (ϵ_i) ou N versus diferença de tensões no centro do corpo de prova ($\Delta\sigma$), as quais são representadas algebricamente por meio de funções exponenciais, denominadas como curvas de fadiga, ou curvas de *Wöhler*. A linha de tendência obtida, que é ajustada a partir dos pontos através do método de regressão linear, é plotada em um gráfico com escala logarítmica tanto no eixo vertical quanto horizontal. A Equação 3 determina o modelo da curva de fadiga.

$$N = k \left(\frac{1}{\Delta\sigma} \right)^n \quad (\text{Equação 3})$$

Em que:

N é o número de repetições de carga necessárias à ruptura do corpo de prova (vida de fadiga); $\Delta\sigma$ é a diferença entre tensão horizontal e vertical no centro do corpo de prova; k e n são parâmetros experimentais.

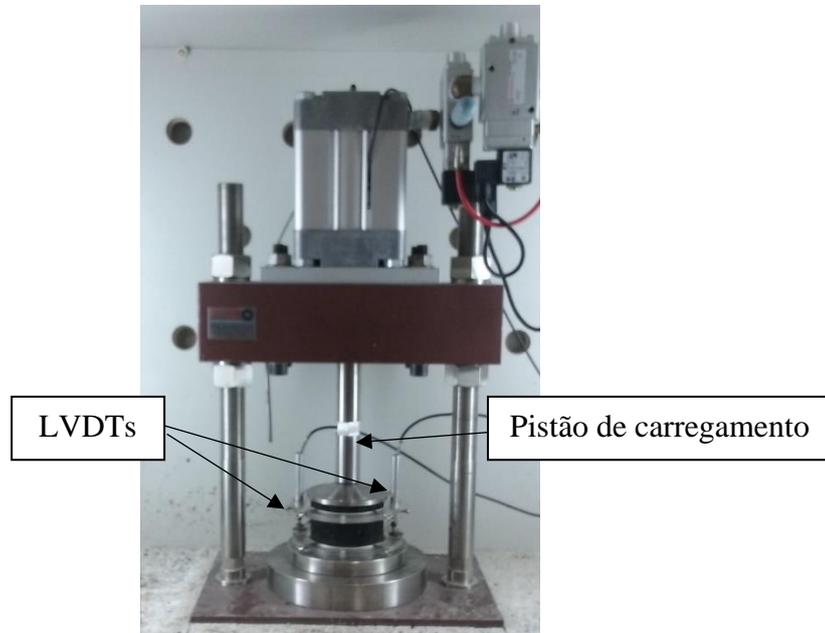
A fim de traçar as curvas de fadiga, foram submetidos 5 corpos de prova de cada grupo ao carregamento cíclico, desta forma, os 4 primeiros em diferentes níveis de tensões. O resultado do ensaio para a quinta amostra foi utilizado para a confecção de uma nova curva de fadiga (com 5 pontos) como forma de verificação do resultado da curva de fadiga ajustada para os quatro primeiros pontos. Sendo assim, foram ensaiadas ao todo 15 amostras.

d) Deformação permanente no *Creep* estático

De acordo com Bernucci *et al.* (2008), o ensaio de *Creep* estático consiste na aplicação de uma carga estática e contínua no corpo de prova através de um carregamento compressivo uniaxial, conforme mostra a Figura 35. A carga utilizada é constante de 81,07 kgf, valor correspondente à uma tensão de compressão da ordem de 1,0 kgf/cm². Já o período de carregamento, pode variar, entretanto, geralmente é utilizando 1 hora seguido de um período de descarregamento de 15 minutos. A deformação axial da amostra é medida por meio de sensores LVDTs ligados a um sistema automático de aquisição de dados que permite a obtenção dos

dados em tempo real durante o carregamento. Os deslocamentos axiais foram determinados pela média aritmética entre as leituras fornecidas pelos dois LVDTs.

Figura 35 - Configuração do equipamento para realização do ensaio de *Creep* estático.



Fonte: CARMO (2019).

Por meio dos deslocamentos axiais observados nos corpos de prova foi possível determinar parâmetros que permitem avaliar a sensibilidade da amostra à deformação permanente, sendo estes a deformação total (Dt), o módulo de fluência (M_f) e a inclinação da curva (I_{curva}) (CARMO, 2019).

A deformação total média durante todo o ensaio é dada pela Equação 4 (CARMO, 2019).

$$Dt = \frac{\Delta h_{4500}}{h_0} \quad (\text{Equação 4})$$

O módulo de fluência (Equação 5) tem a finalidade de determinar a capacidade da mistura asfáltica de resistir ao carregamento que causa a deformação permanente em um determinado nível de tensão. Desta maneira, quanto maior for o valor de M_f , maior será a capacidade da mistura de resistir à deformação permanente (CARMO, 2019).

$$M_f = \frac{\sigma}{D_t} \quad (\text{Equação 5})$$

A inclinação média da curva de fluência (Equação 6) representa a velocidade com que a fluência ocorre a partir do momento que se inicia o processo, desta maneira, o comportamento mecânico da mistura é melhor conforme menor for a inclinação da curva (CARMO, 2019).

$$I_{curva} = \frac{\log(\varepsilon_{3600}) - \log(\varepsilon_{1000})}{\log(3600) - \log(1000)} \quad (\text{Equação 6})$$

Os termos das Equações 4, 5 e 6 são explicados a seguir:

D_t é a deformação total (mm/mm);

Δh_{4500} é a variação da altura do corpo de prova, após o período de recuperação (4500s);

h_0 é a medida inicial da altura do corpo de prova (mm);

M_f é o módulo de fluência após o período de recuperação;

σ é o nível de tensão do ensaio (MPa);

ε_{3600} é a deformação para 3600 segundos de ensaio (mm);

ε_{1000} é a deformação para 1000 segundos de ensaio (mm).

Como forma de determinar a deformação permanente por meio do ensaio de *Creep* estático foram realizados ensaios de 2 corpos de prova por grupo, sendo que ao todo para os três grupos foram utilizadas 6 amostras.

3.2.4.2 Avaliação da autorregeneração

A avaliação da autorregeneração da mistura asfáltica foi feita por três metodologias distintas, sendo a primeira por meio de um ensaio feito com carregamento estático na mesma prensa utilizada para o ensaio de determinação da resistência à tração por compressão diametral, a segunda, por meio de avaliação semelhante à primeira, entretanto com dois ciclos de carregamento/autorregeneração, e a terceira com um carregamento repetitivo com frequência de 1 Hz, que é aplicado no mesmo equipamento onde realizam-se os ensaios de módulo de resiliência e vida de fadiga das misturas asfálticas,

a) Autorregeneração com carregamento estático

A avaliação da autorregeneração por meio do carregamento estático foi realizada por meio da prensa utilizada no ensaio de RT, que tem a capacidade de aplicar duas forças estáticas com velocidade de $0,8 \pm 0,1$ mm/s diametralmente opostas, as quais induzem uma tensão de tração horizontal, gerando dano ao corpo de prova.

O método foi baseado no procedimento desenvolvido por Paciência (2018), no qual foi aplicado uma carga inicial com a finalidade de causar certo nível de fissuração inicial na amostra, seguido de um período de descanso e por último finalizado com a ruptura total da amostra. Cabe salientar que o autor utilizou diversos níveis de fissuração e tempos de descanso diferentes com a finalidade de avaliar tais variações na taxa de autorregeneração. Sendo assim, a taxa de autorregeneração da mistura asfáltica foi definida como uma relação entre o valor encontrado no segundo ensaio e a resistência máxima à tração da mistura.

Previamente foram definidos os resultados de RT para o Grupo I, Grupo II e Grupo III. Em seguida, como forma de atingir o nível de fissuração previsto para cada corpo de prova, ou seja, causar trincas na sua estrutura, foi aplicado, na mesma prensa utilizada no ensaio de RT (Figura 36), uma parcela daquela força diametral lida por meio do anel dinamométrico do equipamento. Neste trabalho foram escolhidas como cargas de dano 80% de F e 50% de F, com a finalidade de criar dois níveis de fissurações distintos e conseqüentemente analisar o efeito de recuperação da resistência causado pela adição das cápsulas. Cabe destacar que a força F mostrada pelo relógio do equipamento tem uma relação diretamente proporcional com a RT.

Figura 36 - Prensa utilizada no condicionamento e ruptura total do corpo de prova.

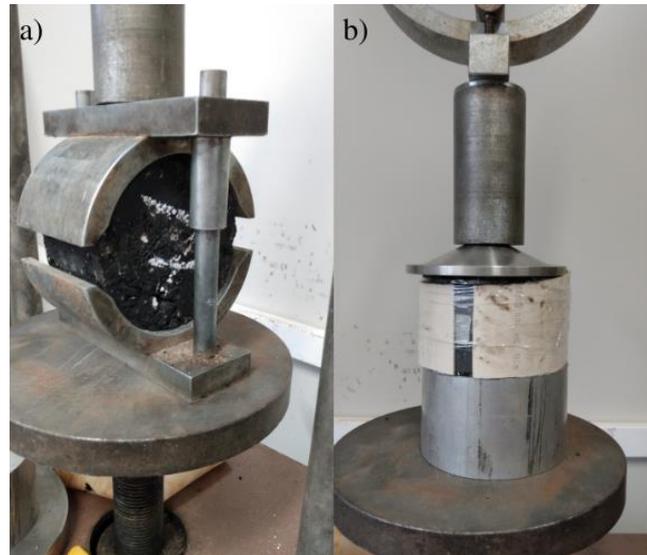


Fonte: Elaborado pelo autor (2021).

Os níveis de fissuração anteriormente descritos foram escolhidos com base nos resultados para os níveis de dano encontrados por Paciência (2018), que observou recuperações de resistências de 92%, 95% e 92% para níveis de dano de 85%, 75% e 50% de RT, respectivamente. Um nível de fissuração maior foi descartado nesta pesquisa visto que nos trabalhos de Paciência (2018) e Barros (2020) não foram obtidos resultados satisfatórios para estes níveis de tensões, sendo que o primeiro obteve apenas 40% de regeneração para um nível de dano de 100% de RT enquanto o segundo não registrou diferenças significativas entre as misturas com e sem cápsulas. Tal fato pode ser justificado uma vez que os agentes rejuvenescedores são eficazes para fechamento de trincas em estágios iniciais de formação.

Posteriormente à primeira etapa, foi aplicado um carregamento de 5 kN por 5 minutos perpendicularmente ao plano de ruptura com o auxílio do anel de estabilidade Marshall (Figura 37a) a fim de condicionar a amostra e colocar suas faces em contato de forma que fosse induzido o processo de molhamento. Em seguida, a amostra, colocada em um molde de PVC, foi submetida a outro carregamento, desta vez, sendo uma carga uniaxial com magnitude de 5 kN durante 5 minutos (Figura 37b) com a finalidade de aplicar um confinamento lateral nas amostras, semelhante ao que ocorre com a mistura em campo, e conseqüentemente permitir a difusão do óleo em todas as trincas existentes.

Figura 37 - Processo de condicionamento da amostra: a) amostra conformada pelo anel de estabilidade Marshall; b) carregamento axial.



Fonte: Elaborado pelo autor (2021).

Feito o processo de condicionamento, os corpos de prova confinados no molde de PVC foram deixados em descanso durante um período de 72 horas. O período de descanso foi definido com base no trabalho de Barros (2020), o qual observou uma taxa de autorregeneração maior nas misturas deixadas em repouso durante este tempo. A Figura 38 mostra esta etapa do procedimento.

Figura 38 - Corpos de prova em descanso.



Fonte: Elaborado pelo autor (2021).

A taxa de autorregeneração é mensurada para cada um dos três grupos e cada um dos dois níveis de dano por meio da relação entre a resistência final (R_f), após o segundo ensaio de RT completo, com a resistência à tração máxima (R_t), obtida após o ensaio que determinou o RT de cada grupo (definido no tópico 3.2.4.1.-a deste trabalho), expressa em percentual de recuperação em relação a resistência à tração indireta, como mostra a Equação 7.

$$\text{Autorregeneração (\%)} = \frac{R_f}{R_t} \times 100 \quad (\text{Equação 7})$$

A Figura 39 apresenta o corpo de prova rompido após o segundo ensaio de RT, onde é possível observar a região oleosa ao entorno das cápsulas, que evidencia a liberação do mesmo e a conseqüente redução da viscosidade do ligante asfáltico.

Figura 39 - Liberação do óleo após ruptura das cápsulas.



Fonte: Elaborado pelo autor (2021).

Este método proposto para mensurar a autorregeneração se enquadra como de avaliação por fratura, visto que a forma de carregamento utilizada nos dois ensaios foi estática, intercalada com um período de descanso, além da necessidade do contato das faces fraturadas durante o período de descanso, como forma de induzir a autorregeneração. Contudo, pode-se dizer que tal método se diferiu sutilmente dos demais descritos na literatura, visto que não foi empregada

a ruptura total das amostras, uma vez que a carga aplicada foi uma parcela da resistência à tração por compressão diametral.

Durante esta pesquisa foram ensaiados 12 corpos de prova de cada grupo, sendo 6 no nível de fissuração de 50% e 6 no nível de 80%. Desta forma, para os três grupos, ao todo foram realizados ensaios em 36 amostras.

b) Autorregeneração com carregamento estático via dois ciclos de carregamento/autorregeneração

Nesta metodologia o carregamento foi semelhante à da primeira, descrita no tópico 3.2.4.2.-a deste trabalho, ou seja, na prensa hidráulica utilizada no ensaio de RT, entretanto foram aplicados dois ciclos de carregamento e conseqüentemente dois ciclos de autorregeneração antes da ruptura total do material. Somente foi utilizado um nível de fissuração, aquele que corresponde à carga de 50% de RT, visto que valores maiores poderiam conduzir a um estágio de trincas muito alto após o segundo ciclo de fissuração, tornando o processo de *self-healing* ineficaz. O condicionamento das amostras foi feito exatamente da mesma maneira que no ensaio citado anteriormente, porém foram feitos dois ciclos de descanso.

O objetivo da indução de mais de um ciclo de autorregeneração é verificar a capacidade das cápsulas liberarem o óleo de forma gradual e atuarem de forma contínua ao longo do uso do pavimento.

A taxa de autorregeneração foi calculada por meio da relação entre a resistência final (R_f), após o segundo ensaio de RT completo, com a resistência à tração máxima (R_t), conforme apresenta a equação 7.

c) Autorregeneração com carregamento dinâmico

O ensaio utilizado para a avaliação da autorregeneração da mistura asfáltica por meio de carregamento dinâmico foi realizado na mesma prensa hidráulica em que se realiza o ensaio de MR e o de vida de fadiga, como mostra a Figura 40. As etapas aplicadas neste método foram exatamente as mesmas utilizadas no procedimento descrito anteriormente, a única diferença foi o tipo de carregamento, que neste caso, foi diametral cíclico com frequência de 1 Hz, sendo 0,1 segundo a aplicação do pulso de carga e 0,9 segundos o período de descanso entre os carregamentos.

Figura 40 - Prensa hidráulica utilizada no ensaio de autorregeneração com carregamento dinâmico.



Fonte: Elaborado pelo autor (2021).

Através das equações exponenciais de fadiga (Equação 3) obtidas no ensaio de vida de fadiga, descrito anteriormente no tópico 3.2.4.1.-c, foram definidas as diferenças de tensões ($\Delta\sigma$) para romper o corpo de prova em uma hora, período equivalente à 3600 ciclos. Em seguida, com tais diferenças de tensões foi encontrada a tensão horizontal de tração atuante no centro do corpo de prova (σ_t), que é igual a diferença de tensões dividida por 4 ($\Delta\sigma/4$). Por fim, deu-se a entrada no *software* responsável pela execução do carregamento e controle da tensão de ensaio, o valor percentual de σ_t em relação a resistência à tração por compressão diametral da mistura (%RT).

Nesse sentido, foram definidos os seguintes percentuais de σ_t em relação à resistência à tração por compressão diametral (%RT): Grupo I – 26% de RT, Grupo II – 19% de RT e Grupo III – 21% de RT.

Este procedimento descrito anteriormente foi necessário como forma de definir um período de carregamento igual para todas as misturas de maneira que todos os grupos também fossem submetidos à um mesmo nível de fissuração, independentemente da curva de fadiga de cada uma, a qual representa o comportamento da amostra a solicitação por carregamento repetido. Sendo que o período de carregamento de 3600 ciclos, ou seja, uma hora, foi escolhido

de forma que os ensaios não ficassem muito longos e de modo pudesse ser obtido um nível de fissuração satisfatório para a mistura sem que ocorressem grandes deformações nas amostras.

A partir das diferenças de tensões ($\Delta\sigma$) definidas, como forma de atingir os níveis de fissuração, foram aplicados 50% de N, sendo 1800 ciclos, e 80% de N, sendo 2880 ciclos, independentemente do grupo analisado, com a finalidade de causar dois estágios diferentes de formação de trincas inicial nas amostras. Em seguida, as amostras passaram pelos mesmos procedimentos de condicionamento ilustrados anteriormente pela Figura 37 e deixados em um período de descanso de 72 horas dentro do molde de PVC.

Por fim, a amostra foi solicitada até a ruptura total, momento no qual é registrado o N_{total} , o qual corresponde ao número de ciclos que levam a amostra à ruptura após a autorregeneração. Assim, a mensuração da recuperação da resistência após a autorregeneração, ou *self-healing*, para cada um dos três grupos e cada um dos dois níveis de dano é feita por meio da relação percentual entre o número de ciclos após a regeneração (N_{total}) e o número de ciclos previstos para a ruptura da mistura em 1 hora, o qual corresponde a 3600 ciclos, conforme mostra a Equação 8.

$$\text{Autorregeneração (\%)} = \frac{N_{total}}{3600} \times 100 \quad (\text{Equação 8})$$

Este método de mensuração do *self-healing* proposto neste trabalho enquadra-se como avaliação por fadiga, visto que o carregamento utilizado é cíclico. Contudo, ele se difere dos demais citados na literatura devido à forma de carregamento utilizada, que foi a de solicitação à tração por compressão diametral, além da forma das amostras utilizadas, que no caso foram de corpos de prova cilíndricos.

Ao longo da pesquisa foram ensaiados 6 corpos de prova de cada grupo, sendo 3 no nível de fissuração de 50% e 3 no nível de 80%. Desta forma, para os três grupos, ao todo foram realizados ensaios em 18 amostras.

3.2.5 Análise estatística

Os eventos representados por dados contínuos assumem diversas distribuições de frequência, uma das mais famosas é aquela em forma de sino, comumente denominada de curva normal ou de Gauss. Os testes estatísticos amplamente utilizados para análises experimentais são baseados em modelos teóricos que pressupõem a distribuição normal, como teste t de Student e o de Análise de Variância (ANOVA), por exemplo.

A análise estatística dos resultados foi feita pelo *software* Prism 5.0 (*GraphPad software, Inc.*). Inicialmente, com a finalidade de verificar se os dados de cada experimento seriam distribuídos de forma normal, ou seja, conforme a curva de distribuição Gaussiana, foram feitos os testes clássicos de normalidade: Kolmogorov-Smirnov, D'Agostino e Pearson e Shapiro-Wilk.

A partir disso, ficou definido que o teste utilizado para verificar diferenças estatísticas significativas entre os grupos seria o ANOVA ou um de seus equivalentes não paramétricos, uma vez que o teste t de Student somente pode ser utilizado para 2 diferentes grupos amostrais, sendo que no presente trabalho o objeto de estudo são 3 grupos amostrais distintos.

Caso o resultado para o teste de normalidade fosse positivo, seria realizado o teste ANOVA, com o objetivo de verificar se haveria diferença estatística significativa entre os três grupos estudados. Havendo diferença, seria realizado o teste de comparação múltipla de Tukey, que tem o intuito de localizar tais diferenças, ou seja, encontrar estas desigualdades, comparando os resultados par a par.

A análise para os dados que não se expressam de forma gráfica conforme a distribuição Gaussiana é testada por meio de metodologias que examinam suas amostras independentemente do formato da curva, como a de Friedman, Mann-Whitney e Kruskal-Wallis, designadas por métodos estatísticos não paramétricos.

Neste contexto, caso o resultado para o teste de normalidade fosse negativo, ou seja, a curva não assumiria a distribuição Gaussiana, seria realizado o teste de Kruskal-Wallis, que é o equivalente ao ANOVA, porém para dados não-paramétricos, com o objetivo de verificar se haveria diferença estatística significativa entre os três grupos estudados. Observando diferença, seria realizado o teste de comparação múltipla de Dunns, que tem o intuito de localizar tais diferenças, ou seja, encontrar estas desigualdades, comparando os resultados par a par.

Cabe salientar que os testes *post hoc* (Tukey e Dunns) são necessários para identificar quais dos pares de grupos diferem. Além disso, o *software* adotado também os recomendou conforme o teste prévio realizado, sendo o de Tukey paramétrico e o de Dunns não paramétrico.

Nos experimentos de Resistência à tração por compressão diametral, Autorregeneração com carregamento estático, Autorregeneração com carregamento estático via dois ciclos de carregamento/autorregeneração e Autorregeneração com carregamento dinâmico foi executado o teste de Kruskal-Wallis. No experimento de Módulo de resiliência foi feito o ANOVA. Nos experimentos de Vida de Fadiga e Deformação permanente no *Creep* estático não foram realizadas análises estatísticas.

Os resultados obtidos são apresentados de forma gráfica, sendo que as barras retangulares representam o valor médio dos dados e a barra de erro indica o desvio-padrão.

4 RESULTADOS

Neste capítulo são mostrados os resultados encontrados ao longo desta pesquisa, além das discussões acerca da influência da adição de cápsulas no comportamento mecânico e a capacidade de autorregeneração das misturas asfálticas estudadas.

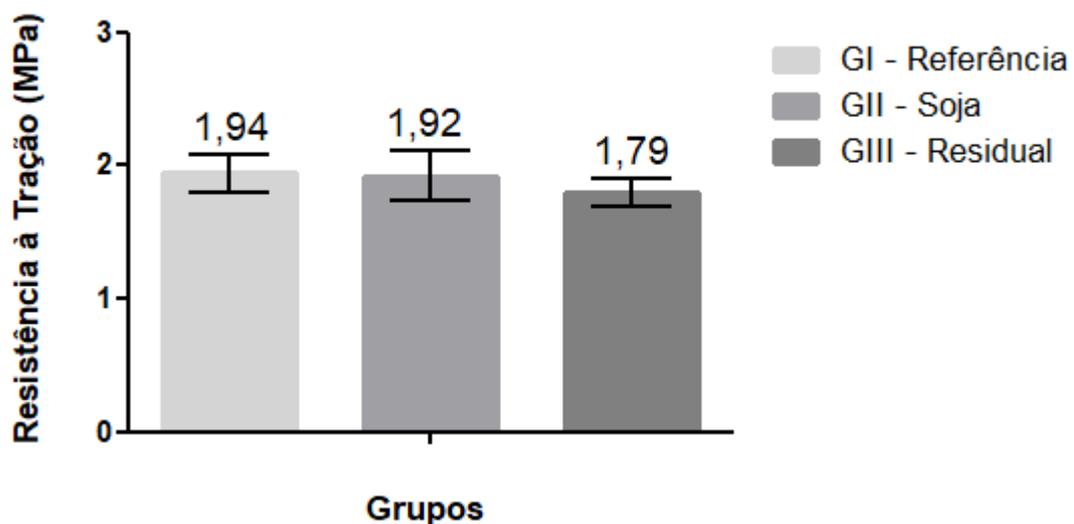
4.1 AVALIAÇÃO DO COMPORTAMENTO MECÂNICO DAS MISTURAS ASFÁLTICAS

A avaliação da influência da adição de cápsulas no comportamento mecânico das misturas asfálticas foi feita por meio da análise dos resultados nos quatro ensaios: Resistência à tração por compressão diametral, Módulo de resiliência, Vida de fadiga à tensão controlada e Deformação permanente no *Creep* estático.

4.1.1 Resistência à tração por compressão diametral

O Gráfico 15 apresenta os valores médios de resistência à tração por compressão diametral (RT) para cada grupo das misturas asfálticas estudadas, juntamente com os seus respectivos valores de desvio-padrão.

Gráfico 15 – Resultados do ensaio de Resistência à tração por compressão diametral.



Fonte: Elaborado pelo autor (2021).

Os resultados obtidos no ensaio de RT foram de 1,94 MPa para o GI – referência, 1,92 MPa para o grupo GII – Soja e 1,79 MPa para o GIII- residual. Os valores encontrados estão próximos do limite superior estabelecido por Bernucci *et al.* (2008), os quais definem valores de 0,5 MPa e 2,0 MPa para misturas asfálticas tradicionais usinadas a quente recém moldadas. Isso mostra que as três misturas têm elevada resistência à tração indireta quando comparadas às misturas típicas da literatura.

Foi observada uma redução percentual de 1,03% entre o GII e o GI e uma redução de 7,73% entre o GIII e o GI. Entretanto, por meio de análise estatística, foi feito o teste de análise de variância não paramétrico com índice de confiança (n) de 5%, conhecido como Kruskal-Wallis, o qual mostrou não haver diferença significativa para os resultados de RT entre os três grupos testados, pois o valor de P obtido foi igual a 0,2881, superior a 0,05.

Conforme a especificação de serviço ES 031 (DNIT, 2006b) todas as misturas atenderam à tensão mínima especificada de 0,65 MPa, o que indica que estas misturas com adição de cápsulas estudadas podem ser empregadas como revestimento asfáltico de um pavimento.

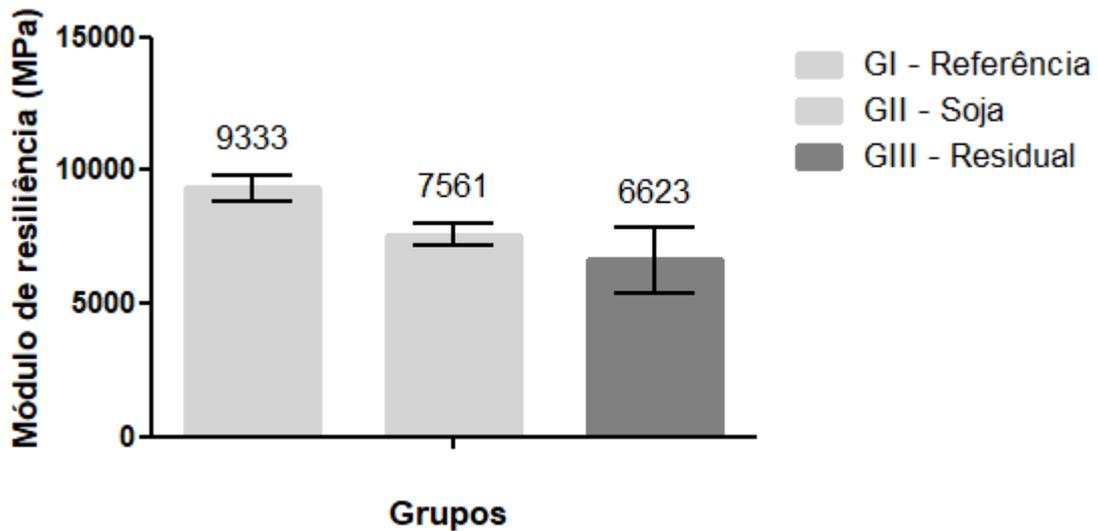
O trabalho de Paciência (2018) mostrou que há redução de RT em misturas asfálticas incorporadas com agentes rejuvenescedores. Enquanto que Al-Manssori *et al.* (2017) e Barros (2020) apresentaram o mesmo resultado encontrado na presente pesquisa, na qual não foi observada alteração na resistência à tração causada por meio da adição de cápsulas.

O fato de as misturas asfálticas não terem a RT reduzida pela adição de cápsulas, pode ser justificado, uma vez que o teor de cápsula adicionado é pequeno, da ordem de 0,6% em relação a massa total da mistura ou em torno de 12,50% da massa total de ligante asfáltico. Segundo Micaelo *et al.* (2016), as cápsulas são estruturas flexíveis que são capazes de preencher alguns dos espaços vazios presentes da mistura e dessa forma, não alteram a região de contato entre ligante e agregado. Como o resultado da RT é obtido em ensaio que leva o CP à ruptura, a presença das cápsulas não tiveram influência significativa nesse parâmetro.

4.1.2 Módulo de resiliência

O Gráfico 16 apresenta os valores médios obtidos para o ensaio de Módulo de resiliência (MR) realizado em cada um dos três grupos das misturas asfálticas estudadas, além de seus respectivos desvios-padrão.

Gráfico 16 - Resultados do ensaio de Módulo de resiliência.



Fonte: Elaborado pelo autor (2021).

Os resultados obtidos no ensaio de módulo de resiliência foram de 9333 MPa, 7561 MPa e 6623 MPa para os grupos GI – referência, GII – Soja e o GIII - Residual, respectivamente.

Comparando a variação percentual entre os grupos com adição de cápsulas e mistura de referência, observa-se uma redução de 18,98% entre o GII e o GI e de 29,04% entre o GIII e GI, que fornece indício de uma redução nesta propriedade para as misturas incorporadas com agentes encapsulados.

As reduções foram corroboradas pela análise estatística efetuada, a qual foi realizada por meio do método ANOVA de fator único com índice de confiança (n) de 5%, já que os dados foram enquadrados como paramétricos. O resultado indicou diferença estatística entre os três grupos analisados, sendo o valor de P obtido igual a 0,0001, abaixo de 0,05.

A fim de localizar as diferenças, foi executado o teste paramétrico múltiplo de Tukey, que compara todos os pares de dados. Tal procedimento mostrou diferença estatística significativa entre o GI e GII, e entre GI e GIII. A comparação entre GII e GIII não apresentou diferença estatística. Portanto, pode-se inferir que a adição de cápsulas afetou a resposta mecânica da mistura, tornando-a mais flexível, porém o fato de o óleo ser virgem ou residual não fornece indícios de diferença com relação ao comportamento mecânico do material. Sendo assim, conclui-se que a adição de cápsulas de óleo residual não altera de forma significativa o desempenho da mistura asfáltica de forma mais acentuada quando comparada à adição de cápsulas de óleo de soja.

De fato, o resultado obtido vai ao encontro do que foi observado na literatura, visto que Barros (2020) verificou uma redução semelhante para o MR em seu estudo com misturas

compostas por cápsulas de óleo de soja e óleo residual comparadas à sua mistura de controle, sendo que a espécie de óleo utilizado não interferiu de forma significativa no resultado. O autor observou reduções de 30,0% e 25,7% para a mistura com cápsulas de óleo de soja e de óleos residuais, respectivamente, em relação a sua mistura de controle, valores que têm magnitudes semelhantes aos encontrados na presente pesquisa.

Conforme García *et al.* (2016), que também observaram redução na rigidez das misturas asfálticas para misturas com cápsulas de óleo de girassol semelhantes às usadas nesta pesquisa, este comportamento pode ser explicado pela liberação parcial do óleo durante o processo de mistura e compactação, que podem ser muito agressivos para as cápsulas, causando uma redução da viscosidade ao redor das mesmas.

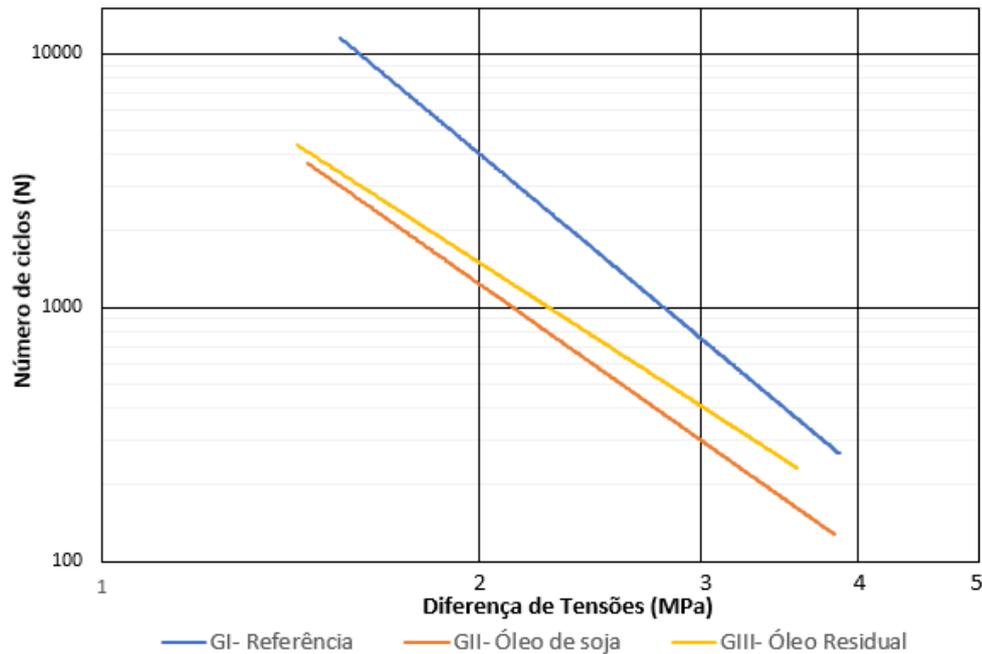
Norambuena-Contreras *et al.* (2019) estudaram misturas *Stone Matrix Asphalt* (SMA) com cápsulas de óleo de girassol e sem, foi constatado que a rigidez de tais misturas foi similar, independentemente da temperatura de ensaio.

Apesar da redução de rigidez apresentada pelas misturas com adição de cápsulas, ainda assim, de modo geral, as misturas apresentaram rigidez elevada, quando comparada à valores usuais da literatura, o que pode ser explicado pela composição da matriz pétreia utilizada. Neste contexto, não há nenhum prejuízo com relação ao desempenho mecânico das amostras que impeça a aplicação das cápsulas.

De maneira geral, é possível perceber uma relação diretamente proporcional entre a RT e o MR, uma vez que se o valor de RT for alto, provavelmente o valor de MR também será elevado, o que influencia na rigidez da mistura. Nesse sentido, com base em uma análise combinada dos dois parâmetros, pode se inferir que a adição de cápsulas tornou as misturas sensivelmente mais flexíveis, ou menos rígidas.

4.1.3 Vida de fadiga à tensão controlada

O Gráfico 17 exhibe as curvas de fadiga (curvas de *Wöhler*) obtidas por meio do ensaio de fadiga por compressão diametral à tensão controlada para as três misturas estudadas. As linhas de tendência ajustadas aos resultados foram plotadas em um diagrama log-log do número de ciclos (N) *versus* a diferença de tensões ($\Delta\sigma$).

Gráfico 17 - Número de ciclos até a ruptura *versus* diferença de tensões no centro do CP.

Fonte: Elaborado pelo autor (2021).

A Tabela 7 apresenta as equações para as curvas de fadiga das três misturas asfálticas, assim como os parâmetros experimentais k e n retirados das equações de linha de tendência de cada grupo. O R^2 mínimo especificado pelo método de ensaio ME 183 (DNIT, 2018) de 0,8 foi atendido para todos os grupos estudados.

Tabela 7 - Parâmetros encontrados no ensaio de fadiga.

	GI	GII	GIII
Equação	$N = 69788,9\Delta\sigma^{-4,1176}$	$N = 13810,9\Delta\sigma^{-3,4841}$	$N = 13699,8\Delta\sigma^{-3,1923}$
k	69788,9	13810,9	13699,8
n	4,1176	3,4841	3,1923
R^2	0,9498	0,9980	0,9034

Fonte: Elaborado pelo autor (2021).

O coeficiente n representa a inclinação das curvas no Gráfico 17. O maior n encontrado foi para o grupo GI – Referência (4,1176), seguido do GII – Soja (3,4841) e o menor do GIII – Residual (3,1923). O que indica que quanto maior o valor deste parâmetro mais sensível é a mistura a uma pequena variação na diferença de tensões, ou seja, um pequeno incremento em $\Delta\sigma$ pode causar uma redução drástica na vida de fadiga do material.

Santos (2005) afirma que as misturas asfálticas que apresentam maior rigidez possivelmente têm a capacidade de resistir a um maior nível de solicitações no ensaio de fadiga à tensão controlada, ou seja, possuem uma maior vida de fadiga.

O resultado para vida de fadiga, vai ao encontro do que foi observado no ensaio de módulo de resiliência, visto que o GI apresentou maior MR e conseqüentemente maior vida de fadiga. Enquanto que as curvas de *Wöhler* do GII e GIII apresentaram os parâmetros experimentais k e n bem próximos, além de não terem apresentado diferença estatística significativa entre os resultados no ensaio de módulo de resiliência.

Neste contexto, uma vez que a vida de fadiga do material é diretamente proporcional ao MR, é possível concluir que a vida de fadiga segue a tendência da rigidez, pois as duas misturas com adição de cápsulas apresentam comportamento mecânico mais flexível e conseqüentemente com menor vida de fadiga quando comparadas à mistura de referência. Isso pode ser justificado devido à presença de regiões ao entorno das cápsulas onde ocorreram a redução de viscosidade do ligante asfáltico, visto que o agente rejuvenescedor foi liberado após a ruptura das mesmas, somado ao fato de que as cápsulas podem gerar descontinuidades nos locais aonde estão inseridas nas misturas asfálticas.

Dito isso, é plausível levantar a hipótese de que a vida de fadiga da mistura está intrinsecamente relacionada com as propriedades mecânicas da mistura (MR e RT), neste sentido a adição de cápsulas desfavoreceu as misturas GII e GIII com relação à capacidade de absorver maiores níveis de tensões em sua estrutura, visto o parâmetro k para a mistura GI é em torno de 5 vezes maior quando comparado com o das misturas incorporadas com cápsulas.

Sendo assim, a mistura GI é a que provavelmente suporta um maior número de ciclos, seguida de GIII e de GII, que por sua vez, tem a menor capacidade.

Norambuena-Contreras *et al.* (2019) observaram aumento na vida de fadiga em relação à mistura de referência para misturas SMA com adição de cápsulas de 0,5%, enquanto que adições de 0,75% e 1,00% reduziram a vida de fadiga em relação à mistura sem cápsulas.

Barros (2020) observou em seu estudo que a mistura com cápsulas de óleo residual se sobressai em relação à mistura de referência no que considerou nível baixo de diferença de tensões, ou seja, uma diferença menor que 1 MPa. Contudo, no nível de diferença de tensões que considerou elevado, a partir de 2 MPa, sua mistura sem cápsulas se sobressai, seguida da mistura de cápsulas de óleo de soja. No presente trabalho, não foi possível notar este comportamento de um desempenho melhor especificamente em algum nível de $\Delta\sigma$, visto que de modo geral as misturas com cápsulas apresentaram menor vida de fadiga.

4.1.4 Deformação permanente no *Creep* estático

A Tabela 8 apresenta os resultados dos parâmetros, que indicam a sensibilidade das misturas asfálticas à deformação permanente, obtidos por meio das Equações 4, 5 e 6, calculados a partir da curva de deformação axial *versus* tempo de ensaio, observada no ensaio de *Creep* estático.

Tabela 8 - Resultado médio dos parâmetros de sensibilidade à deformação permanente.

Grupo	Dt (mm/mm)	Mf (MPa)	Icurva
GI	0,000963	101,73	0,035
GII	0,001236	79,34	0,015
GIII	0,001125	87,17	0,055

Fonte: Elaborado pelo autor (2021).

Neste ensaio somente foram ensaiadas duas amostras por grupo, sendo assim, os resultados apresentados para os parâmetros descritos são os valores médios. Após análise estatística dos parâmetros retirados das curvas de deformação axial *versus* tempo de ensaio, devido ao baixo número de amostras ensaiados e valores de desvio-padrão relativamente altos, não foi possível obter diferenças estatísticas entre os grupos estudados.

A mistura GI - Referência apresentou a menor deformação (Dt) total específica média (0,000963 mm/mm), seguidas pela mistura GIII - Residual (0,001125 mm/mm) e a GII – Soja (0,001236 mm/mm). Entretanto, apesar de existirem tais diferenças, no período de ensaio elas foram insignificantes, visto que as diferenças observadas não são representativas.

O módulo de fluência (M_f) indica a capacidade da mistura a resistir a deformações permanentes, sendo assim quanto mais alto for o seu valor maior é esta resistência. A mistura GI apresentou o valor de 101,73 MPa, seguida de GIII, 87,17 MPa e GII, com valor de 79,34 MPa. Tais resultados podem indicar que a adição de cápsulas reduz a capacidade da mistura asfáltica quanto ao comportamento de resistência à deformação permanente, sendo que dentre as misturas com a adição de cápsulas, a GII, que continha cápsulas de óleo de soja, apresentou a menor resistência quando comparada a GI, mistura de referência. Nesse contexto, pode se inferir que a mistura de referência absorve uma quantidade maior de tensões durante o processo de deformação, seguida de GIII e GII.

O parâmetro responsável por mostrar a velocidade com que a fluência ocorre é a inclinação da curva (Icurva). Conforme Carmo (2019), o comportamento mecânico da mistura

é melhor quanto menor o valor deste parâmetro, deste modo, quanto mais elevada a inclinação da curva maior é a velocidade de deformação da mistura. O resultado deste parâmetro pode evidenciar que apesar de GI ser a mistura mais resistente à deformação permanente, depois do início do processo, ela se desenvolve com maior rapidez, quando comparado a GII. Nas misturas com cápsulas, a que apresentou maior resistência à deformação permanente foi a mistura GIII, entretanto, a partir do momento que as deformações se iniciam, pôde-se notar também que é nesta mistura que as deformações se desenvolvem de forma mais acentuada. Sendo que dentre as três misturas, a GII é a que apresenta este comportamento de forma mais lenta.

Barros (2020) observou redução na resistência à deformação permanente em suas misturas com cápsulas, entretanto o ensaio utilizado para mensurar o fato foi por meio do *Flow Number* (FN), que difere do método utilizado neste estudo.

O resultado obtido por Al-Mansoori *et al.* (2017) corrobora o que foi observado nesta pesquisa, visto que os autores realizaram ensaio de *creep* dinâmico em misturas asfálticas aditivadas com 0,5% de cápsulas semelhantes a esta pesquisa e não observaram diferença significativa entre os resultados para misturas com e sem cápsulas.

Em linhas gerais, conclui-se que para aprimorar os resultados encontrados pode ser necessário utilizar um número de amostras maior, uma vez que somente foram ensaiados 2 corpos de prova por grupo e os valores de desvio-padrão foram altos. Uma outra alternativa seria o uso de um período de carregamento maior como forma de analisar o real efeito da adição de cápsulas nas misturas, visto que a deformação total específica média foi muito baixa durante o período adotado. Neste contexto, pode-se fazer uma adaptação do ensaio utilizado ou utilizar o ensaio de *Flow Number*, caso a mistura seja dosada pela metodologia SUPERPAVE.

4.2 AVALIAÇÃO DA AUTORREGENERAÇÃO

A autorregeneração foi avaliada por meio de três metodologias: a de carregamento estático, a de carregamento dinâmico e a de carregamento estático via dois ciclos de carregamento/autorregeneração.

4.2.1 Autorregeneração com carregamento estático

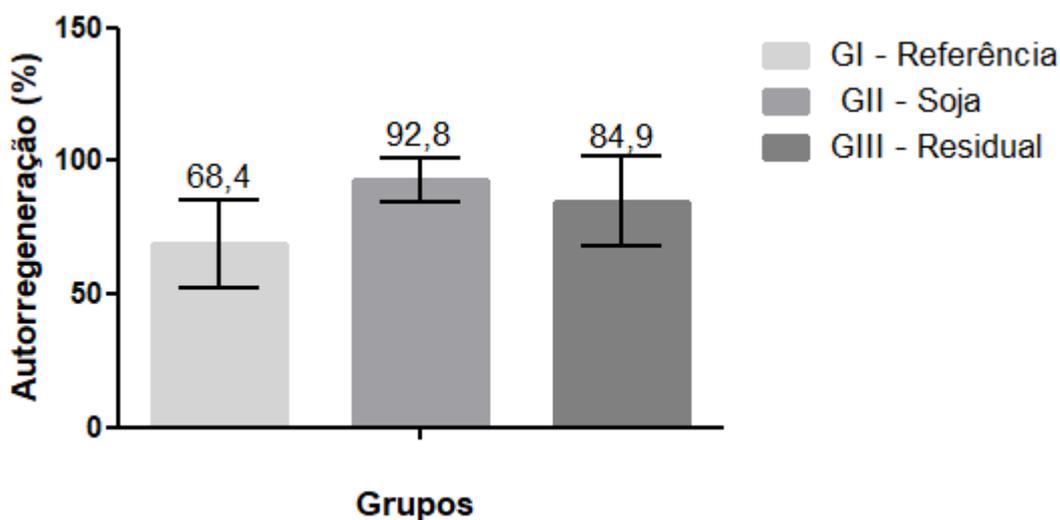
Na metodologia de avaliação da autorregeneração com carregamento estático foram aplicados dois níveis de fissuração, sendo o maior definido como 80% e o menor como 50% da resistência à tração por compressão diametral.

4.2.1.1 Nível de fissuração de 80%

O Gráfico 18 apresenta as médias dos valores de autorregeneração por meio de ensaio realizado com carregamento estático, assim como os seus respectivos valores de desvios-padrão. O nível de fissuração inicial foi de 80% de RT, sendo a tensão aplicada inicialmente de 1,55 MPa para GI, 1,54 MPa para o GII e 1,43 MPa para o GIII.

A taxa de autorregeneração é calculada por meio da relação entre a resistência à tração após o *self-healing* e a resistência à tração (RT) máxima medida para a mistura, conforme foi mostrado anteriormente pela Equação 7.

Gráfico 18 - Taxa de autorregeneração para 80% de RT.



Fonte: Elaborado pelo autor (2021).

Os resultados para a taxa de autorregeneração encontrados foram de 68,4% para o GI – Referência, de 92,8% para o GII – Soja e de 84,9% para o GIII – Residual.

Por meio de análise estatística, foi feito o teste de análise de variância não paramétrico (Kruskal-Wallis) com índice de confiança (n) de 5%, que mostrou haver diferença estatística entre os grupos, visto que o valor de P encontrado foi de 0,0464, menor que 0,05.

Afim de localizar as diferenças observadas, foi executado o teste não paramétrico múltiplo de Dunns, o qual compara todos os pares de dados, um a um. O teste mostrou haver diferença estatística apenas entre GI e GII, nas comparações entre GI e GIII, e entre GII e GIII não foram encontradas diferenças.

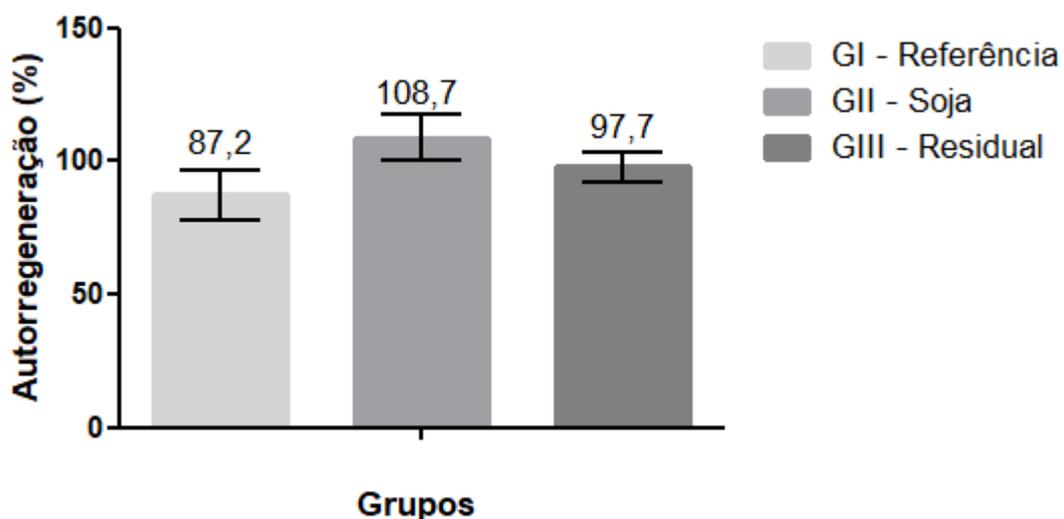
Em termos de variação percentual entre os grupos, verificou-se um aumento na taxa de autorregeneração de 35,7 % para o GII em relação ao GI e de 24,1 % para o GIII em relação ao GI. Neste contexto, é possível inferir que apesar do teste estatístico não mostrar diferença entre GI e GIII, a adição de cápsulas indica uma possível melhora na capacidade das amostras recuperarem sua resistência mecânica através do processo de autorregeneração, independentemente do tipo de cápsula adicionado.

4.2.1.2 Nível de fissuração de 50%

O Gráfico 19 apresenta as médias dos valores de autorregeneração por meio de ensaio realizado com carregamento estático, assim como os seus respectivos valores de desvios-padrão. Desta vez, o nível de fissuração inicial foi de 50% de RT, sendo as tensões aplicadas de 0,97 MPa para GI, 0,96 MPa para o GII e 0,90 MPa para o GIII.

A taxa de autorregeneração é calculada por meio da relação entre a resistência à tração após o *self-healing* e a resistência à tração (RT) máxima medida para a mistura, conforme foi mostrado anteriormente pela Equação 7.

Gráfico 19 - Taxa de autorregeneração para 50% de RT.



Fonte: Elaborado pelo autor (2021).

Os resultados para a taxa de autorregeneração encontrados foram de 87,2% para o GI – Referência, de 108,7% para o GII – Soja e de 97,7% para o GIII – Residual.

Por meio de análise estatística, foi feito um teste de análise de variância não paramétrico (Kruskal-Wallis) com índice de confiança (n) de 5%, que mostrou haver diferença estatística entre os grupos, visto que o P encontrado foi de 0,0120, menor que 0,05.

Afim de localizar as diferenças observadas, foi executado o teste não paramétrico múltiplo de Dunns, o qual compara todos os pares de dados, um a um. O teste mostrou haver diferença estatística apenas entre GI e GII, nas comparações entre GI e GIII, e entre GII e GIII não foram encontradas diferenças estatísticas. Tal fato também foi observado para o teste realizado com as misturas com nível de fissuração inicial de 80%, entretanto neste nível as taxas de autorregeneração foram substancialmente menores quando comparadas ao de 50% de carga.

4.2.1.3 Discussões

A Tabela 9 apresenta as taxas de autorregeneração para as três misturas nos dois níveis de fissuração em comparação com a resistência à tração máxima medida para as misturas (RT). Nela é possível observar que as misturas com cápsulas de óleo de soja e residual apresentaram uma redução percentual menor quando comparadas a mistura de referência no nível de fissuração de 80%. Já para o nível de fissuração de 50%, foi possível observar um aumento de 8,68% para a mistura de óleo de soja e uma redução de 2,79% para a mistura de óleo residual. A análise entre os dois níveis de fissuração permite levantar a hipótese de que quanto menor é a fissuração, maior é a probabilidade de o fenômeno da autorregeneração interferir de forma positiva na resistência à tração.

Tabela 9 - Comparação das resistências à tração médias obtidas após a autorregeneração com a RT máxima medida.

Mistura	RT (MPa)	RT médio 80% (MPa)	Variação percentual (%)	RT médio 50% (MPa)	Variação percentual (%)
GI - Referência	1,94	1,33	-31,44%	1,69	-12,89%
GII - Soja	1,92	1,78	-7,29%	2,09	8,68%
GIII - Residual	1,79	1,52	-15,08%	1,74	-2,79%

Fonte: Elaborado pelo autor (2021).

As taxas de autorregeneração serem consideravelmente maiores para os níveis de fissuração de 50% em relação as do nível de 80% podem ser justificadas, visto que a probabilidade de as trincas originadas já estarem no estágio de microfissuração (zona de danos irreversíveis) para o nível mais crítico é maior. Além do fato de que o fenômeno de *self-healing* é mais eficiente para recuperação das microfissuras, aquelas no estágio inicial de formação (MENOZZI *et al.*, 2015).

Quando comparadas as taxas de autorregeneração obtidas para os dois níveis de fissuração aplicados, observou-se que quanto maior a carga inicial aplicada, menor é a taxa de autorregeneração. Este resultado vai ao encontro do que foi constatado por Paciência (2018), o qual também observou uma relação inversamente proporcional entre os dois parâmetros.

Barros (2020), em ensaio semelhante ao realizado nesta pesquisa, conduziu as amostras à ruptura total antes do período de descanso, sendo assim, encontrou taxas de autorregeneração de aproximadamente 45% para a mistura sem cápsulas estudada. Já nas misturas com agentes encapsulados, o melhor resultado de autorregeneração encontrado foi uma taxa de aproximadamente 38% para uma mistura que continha 0,6% de cápsulas de óleo de soja, similar ao grupo GII utilizado nesta pesquisa.

As taxas de autorregeneração obtidas nesta pesquisa são substancialmente maiores que as obtidas por Barros (2020), de 68,4% a 84,6% para o nível de fissuração de 80% e de 87,2% a 108,7% para o nível de fissuração de 50%. Os resultados maiores encontrados são justificados pelo fato de o nível de tensão aplicado ser menor, o que evidencia a capacidade das cápsulas de autorregenerar misturas com estágios iniciais de fissuração.

O fenômeno descrito anteriormente, também pode ser explicado, uma vez que para níveis de tensões maiores aplicados, as deformações obtidas são maiores, sendo assim, as faces fraturadas ficam mais distantes umas das outras, o que causa uma dificuldade mais acentuada na aproximação das interfaces da estrutura trincada e no fluxo de ligante asfáltico pelas falhas, além de afetar negativamente o processo de molhamento, aquele responsável pela adesão das superfícies e pelo fechamento da trinca.

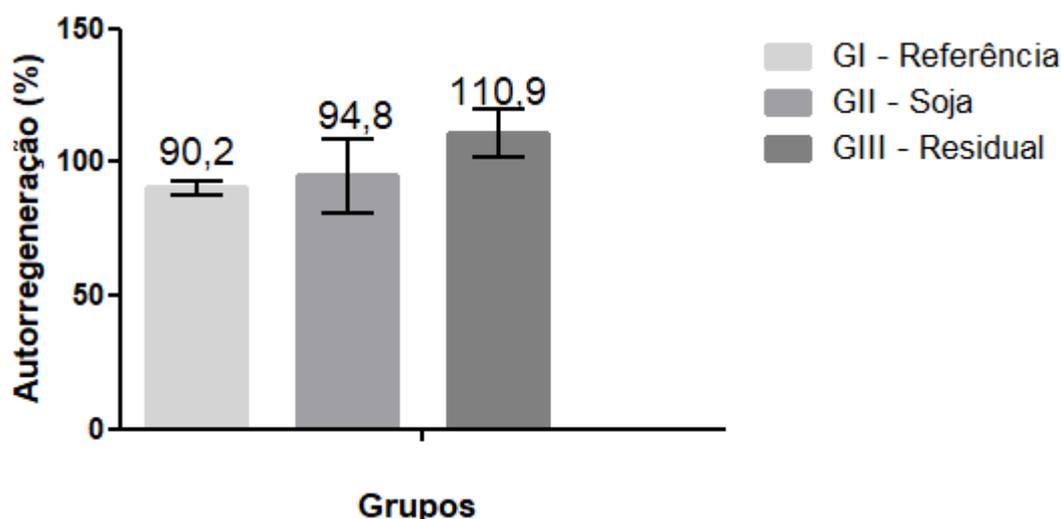
Conclui-se que as taxas de autorregeneração encontradas foram satisfatórias para as misturas com adição de cápsulas, já que atingiram percentuais de pelo menos 84,6% de RT. A utilização deste método com a finalidade de avaliar a autorregeneração é válida, desde que os níveis de fissuração aplicados sejam baixos, a fim de causar fissuras em estágio inicial de formação na mistura asfáltica.

4.2.2 Autorregeneração com carregamento estático via dois ciclos de carregamento/autorregeneração

Os resultados para a taxa de autorregeneração após dois ciclos de fissuração e descanso encontrados foram de 90,2% para o GI – Referência, de 94,8% para o GII – Soja e de 110,9% para o GIII – Residual, como pode ser observado no Gráfico 20.

A taxa de autorregeneração é calculada por meio da relação entre a resistência à tração após os dois ciclos de *self-healing* e a resistência à tração (RT) máxima medida para a mistura, conforme foi mostrado anteriormente pela Equação 7.

Gráfico 20 - Taxa de autorregeneração para dois ciclos de 50% de RT.



Fonte: Elaborado pelo autor (2021).

Por meio de análise estatística, foi feito um teste de análise de variância não paramétrico (Kruskal-Wallis) com índice de confiança (n) de 5%, que mostrou não haver diferença estatística entre os grupos, visto que o P encontrado foi de 0,1479, maior do que 0,05. Isso pode ser explicado visto que o número amostral para este experimento foi pequeno e o desvio padrão apresentou um valor relativamente alto.

De maneira geral, é possível observar uma tendência de aumento na taxa de autorregeneração para as misturas com cápsulas, visto que houve um incremento de 5,1% quando comparada a mistura GII com a GI e de 22,9 % quando comparada a GIII com a GI. Tais incrementos podem indicar a capacidade das cápsulas de liberar o óleo ao seu entorno de forma gradual ao longo do processo de fissuração do pavimento.

A Tabela 10 compara as taxas de autorregeneração obtidas para o nível de fissuração de 50% após 2 ciclos com as de 1 ciclo. Para o GI e GIII observou-se um aumento de 3,44% e de 13,51%, respectivamente, e para o GII houve um decréscimo de 12,79%.

Tabela 10 - Comparação do ensaio de 2 ciclos com o de 1 ciclo.

Mistura	Autorregeneração 1 Ciclo (%)	Autorregeneração 2 Ciclos (%)	Varição percentual (%)
GI - Referência	87,2	90,2	3,44
GII - Soja	108,7	94,8	-12,79
GIII - Residual	97,7	110,9	13,51

Fonte: Elaborado pelo autor (2021).

Analisando os dois resultados conjuntamente não foi possível estabelecer nenhuma correlação entre os dois métodos, visto que houve certa discrepância entre os valores obtidos. Contudo, os resultados observados na metodologia de avaliação via dois ciclos sugerem fortemente que a autorregeneração continua ocorrendo de forma gradual. Portanto, devido ao número de amostras ser pequeno neste último ensaio, faz-se necessário um estudo com espaço amostral mais amplo de forma que seja possível verificar se as taxas de *self-healing* tendem a se manter estáveis, crescer ou decrescer conforme o número de ciclos de carregamento/autorregeneração aplicados.

4.2.3 Autorregeneração com carregamento dinâmico

Na metodologia de avaliação da autorregeneração com carregamento dinâmico foram aplicados dois níveis de fissuração, sendo o maior definido como 80% e o menor como 50% do número de ciclos que conduz a amostra à ruptura em uma hora (N).

4.2.3.1 Níveis de tensões aplicados

A Tabela 11 apresenta os valores obtidos de todos os parâmetros necessários para a definição do mesmo nível de fissuração para cada um dos grupos de amostras estudados, independentemente da curva de fadiga de cada.

Tabela 11 - Parâmetros utilizados no ensaio de autorregeneração com carregamento dinâmico.

Parâmetros	GI	GII	GIII
RT (MPa)	1,94	1,92	1,79
$\Delta\sigma$ (MPa)	2,05	1,47	1,52
σ_t (MPa)	0,51	0,37	0,38
%RT	26%	19%	21%

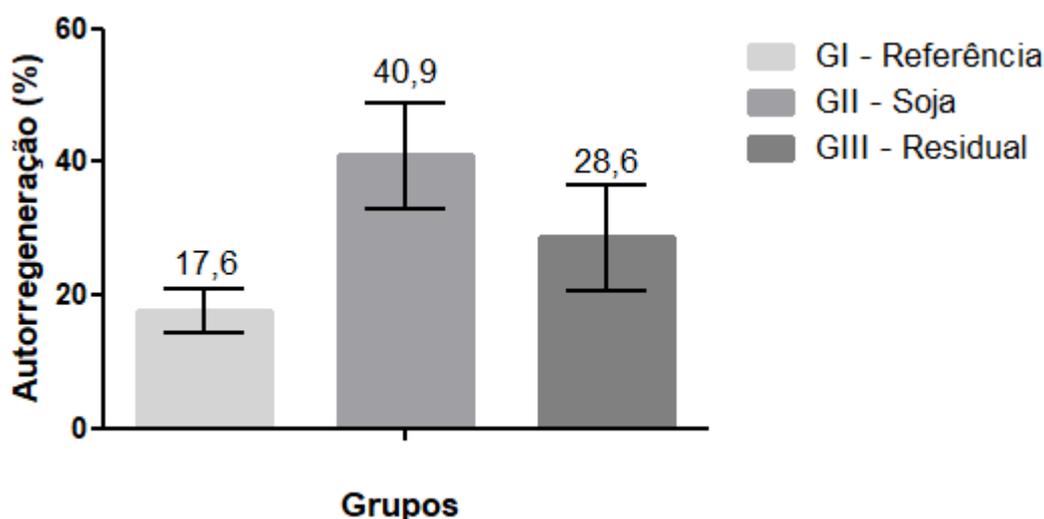
Fonte: Elaborado pelo autor (2021).

4.2.3.2 Nível de fissuração de 80%

O Gráfico 21 apresenta as médias dos valores de autorregeneração através de ensaio realizado com carregamento dinâmico com nível de fissuração de 80% de N, o qual corresponde a 2880 ciclos, assim como os seus respectivos desvios-padrão.

A taxa de autorregeneração é calculada por meio da relação percentual entre o número de ciclos após a regeneração (N_{total}) e o número de ciclos previstos para a ruptura da mistura em 1 hora, conforme foi mostrado pela Equação 8.

Gráfico 21 - Taxa de autorregeneração para 2880 ciclos.



Fonte: Elaborado pelo autor (2021).

Os resultados para a taxa de autorregeneração encontrados foram de 17,6% para o GI – Referência, de 40,9% para o GII – Soja e de 28,6% para o GIII – Residual.

Por meio de análise estatística, foi feito o teste de análise de variância não paramétrico (Kruskal-Wallis) com índice de confiança (n) de 5%, que mostrou haver diferença estatística entre os grupos, visto que o P encontrado foi de 0,0390, menor do que 0,05.

Afim de localizar as diferenças observadas, foi executado o teste não paramétrico múltiplo de Dunns, o qual compara todos os pares de dados, um a um. O teste mostrou haver diferença estatística apenas entre GI e GII, nas comparações entre GI e GIII, e entre GII e GIII não foram encontradas diferenças estatísticas. Tal fato pode ser explicado visto que os desvios-padrão encontrados para o GII e o GIII foram altos.

De forma geral, avaliando as diferenças percentuais entre GI e GII e entre GI e GIII, foi possível constatar que a adição de cápsulas aumentou a taxa de autorregeneração em 132,4% e 62,5%, respectivamente. As altas taxas de autorregeneração observadas corroboram a análise estatística, no sentido de que principalmente a adição de cápsulas de óleo de soja melhora a propriedade de autorregeneração do material de forma mais acentuada.

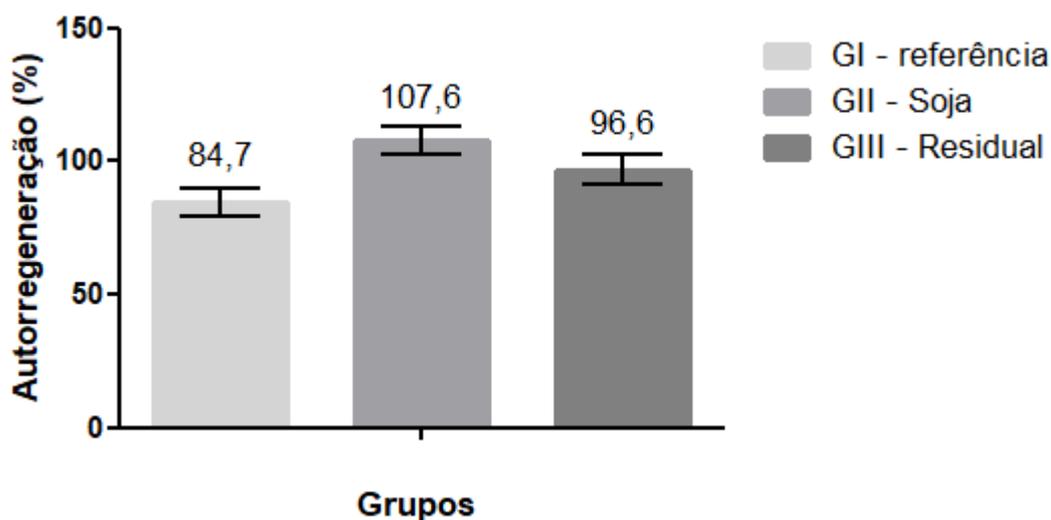
O fato de a taxa de autorregeneração ser maior para a mistura GII pode ser justificado pela dificuldade maior da cápsula com óleo residual reter o óleo dentro da sua estrutura durante o período de armazenamento, visto que foi observado uma oleosidade maior em sua membrana externa, quando comparadas as cápsulas de óleo de soja. Este comportamento para cápsulas de óleo residual também foi observado no trabalho de Barros (2020), com cápsulas com relação óleo/água de 0,5.

4.2.3.3 Nível de fissuração de 50%

O Gráfico 22 apresenta as médias dos valores de autorregeneração através de ensaio realizado com carregamento dinâmico com nível de fissuração de 50% de N, que corresponde a 1800 ciclos, assim como os seus respectivos desvios-padrão.

A taxa de autorregeneração é calculada por meio da relação percentual entre o número de ciclos após a regeneração (N_{total}) e o número de ciclos previstos para a ruptura da mistura em 1 hora, conforme foi mostrado pela Equação 8.

Gráfico 22 - Taxa de autorregeneração para 1800 ciclos.



Fonte: Elaborado pelo autor (2021).

Os resultados para a taxa de autorregeneração encontrados foram de 84,7% para o GI – Referência, de 107,6% para o GII – Soja e de 96,6% para o GIII – Residual.

Por meio de análise estatística, foi feito um teste de análise de variância não paramétrico (Kruskal-Wallis) com índice de confiança (n) de 5%, que mostrou haver diferença estatística entre os grupos, visto que o valor de P encontrado foi de 0,0273, menor do que 0,05.

Afim de localizar as diferenças observadas, foi executado o teste não paramétrico múltiplo de Dunns, o qual compara todos os pares de dados, um a um. O teste mostrou haver diferença estatística apenas entre GI e GII, nas comparações entre GI e GIII, e entre GII e GIII não foram encontradas diferenças.

De forma geral, avaliando as diferenças percentuais entre GI e GII e entre GI e GIII, foi possível constatar que a adição de cápsulas aumentou a taxa de autorregeneração em 27,0 % e 14,0%, respectivamente. Novamente apresentando um resultado mais significativo para a mistura com cápsulas de óleo de soja em relação a de óleo residual, apesar de uma diferença percentual menor observada.

4.2.3.4 Discussões

A Tabela 12 apresenta o número de solicitações que as amostras resistiram (N médio) para cada tipo de mistura após a autorregeneração em relação ao número de solicitações de referência, ou seja, aquele ao qual as misturas foram projetadas para resistir. Observa-se que as misturas submetidas ao nível de 50% de fissuração apresentaram decréscimos percentuais

menores quando comparados as que foram levadas a 80% de fissuração, sendo que somente uma mistura (GII – Soja) apresentou a variação percentual positiva quando submetida ao nível de fissuração de 50%.

Tabela 12 - Comparação do número N médio obtido após a autorregeneração com o N de referência.

Mistura	N previsto (ciclos)	N médio 80% (ciclos)	Variação percentual (%)	N médio 50% (ciclos)	Variação percentual (%)
GI - Referência	3600	632	-82,44%	3050	-15,28%
GII - Soja	3600	1472	-59,11%	3873	7,58%
GIII - Residual	3600	1031	-71,36%	3478	-3,39%

Fonte: Elaborado pelo autor (2021).

Neste sentido, observou-se que a taxa de autorregeneração foi substancialmente maior para as misturas menos solicitadas, sendo que naquelas as quais foram aplicados apenas 1800 ciclos (50% de N), o resultado foi similar ao observado no ensaio realizado com carregamento estático.

Novamente pode-se correlacionar este resultado ao estágio de propagação das trincas, que provavelmente no nível de 50% estava mais próximo do nível de microtrincas, tipo de falhas no qual a autorregeneração consegue recuperar de modo mais eficiente. No nível de fissuração maior (80% de N), a sensibilidade da autorregeneração da mistura também foi incrementada, uma vez que as variações percentuais foram mais elevadas quando comparadas as variações percentuais das misturas que tiveram nível de fissuração de 50%, quando os confrontados os dois níveis de fissuração grupo a grupo, apesar de que os valores absolutos foram menores para o nível de 80%.

Outra hipótese levantada, que justifica a grande diferença de autorregeneração entre os dois níveis de fissuração (de 17,6% a 40,9% para o nível de fissuração de 80% e de 84,7 a 107,6% para o nível de fissuração de 50%), é que as diferenças de tensões aplicadas para causar a ruptura das amostras em 3600 ciclos podem ter sido altas. Nesse sentido, as misturas que foram submetidas a 2880 ciclos apresentaram elevados níveis de deformação durante o carregamento, fato que dificultou o processo de autorregeneração durante o período de descanso, visto que as fissuras criadas foram excessivamente largas, distancia esta que dificulta a aproximação das interfaces da falha e o processo de molhamento.

Uma forma de obter valores de autorregeneração maiores para misturas ensaiadas com um número de ciclos mais próximos da ruptura por fadiga do material, é utilizar um tempo maior previsto para a ruptura da amostra, a fim de que a diferença de tensões seja menor e conseqüentemente a deformação sofrida pelo material durante o procedimento seja menor. Neste sentido, é possível aplicar um carregamento cíclico mais próximo da condição real de tráfego e avaliar a resposta da mistura asfáltica de forma mais condizente com tal carregamento.

Não foi possível estabelecer relações diretas com os resultados da literatura, visto que nesta pesquisa a autorregeneração foi avaliada por meio de carregamento dinâmico em corpos de prova cilíndricos de aproximadamente 10 centímetros de diâmetro por 6 centímetros de altura, enquanto que nas pesquisas realizadas por Al-Mansoori *et al.* (2017), Norambuena-Contreras *et al.* (2019a) e Norambuena-Contreras *et al.* (2019b) e Barros (2020) as amostras foram prismáticas, além do carregamento dinâmico aplicado nesta estrutura ser por meio do ensaio de flexão de três pontos. Mesmo assim, de modo generalizado, pôde-se perceber o efeito positivo da adição de cápsulas nas misturas asfálticas, assim como no trabalho dos autores supracitados.

Com base no que foi discutido anteriormente, conclui-se que a metodologia desenvolvida é eficiente para analisar o fenômeno de autorregeneração das misturas asfálticas, desde que seja controlado o número de solicitações de acordo com as características mecânicas das mesmas. Neste contexto, faz sentido a repetição dos ensaios em outros níveis de tensões e número de solicitações a fim de verificar os resultados encontrados. A aplicação desta metodologia é interessante, uma vez que ela simplifica o processo de ensaio, visto que não é necessário o corte das amostras com a finalidade de transformá-las em vigas prismáticas para a realização do experimento.

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Neste capítulo são apresentadas as principais conclusões obtidas por meio do desenvolvimento deste trabalho, assim como as sugestões para pesquisas futuras acerca deste ou de assuntos correlacionados.

5.1 CONCLUSÕES

A presente pesquisa teve como objetivo analisar a influência da adição de cápsulas nas propriedades mecânicas da mistura asfáltica, como também analisar a taxa de autorregeneração destas misturas por meio de métodos macroescalares. Neste sentido, foram feitos quatro ensaios mecânicos, sendo eles, Resistência à tração por compressão diametral, Módulo de resiliência, Vida de fadiga à tensão controlada e Deformação permanente no *Creep* estático. Quanto a análise da autorregeneração, foram executados três ensaios, o primeiro foi de Autorregeneração com carregamento estático, o segundo de Autorregeneração com carregamento estático via dois ciclos de carregamento/autorregeneração e o terceiro de Autorregeneração com carregamento dinâmico.

De acordo com a análise dos resultados obtidos e as discussões realizadas nesta pesquisa foi possível obter as seguintes conclusões.

O processo de produção das cápsulas por meio da gelificação ionotrópica de alginato na presença de cálcio funcionou bem tanto para as cápsulas de óleo de soja quanto para as residuais, sendo que não foram observadas diferenças visuais significativas entre a estrutura das cápsulas. De maneira geral, o procedimento é bastante simples e uma pequena quantidade de óleo, em torno de 140 ml é capaz de produzir aproximadamente 130 gramas de cápsulas secas, o que pode conferir viabilidade de produção do material em larga escala.

A adição de cápsulas não reduziu de forma significativa a resistência à tração por compressão diametral das misturas, sendo o valor máximo de redução para o grupo GIII. Ademais, todas as misturas atenderam à tensão mínima especificada de 0,65 MPa pela especificação de serviço ES 031 (DNIT, 2006b).

O módulo de resiliência das misturas aditivadas com cápsulas (GII e GIII) se mostrou estatisticamente menor quando comparado ao da mistura GI. A vida de fadiga seguiu a mesma tendência do MR, visto que as misturas GII e GIII apresentaram ruptura com um menor número de solicitações em relação a mistura GI. Neste sentido, é possível inferir que a adição de

cápsulas tende a produzir misturas mais flexíveis, isto pode ser explicado por meio da redução da viscosidade do ligante ao em torno das cápsulas.

Em tese, a deformação permanente avaliada por meio dos parâmetros calculados através das curvas obtidas no ensaio de *Creep* estático não apresentou diferenças significativas. A deformação permanente total média (D_t) foi praticamente a mesma em todas as misturas. O módulo de fluência (M_f) indica uma sensível redução de resistência para as misturas aditivadas e a partir da análise da inclinação da curva (I_{curva}) não foi possível estabelecer nenhuma conclusão precisa, visto que as misturas aditivadas se comportaram de maneira oposta em relação a mistura de referência. Faz-se necessário um estudo com mais amostras para verificar tais resultados.

Quanto à avaliação da autorregeneração, em geral, todas as misturas incorporadas com cápsulas (GII e GIII) apresentaram taxas de autorregeneração maiores que a da mistura de referência (GI). Contudo, por meio da análise estatística, em todas as metodologias utilizadas, com exceção da avaliação da autorregeneração com carregamento estático via dois ciclos de carregamento/autorregeneração, somente a mistura GII apresentou diferenças estatísticas quando comparada a mistura GI, o que indica uma sensível vantagem para as misturas com cápsulas de óleo de soja em relação as de óleo residual.

A avaliação da autorregeneração por meio das metodologias propostas de carregamento estático e dinâmico foram eficientes e se mostraram bastante simples, entretanto, cabe ressaltar, que os métodos têm limitações quanto ao nível de fissuração aplicado, sendo que provavelmente, para a mistura (composição da matriz pétreo e ligante) estudada, o nível de 80% seja o nível de fissuração máximo que ainda apresente resultados satisfatórios na taxa de autorregeneração.

Foi possível estabelecer uma relação inversamente proporcional entre os níveis de fissuração empregados (50% e 80%) e a taxa de autorregeneração, uma vez que quanto maior o nível de fissuração aplicado menor é a taxa de autorregeneração observada, tanto para o ensaio realizado com carregamento estático quanto para o ensaio realizado com carregamento dinâmico. Este fenômeno está diretamente ligado com o processo de rearranjo das moléculas necessários para o *self-healing* do material.

Na avaliação da autorregeneração com carregamento estático via dois ciclos de carregamento/autorregeneração, as misturas com cápsulas (GII e GIII) apresentaram aumento na taxa de autorregeneração em comparação com a GI, porém não houve diferenças estatísticas entre os grupos estudados. Sendo assim, torna-se necessário um estudo mais aprofundado com um maior número de amostras como forma de aprimorar os resultados.

Em síntese, com base no estudo feito, foi constatado que a adição de cápsulas de alginato com agentes rejuvenescedores pode ser uma alternativa viável e interessante com o intuito de promover o aumento da vida útil e a recuperação de algumas propriedades mecânicas das misturas asfálticas estudadas. A partir do aperfeiçoamento dos estudos nesta área e a obtenção de resultados promissores sólidos, cabe salientar que o emprego de tais materiais possivelmente tem potencial para reduzir os custos de manutenção do pavimento, assim como conferir maior sustentabilidade nas obras de pavimentação, principalmente no que concerne ao emprego de cápsulas de materiais de reúso, como foi o caso da mistura incorporada com cápsulas de óleos vegetais residuais.

5.2 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Após a presente pesquisa, entende-se que é necessário estudar mais sobre o fenômeno de autorregeneração das misturas asfálticas, como finalidade de aprimorar os resultados deste trabalho. Dito isso, sugere-se o estudo dos seguintes assuntos:

Avaliar a resistência das cápsulas ao processo de produção da mistura asfáltica, relativo à mistura e compactação das amostras.

Avaliar a incorporação de cápsulas inertes na mistura de referência e o real efeito do condicionamento na recuperação da rigidez das misturas, com a finalidade de obter taxas de autorregeneração mais precisas.

Avaliar o efeito de autorregeneração e da influência no comportamento mecânico em diferentes tipos de misturas asfálticas, com variadas composições granulométricas e teores de ligante asfáltico.

Aplicar diferentes tempos de descanso entre os ensaios, à fim de observar taxas de autorregeneração maiores, de forma que seja possível definir uma correlação entre o período de descanso e o incremento na regeneração da mistura asfáltica.

Estudar de forma mais aprofundada a metodologia de autorregeneração com carregamento estático via dois ciclos de carregamento/autorregeneração, com a finalidade de avaliar a durabilidade e a liberação contínua do agente rejuvenescedor das cápsulas às solicitações existentes no tráfego.

Verificar os resultados obtidos para a taxa de autorregeneração das misturas asfálticas na metodologia de avaliação por meio do carregamento dinâmico, executar o ensaio sob outros níveis de tensões, além de aplicar outros níveis de dano de acordo com as características mecânicas das misturas.

Utilizar outros tipos de óleos vegetais como agentes rejuvenescedores, exemplos seriam, o óleo de girassol, de canola, entre outros, além de também aplicar óleos minerais.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AL MANSOORI, T.; NORAMBUENA-CONTRERAS, J.; MICAELo, R.; GARCÍA, A. Self-healing of asphalt mastic by the action of polymeric capsules containing rejuvenators. **Construction and Building Materials**, v. 161, p. 330-339, 2018a.
- AL-MANSOORI, T.; MICAELo, R.; ARTAMENDI, I.; NORAMBUENA-CONTRERAS, J.; GARCÍA, Á. Microcapsules for self-healing of asphalt mixture without compromising mechanical performance. **Construction and Building Materials**, v. 155, p. 1091–1100, 2017.
- AL-MANSOORI, T.; NORAMBUENA-CONTRERAS, J.; GARCÍA, Á. Effect of capsule addition and healing temperature on the self-healing potential of asphalt mixtures. **Materials and Structures**, v. 51-53, n.2, 2018b.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D4124-09**: Standard Test Method for Separation of Asphalt into Four Fractions. 2018.
- ARAGÃO, L. C. **Avaliação de *induction healing* através de aquecimento induzido em misturas asfálticas com adição de fibras metálicas**. Trabalho de conclusão de curso (Graduação em Engenharia Civil), Universidade Federal do Rio Grande do sul, Porto Alegre, 2019. 94 p.
- ASLI, H.; AHMADINIA, E.; ZARGAR, M.; KARIM, M.R. Investigation on physical properties of waste cooking oil – Rejuvenated bitumen binder. **Construction and Building Materials**, v. 37, p. 398-405, 2012.
- AYAR, P.; MORENO-NAVARRO, F.; GÁMEZ, M. The healing capability of asphalt pavements: A state of the art review. **Journal of Cleaner Production**, v. 113, p. 28-40, 2016.
- AZAHAR, W.; JAYA, R.; HAININ, M.; BUJANG, M.; NGADI, N. Chemical modification of waste cooking oil to improve the physical and rheological properties of asphalt binder. **Construction and Building Materials**, v. 126, p. 218–226, 2016.
- BARROS, A. G. D. **O efeito do uso de agentes rejuvenescedores encapsulados sobre a autorregeneração de misturas asfálticas**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil e Ambiental) – Centro de Tecnologia e Recursos Naturais, Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2020.
- BASTOS, G. A. **Comportamento mecânico de misturas asfálticas reforçadas com geogrelhas para pavimentos flexíveis**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil), Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2010.
- BATISTA, F. A. - **Misturas betuminosas densas a frio**. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) - Departamento de Engenharia Civil, Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto, Porto, 2004.
- BERNUCCI, L. B.; MOTTA, L. M.; CERATTI, J. A. P.; SOARES, J. B. **Pavimentação asfáltica**: Formação básica para engenheiros. 1ed. Rio de Janeiro: ABEDA, 2008.

BIROLI, C. F. **Comparação dos custos de pavimentos flexíveis e rígidos com base em conceitos de gerência de pavimentos**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2003.

BOYER, R. E. **Asphalt rejuvenators: “Fact, or Fable”**. In: Transportation Systems 2000 (TS2K) Workshop. 2000. San Antonio, Texas.

BRESSEL, T. **Sistema gerador de microcápsulas de alginato**. Tese (Doutorado em Ciências), Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2007.

CARMO, C. A. T. **Estudo do comportamento mecânico de misturas asfálticas a quente com diferentes faixas granulométricas e métodos de compactação com e sem inclusão de geogrelhas**. Tese (Doutorado em Engenharia Civil), Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, MG, 2019.

CHEN, M.; XIAO, F.; PUTMAN, B.; LENG, B.; WU, S. High temperature properties of rejuvenating recovered binder with rejuvenator, waste cooking and cotton seed oils. 2014. **Construction and Building Materials**, v.59, p. 10-16.

CONFEDERAÇÃO NACIONAL DE TRANSPORTES. **Boletim estatístico unificado**, 2021. Disponível em: < <https://www.cnt.org.br/boletins>>. Acesso em: 22 jul. 2021.

CORBETT, L. W. **Analytical chemistry**. v. 41, p.576-579, 1969.

CRAVO, M. C. C. **Efeito do envelhecimento térmico e fotoquímico em ligantes asfálticos, mástique e matriz de agregados finos**. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) – COPPE Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2016. 251 p.

CUNHA, C. M. **Reciclagem de pavimentos rodoviários flexíveis diferentes tipos de reciclagem**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil), Instituto Superior de Engenharia de Lisboa, Lisboa, 2010.

DEPARTAMENTO NACIONAL DE ESTRADAS DE RODAGEM. **DNIT ME 043: Misturas betuminosas a quente – ensaio Marshall. Método de ensaio**. Departamento Nacional de Infraestrutura de Transportes. Rio de Janeiro, 1995, 11 p.

DEPARTAMENTO NACIONAL DE INFRAESTRUTURA DE TRANSPORTES. **DNIT TER 005: Defeitos nos pavimentos flexíveis e semi-rígidos**. Rio de Janeiro, 2003.

DEPARTAMENTO NACIONAL DE INFRAESTRUTURA DE TRANSPORTES. **DNIT 031/2006-ES: Pavimentos flexíveis - Concreto asfáltico: Especificação de serviço**. Rio de Janeiro: IPR: 2006(b).

DEPARTAMENTO NACIONAL DE INFRAESTRUTURA DE TRANSPORTES. **Manual de restauração de pavimentos asfálticos**. 2ª ed. Rio de Janeiro, 2006(a).

DEPARTAMENTO NACIONAL DE INFRAESTRUTURA DE TRANSPORTES. **DNIT 135/2018 - ME: Pavimentação asfáltica - Misturas asfálticas - Determinação do módulo de resiliência - Método de ensaio**. Rio de Janeiro, 2018. 13 p.

DEPARTAMENTO NACIONAL DE INFRAESTRUTURA DE TRANSPORTES. **DNIT 136/2018 - ME: Pavimentação asfáltica – Misturas asfálticas – Determinação da resistência à tração por compressão diametral – Método de ensaio.** Rio de Janeiro, 2018. 9 p.

DEPARTAMENTO NACIONAL DE INFRAESTRUTURA DE TRANSPORTES. **DNIT 183/2018 - ME: Pavimentação asfáltica - Ensaio de fadiga por compressão diametral à tensão controlada – Método de ensaio.** Rio de Janeiro, 2018. 15 p.

DI BENEDETTO, H.; DE LA ROCHE, C.; BAAJ, H.; PRONK, A.; LUNDSTRÖM, R. Fatigue of bituminous mixtures. **Materials and Structures**, v. 37, p. 202-216, 2004.

FONTES, L. P. T. L. **Optimização do desempenho de misturas betuminosas com betume modificado com borracha para reabilitação de pavimentos.** Tese (Doutorado em Engenharia Civil) – Escola de Engenharia, Universidade do Minho, 2009.

FONTOURA, E.; MOCELIN, D.; MENSCH, N.; ANTÔNIO, L.; BRITO, T.; CERATTI, J. A, P. **Óleo de cozinha como agente rejuvenecedor asfáltico.** Congresso Ibero-latinoamericano del asfalto. Medellin, 2017.

GARCÍA, A.; AUSTIN, C. J.; JELFS, J. Mechanical properties of asphalt mixture containing sunflower oil capsules. **Journal of Cleaner Production**, v. 118, p. 124–132, 2016.

GARCÍA, A.; BUENO, M.; NORAMBUENA-CONTRERAS, J.; PARTL, M. N. Induction healing of dense asphalt concrete. **Construction and Building Materials**, v. 49, p. 1–7, 2013.

GARCIA, A.; JELFS, J.; AUSTIN, C. J. Internal asphalt mixture rejuvenation using capsules. **Construction And Building Materials**, v. 101, p. 309-316, 2015.

GARCÍA, A.; SCHLANGEN, E.; VAN DE VEN, M. Two ways of closing cracks on asphalt concrete pavements: microcapsules and induction heating. **Key Engineering Materials**, v. 417-418, p. 573–576, 2009.

GARCÍA, Á.; SCHLANGEN, E.; VAN DE VEN, M.; SIERRA-BELTRÁN, G. Preparation of capsules containing rejuvenators for their use in asphalt concrete. **Journal of Hazardous Materials**, v. 184, n. 1-3, p. 603–611, 2010.

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.

GEORGE, M.; ABRAHAM, T. E. Polyionic hydrocolloids for the intestinal delivery of protein drugs: Alginate and chitosan — a review. **Journal of Controlled Release**, v. 114, n. 1, p. 1–14, 2006.

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

- GONÇALVES, F.J.P. **Estudo do desempenho de pavimentos flexíveis a partir de instrumentação e ensaios acelerados**. Tese (Doutorado em Engenharia Civil), Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2002. 507 p.
- GRANT, G.; MORRIS, E.; REES, D.; SMITH, P.; THOM, D. Biological interactions between polysaccharides and divalent cations: The egg-box model. **FEBS Letters**, v. 32, n. 1, p. 195-198, 1973.
- 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.
- HUANG, B.; SHU, X. Using notched semi circular bending fatigue test to characterize fracture resistance of asphalt mixtures. **Engineering and fracture mechanics**, v. 109, p. 78-88, 2013.
- IQBAL, M. H; HUSSEIN, I. A; AL-ABDUL WAHHAB, I. H.; AMIN, M. B. Rheological investigation of the influence of acrylate polymers on the modification of asphalt. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 102, n. 4, p. 3446–3456, 2006.
- JI, J.; YAO, H.; SUO, Z.; YOU, Z.; LI, H.; XU, S.; SUN, L. Effectiveness of vegetable oils as rejuvenators for aged asphalt binders. **Journal of Materials in Civil Engineering**, v. 29, n.3, 2017.
- KARLSSON, R; ISACSSON, U. L. F. Material related aspects of asphalt recycling – state of the art. **Journal of Materials in Civil Engineering**, v. 18, p. 81–92, 2006.
- LEIMANN, F. V. **Microencapsulação de óleo essencial de capim limão utilizando o processo de coacervação simples**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) - Centro Tecnológico, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2008.
- LEITE, M. V. **Microcápsulas de alginato-quitosana contendo nanopartículas magnéticas para liberação controlada de progesterona**. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais) – Centro de Tecnologia, Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro – UENF, Campo dos Goytacazes, 2014. 106 p.
- LIU, Q.; SCHLANGEN, E.; VAN DE VEN, M. Induction healing of porous asphalt concrete beams on an elastic foundation. **Journal of Materials in Civil Engineering**, v. 25, n. 7, p. 880–885, 2013.
- LIU, Q.; SCHLANGEN, E.; VAN DE VEN, M.; VAN BOCHOVE, G.; VAN MONTFORT, J. Evaluation of the induction healing effect of porous asphalt concrete through four point bending fatigue test. **Construction and Building Materials**, v. 29, p. 403–409, 2012.
- 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.

LUCENA, M. C. C. **Caracterização química e reológica de asfaltos modificados por polímeros**. Tese (Doutorado em Química Inorgânica) – Instituto de Química, Universidade Federal do Ceará. 2005.

MACIEL, A. **Influência do íon Ca^{2+} no desenvolvimento de micropartículas de alginato de sódio preparadas por gelatinização iônica**. Trabalho de Conclusão de Curso – (Graduação em Ciências Naturais). Faculdade UnB Planaltina, Universidade de Brasília, Planaltina, 2013.

MARQUES, G. L. O. **Notas de aula da disciplina pavimentação**. Juiz de Fora: Universidade Federal de Juiz de Fora, 2018. 210 p. Disponível em: <<http://www.ufjf.br/pavimentacao/files/2009/03/Notas-de-Aula-Prof.-Geraldo.pdf>>. Acesso em: 5 ago. 2020.

MEDINA, J. **Mecânica dos pavimentos**. 1. ed. Rio de Janeiro: Coppe/UFRJ, 1997. 380 p.

MENDES, L. O. **Utilização do método Bailey para a seleção de agregados em dosagem de misturas asfálticas**. Dissertação (Mestrado em Ambiente Construído), Universidade Federal de Juiz de Fora, Juiz de Fora, 2011. 131 p.

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.

MINHOTO, M. J. C. **Consideração da temperatura no comportamento à reflexão de fendas dos reforços de pavimentos rodoviários flexíveis**. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) - Escola de Engenharia, Universidade do Minho, 2005.

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 em Engenharia Civil), Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, SC, 2004.

NASCIMENTO, L. A. H.; ROCHA, S. M. N.; NASCIMENTO, C. E. H.; KIM, Y. R. CHACUR, M.; MARTINS, A. T. Uso da mecânica do dano contínuo na caracterização de misturas asfálticas brasileiras. **21º Encontro de Asfalto**. IBP. Rio de Janeiro, 2014.

NATIONAL COOPERATIVE HIGHWAY RESEARCH PROGRAM. **NCHRP Report 648: Mixing and compaction temperatures of asphalt binders in hot-mix asphalt**. Transportation Research Board of the National Academies, Washington, DC, Estados Unidos, 2010.

NORAMBUENA-CONTRERAS, J.; GARCÍA, A. Self-healing of asphalt mixture by microwave and induction heating. **Materials & Design**, v. 106, p. 404–414, 2016.

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.

NORAMBUENA-CONTRERAS, J.; YALCIN, E.; HUDSON-GRIFFITHS, R.; GARCÍA, A. Mechanical and self-healing properties of stone mastic asphalt containing encapsulated Rejuvenators. **Journal of Materials in Civil Engineering**, v. 31, n. 5, p. 1–10, 2019a.

PACIÊNCIA, E. **Auto-regeneração de misturas betuminosas com agentes encapsulados**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil), 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, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2013.

PASQUALIM, P.; CULTI, T. A.; KAMINSKI, G. A. T.; FIN, M. T.; SASSO, D. G. B.; COSTA, C. K.; MIGUEL, M. D.; FUJIWARA, G. N.; RODRIGUES, B. H.; ZANIN, S. PATIL, J.; KAMALAPUR, M.; MARAPUR, S.; KADAM, D. Ionotropic gelation and polyelectrolyte complexation: The novel techniques to design hydrogel particulate sustained, modulated drug delivery system: A review. **Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures**, v. 5, n. 1, p. 241-248, 2010.

PAULA, H., OLIVEIRA, E.; ABREU, F.; PAULA, R.; MORAIS, S.; FORTE, M. Esferas (beads) de alginato como agente encapsulante de óleo de croton zehntneri Pax et Hoffm. **Polímeros**, v. 20, n. 2, p. 112-120. 2010.

PORTUGAL, A.; LUCENA, L.; LUCENA, A.; BESERRA DA COSTA, D. Rheological performance of soybean in asphalt binder modification. **Road Materials and Pavement Design**, v. 19, n. 4, p. 768–782, 2017.

PREUSSLER, E.S.; PINTO, S.; MEDINA, J. **Determinação da vida de fadiga de concretos asfálticos brasileiros e aplicação no dimensionamento de reforço de pavimentos**. In: Reunião Anual de Pavimentação, Recife: ABPV, 1981, p. 67-122.

QIU, J. **Self-healing of asphalt mixtures: towards a better understanding of the mechanism**. [S.l.]: Tese de Doutorado, Universidade de Tecnologia de Delft, 2011.

QIU, J.; VAN DE VEM, M. F. C.; WU, S.; YU, J.; MOLENAAR, A. A. A. Investigating the self-healing capability of bituminous binders. **Road Materials and Pavement Design**, p. 81-94, 2009.

SACCHETIN, P. S. C. **Incorporação de *flavobacterium columnare* inativado em micropartículas de alginato e quitosana para a imunização de tilápia do Nilo (*oreochromis niloticus*) por via oral**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2009.

SANTOS, C. R. G. **Avaliação das influências do tipo de ligante e do volume de vazios na vida de fadiga de algumas misturas asfálticas**. Dissertação (Mestrado em Engenharia de

Transportes) - Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2005.

SHELL. **The bitumen handbook**, (2003). 5. Ed. Cambridge.

SHEN, S.; LU, X. Energy based laboratory fatigue failure criteria for asphalt materials. **Journal of Testing and Evaluation**, v. 39, No. 3, p. 1-8, 2011.

SILVA, B. C. **Microcápsula multifuncional para aplicação em revestimentos inteligentes**. Tese (Doutorado em Físico-Química) – Setor de Ciências Exatas, Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2018.

SOUZA, K. V.; PERALTA-ZAMORA, P.; ZAWADZKI, S. F. Imobilização de ferro (II) em matriz de alginato e sua utilização na degradação de corantes têxteis por processos Fenton. **Química Nova**, v. 31, n. 5, p. 1145–1149, 2008.

SPARKS, R. E. Microencapsulation. **In: Kirk – Othmer. Encyclopedia of Chemical Technology**, 3 ed. John Wiley and Sons, New York, v. 15, p. 470, 1981.

SU, J.; SCHLANGEN, E.; WANG, Y. Investigation the self-healing mechanism of aged bitumen using microcapsules containing rejuvenator. **Construction And Building Materials**, [S.L.], v. 85, p. 49-56, 2015.

SUN, D.; LI, B.; YE, F.; ZHU, X.; LU, T.; TIAN, Y. Fatigue behavior of microcapsule-induced self-healing asphalt concrete. **Journal Of Cleaner Production**, v. 188, p. 466-476, 2018.

TABAKOVIĆ, A.; BRAAK, D.; VAN GERWEN, M.; COPUROGLU, O.; POST, W.; GARCÍA, 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.

TABAKOVIĆ, A.; POST, W.; CANTERO, D.; COPUROGLU, O.; GARCIA, S. J.; SCHLANGEN, E. The reinforcement and healing of asphalt mastic mixtures by rejuvenator encapsulation in alginate compartmented fibres. **Smart Materials and Structures**, v. 25, n. 8, p. 084003, 2016.

TABAKOVIĆ, A.; SCHLANGEN, E. Self-healing technology for asphalt pavements. **Advances in Polymer Science**, v. 273, 22 p, 2015.

TODD, R. D. Microencapsulation and flavour industry. **Flavour Industry**, v.1, n. 11, p. 768-771, 1970.

TONIAL, I. A. **Influência do envelhecimento do revestimento asfáltico na vida de fadiga de pavimentos**. Dissertação (Mestrado em Ciências), Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2001.

WHITEOAK, D. **Shell bitumen handbook**. Shell. Inglaterra. 1990.

XU, S.; GARCÍA, A., SU, J.; LIU, Q.; TABAKOVIĆ, A.; SCHLANGEN, E. Self-healing asphalt review: from idea to practice. **Advanced Materials Interfaces**, 2018.

YAMAÇ, Ö. E., YILMAZ, M., YALÇIN, E., KÖK, B. V., NORAMBUENA-CONTRERAS, J., GARCIA, A. Self-healing of asphalt mastic using capsules containing waste oils. **Construction and Building Materials**, v. 270, 2020.

ZARGAR, M.; AHMADINIA, E.; ASLI, H.; KARIM, M. Investigation of the possibility of using waste cooking oil as a rejuvenating agent for aged bitumen. **Journal of Hazardous Materials**, v. 233-234, p. 254–258, 2012.