MANUELA DE MESQUITA LOPES GENNESSEaux

**Avaliação da durabilidade de misturas asfálticas a quente e mornas
contendo material asfáltico fresado**

**São Paulo
2015**

MANUELA DE MESQUITA LOPES GENNESSEAU

Avaliação da durabilidade de misturas asfálticas a quente e mornas contendo material asfáltico fresado

Tese apresentada à Escola Politécnica da
Universidade de São Paulo para obtenção
do título de Doutor em Engenharia.

Orientadora brasileira:
Prof^a. Titular Liedi Légi Bariani Bernucci

Orientadora francesa:
Dr^a. Virginie Mouillet

São Paulo

2015

MANUELA DE MESQUITA LOPES GENNESSEAU

Avaliação da durabilidade de misturas asfálticas a quente e mornas contendo material asfáltico fresado

Tese apresentada à Escola Politécnica da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Doutor em Engenharia.

Área de concentração:
Engenharia de Transportes

Orientadora brasileira: Prof^a. Titular
Liedi Légi Bariani Bernucci

Orientadora francesa: Dr^a.
Virginie Mouillet

São Paulo

2015

Este exemplar foi revisado e corrigido em relação à versão original, sob responsabilidade única do autor e com a anuência de seu orientador.

São Paulo, _____ de _____ de _____

Assinatura do autor: _____

Assinatura do orientador: _____

Catálogo-na-publicação

Gennesseaux, Manuela de Mesquita Lopes

Avaliação da durabilidade de misturas asfálticas a quente e mornas contendo material asfáltico fresado / M. M. L. Gennesseaux -- versão corr. -- São Paulo, 2015.
195 p.

Tese (Doutorado) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia de Transportes.

1.Misturas asfálticas (Reciclagem) I.Universidade de São Paulo. Escola Politécnica. Departamento de Engenharia de Transportes II.t.

Dedico este trabalho

Aos meus pais!

Esta tese de doutorado foi realizada no Departamento de Engenharia de Transportes (subárea Infraestrutura de Transportes) da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo (EPUSP), sob a orientação da Prof. Dra. Liedi Légi Bariani Bernucci. No âmbito deste estudo de doutorado, foi estabelecido um convênio de cotutela internacional com a École Nationale Supérieure de Chimie de Montpellier (ENSCM) sob co-orientação da Dra. Virginie Mouillet, chefe de pesquisa do Departamento de Química do *Centre d'études et d'expertise sur les risques, l'environnement, la mobilité et l'aménagement* (CEREMA) da cidade de Aix-en-Provence, na França, e do Prof. Dr. Jean-Louis Montero da ENSCM. Também fizeram parte do projeto, na qualidade de conselheiros científicos, os pesquisadores Dr. Thomas Gabet e Yves Bosseaud, ambos do *Institut Français des Sciences et Technologies des Transports, de L'aménagement et des Réseaux* (IFSTTAR antigo LCPC – Centre de Nantes, Département Matériaux,). Os ensaios experimentais dessa pesquisa foram efetuados alternadamente nas instituições mencionadas. O presente trabalho foi realizado com o apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) e do Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq).

AGRADECIMENTOS

Enfim, meu percurso de estudante foi, finalmente, concluído! E eu tenho muito o que agradecer, do fundo do coração, à minha família De Mesquita Lopes, que sempre me deu muito apoio, contribuindo plenamente no avanço e no sucesso dos meus estudos. Obrigada aos meus pais, às minhas irmãs e ao meu esposo Eric.

Gostaria de agradecer enormemente à Professora Liedi Bernucci, minha querida orientadora brasileira, que aceitou me receber na USP e o fez tão bem. Uma pessoa que me faz enxergar muito além da linha do horizonte, que alivia o peso das tarefas e que extrai o melhor de qualquer coisa. Obrigada pela confiança e por ter acreditado em mim, me deixando trilhar esse caminho da co-tutela de tese.

À Virginie Mouillet, minha orientadora na França, por ter me acolhido como orientanda. Obrigada pela orientação na parte química dessa tese e por todo o apoio durante esses quatro anos. Obrigada por ter permitido que uma parte desse trabalho fosse realizada no CEREMA de Aix en Provence.

Gostaria de exprimir toda minha gratidão ao Thomas Gabet, meu conselheiro de estudos no IFSTTAR, pelo apoio precioso e sem falta que ele soube me dar ao longo dessa jornada e por me fornecer as ferramentas necessárias ao andamento do trabalho; por ter dedicado uma enorme parte do seu tempo me ajudando na estruturação desse trabalho e que ajudou a torná-lo mais compreensível.

Agradeço aos membros da banca e aos relatores da tese, pelo interesse que tiveram por este trabalho. É uma honra para mim tê-los como julgadores desta tese. Gostaria de agradecer, em especial, ao Professor Jorge Soares e à Professora Sandra Soares que aceitaram ser os relatores da tese e que dedicaram uma parte do seu tempo precioso analisando e verificando este trabalho. À Leni Leite, à Virginie Mouillet, ao Yves Brosseaud e ao Thomas Gabet por terem feito o deslocamento até São Paulo para o julgamento da tese e por todas as contribuições que fizeram para melhoria deste trabalho. Agradeço à Kamilla Vasconcelos e, mais uma vez à Professora Sandra Soares por terem participado da banca de exame de qualificação dando suas contribuições preciosas para a melhoria do trabalho.

Agradeço ao apoio financeiro da CAPES (por meio da bolsa Demanda Social e da Bolsa de Doutorado Sanduiche no Exterior), do CNPq (por meio da bolsa do Programa Ciências sem fronteiras), e do IFSTTAR (por meio de ajuda de custo e do apoio técnico para o desenvolvimento dos ensaios de laboratório em Nantes, Fr).

Ao Ferhat Hammoum e Thierry Sedran, diretor e vice-diretor do departamento de materiais do IFSTAR/Nantes, por terem me acolhido no laboratório e disponibilizado as condições necessárias para a realização da tese. Aos pesquisadores Yves Brosseaud, Paul Marsac, Emmanuel Chailleux e Vincent Gaudefroy que seguiram esse trabalho em apresentações e em conversas que tivemos no IFSTTAR; obrigada a todos pela atenção e pelas sólidas contribuições que permitiram orientar esse trabalho.

Gostaria de expressar toda minha simpatia aos membros do grupo MIT do IFSTTAR de Nantes pelo apoio técnico oferecido para a realização dos ensaios; em particular Sébastien, Jean Philippe, Olivier, Jérôme, Cédric, Gilles, Nadège e Stephane meu muito obrigada. E também pelo apoio técnico da equipe do CEREMA de Aix en Provence, em especial à

Valerie, Brigitte, Audray e Virginie por me iniciarem e acompanharem nas técnicas de microscopia ATR e pelo acolhimento no CEREMA de Aix en Provence.

Agradeço ainda pela companhia dos amigos e colegas que fiz em Nantes: Ciry, Christelle, Tung, Laure, Miguel, Manitu, Antoine, Antony, Fred, Stephane, Andrea, Layella, Hanna, Eric e todos os estagiários que vi passar durante o período que estive no IFSTTAR.

Agradeço aos professores, técnicos e alunos do LTP/USP pelos bons momentos que passamos: Iuri, Kamilla, Rosângela, Patrícia, Márcia, Tiago, Lucas, Igor, Vanderley, Robson, Edson, Diomária, Kasuo e Sérgio.

Gostaria de agradecer a todas as pessoas que me ajudaram nas inúmeras papeladas e burocracias necessárias para o bom andamento da tese: Karine Allenne, Patrícia Santana, Diomária, Vanda, Eliana e Iuri.

Gostaria de agradecer ao meu grande amigo Iuri Bessa, que foi fundamental no decorrer do doutorado, me ajudando a resolver vários problemas quando eu não estava presente em São Paulo.

Gostaria de expressar minha enorme gratidão ao meu caríssimo professor Jorge Soares por ter sido meu incentivador a fazer este doutorado em São Paulo e em cotutela com a França. Obrigada por acreditar mim, por me apoiar sempre, me fazendo sonhar e realizar sonhos.

“Que a tua vida não seja estéril. Sê útil. Deixa rasto.”

“Que ta vie ne soit pas une vie stérile. Sois utile. Laisse ton empreinte.”

Josemaria Escrivá

RESUMO

A reciclagem de misturas asfálticas usando técnicas de misturas mornas atende às exigências da sustentabilidade, limitando o consumo de energia e de novos materiais. A reciclagem de revestimentos asfálticos fresados (RAP) é praticada há mais de 40 anos, por meio de usinagem a quente do RAP adicionado a agregados e ligante novos. Todavia, o uso de elevadas taxas de RAP (acima de 25% no total), é um grande desafio até o presente, pois limita a perda de durabilidade da mistura asfáltica final. O RAP contém ligante asfáltico envelhecido aderido aos agregados, porém uma parte desse ligante pode ser remobilizada durante a reciclagem pelo aumento da temperatura no processo de usinagem. Esta tese busca compreender o processo de remobilização do ligante envelhecido durante a reciclagem do RAP e as consequências da magnitude de temperatura empregada no processo de reaquecimento deste material envelhecido. Atualmente, tem-se buscado o uso da tecnologia de usinagem morna, permitindo a redução de temperatura total no processo de fabricação. Um dos problemas possíveis da combinação das técnicas reciclagem morna é a ocorrência do fenômeno de recobrimento duplo, que pode impactar na reologia do novo material: o ligante do RAP e o ligante novo não se misturariam totalmente, devido à redução das temperaturas de fabricação, formando camadas superpostas. Este fenômeno seria a causa de disfuncionamentos mecânicos da mistura asfáltica final. Questiona-se então a qualidade do recobrimento dos agregados do RAP, já recobertos, e a falta de um meio de caracterização para a observação da interface. Neste estudo, a qualidade do recobrimento do RAP foi avaliada em escala microscópica e macroscópica. No nível microscópico, foi proposto o uso de uma ferramenta de micro-espectroscopia infravermelha para avaliar a interface entre o RAP e o ligante novo, e seguir a distribuição espacial desses dois componentes na mistura asfáltica. Para tanto, foi realizado um desenvolvimento experimental detalhado que permitisse o uso de um acessório de imagem infravermelha em misturas asfálticas recicladas. Graças à indentificação prévia de marcadores internos, foi possível acompanhar a mobilização parcial do ligante envelhecido do RAP. Em paralelo, no nível macroscópico, foi desenvolvido um protocolo de ensaio com o objetivo de avaliar a durabilidade das misturas asfálticas recicladas com taxas elevadas de RAP (50%), com o objetivo principal de compreender se há benefícios nas propriedades mecânicas de misturas mornas recicladas. O ensaio de fadiga é um dos ensaios que permitem melhor avaliar e comparar diferentes misturas asfálticas para comporem uma camada de pavimento. Porém, este ensaio não pode ser diretamente transposto à previsibilidade de campo por ter restrições, tais como o ligante das amostras ensaiadas não teve tempo de envelhecer; e as misturas asfálticas, dependendo da quantidade de RAP e da temperatura de usinagem, podem envelhecer em velocidades diferentes em campo. No presente trabalho, foi proposta a adição de uma etapa de envelhecimento previamente aos ensaios mecânicos. Foi suposto que o comportamento real do material estaria situado entre o do material não envelhecido e do envelhecido. Os principais resultados mostram que uma mistura reciclada morna apresenta resultados satisfatórios de comportamento mecânico que atestam seu uso como camada de revestimento asfáltico, exceto que ela tem a tendência de ser mais sensível à fadiga que uma mistura com a mesma composição de agregados e de teor de ligante, fabricada a quente ou morna, mas sem a adição de RAP.

Palavras-chave: Misturas asfálticas mornas. Material asfáltico fresado. Reciclagem. Durabilidade. Análise microscópica

ABSTRACT

The recycling of asphalt mixtures produced with a warm process meets the requirements of sustainable development: it limits the use of new materials, allows waste management and reduces energy consumption. The recycling of asphalt mixtures dates from the 70's. What has changed since that is the will to sustain high rate recycling, defined here by more than 25% of Reclaimed Asphalt Pavement (RAP). RAP contains a part of bitumen that is recoverable for its viscoelastic properties of asphalt binder. It is thus desired to mobilize this aged binder in the recycling process. One of the suspected problems when coupling recycling and warm process is the phenomenon of double coating that could affect rheological properties of the new material: the RAP binder and the new binder do not would mix completely due to the reduction of processing temperatures and would form superimposed layers. This phenomenon would cause mechanical dysfunctions in the asphalt mixture. This raises the question of the quality of the coating of granular surfaces, previously coated, and lack of characterization tools for in situ observation of the interface. In this thesis work, the quality of coating of RAP by a new binder has been evaluated at the microscopic and macroscopic scales. At the microscopic level, it has been proposed to use infrared micro-spectroscopy tool to evaluate the quality of interface between the RAP and the new binder and to follow the spatial distribution of these two components within mixtures produced in laboratory. To do that, it has been necessary to carry out an important experimental development in order to apply an infrared imaging accessory to complex mixtures that are the bituminous mixtures made of different granular fractions and bituminous binder. It was then possible, based on previous identification of internal tracers, to follow the partial remobilization of RAP aging binder. In parallel, at the macroscopic level, a testing protocol has been developed to evaluate the durability of high rate recycled asphalt mixtures (50% of RAP), including mixes produced in a warm process. The current fatigue test is one of the tests that best evaluate the lifetime of a pavement layer. But this accelerated test is biased because the bitumen of the mixtures tested did not have time to aged, as occurs in the case on a real road. In this work, it was proposed to add an aging step of the material before fatigue test, rutting test, modulus test and moisture damage test. It is assumed that the real behavior of the material would range between that of the unaged material and that of aged material. The main obtained results show that warm mixture asphalt containing high rate of RAP exhibit good mechanical performance, with a trend to be more susceptible to fatigue than a similar hot mixture or a warm mixture without added RAP.

Keywords: Warm mix asphalt. Reclaimed asphalt pavement. Recycling. Durability. Microscopy analysis.

RÉSUMÉ

Le recyclage des enrobés bitumineux fabriqués selon un procédé tiède répond aux exigences du développement durable: il limite l'apport de matériaux neufs, permet la gestion des déchets et réduit la consommation d'énergie. Le recyclage des enrobés date des années 70 ; ce qui a changé depuis, c'est la volonté de pérenniser le recyclage à fort taux, définit ici à plus de 25% d'agrégats d'enrobés (AE). Les AE contiennent une part de bitume qui est valorisable pour ses propriétés viscoélastiques de liant hydrocarboné. Il est ainsi recherché une mobilisation de ce liant vieilli dans le processus de recyclage. L'un des problèmes suspectés lors du couplage recyclage/procédé tiède est le phénomène de double enrobage pouvant impacter la rhéologie du nouveau matériau: le liant de l'AE et le liant d'apport ne se mélangeraient pas totalement du fait de l'abaissement des températures de fabrication et formeraient des couches superposées. Ce phénomène serait la cause de dysfonctionnements mécaniques au niveau de l'enrobé. Il se pose donc la question de la qualité de l'enrobage de surfaces granulaires déjà enrobées et du manque de moyens de caractérisation pour l'observation in situ de l'interface. Dans ce travail de thèse, la qualité d'enrobage des agrégats d'enrobés par un liant d'apport a été évaluée à l'échelle microscopique et macroscopique. Au niveau microscopique, il a été proposé d'utiliser un outil de micro-spectroscopie infrarouge pour évaluer in situ la qualité d'interface entre l'AE et le liant d'apport et suivre la répartition spatiale de ces deux composants au sein d'enrobés de laboratoire. Cela a nécessité un important développement expérimental afin de pouvoir appliquer un accessoire d'imagerie infrarouge aux mélanges complexes que sont les formules d'enrobés bitumineux constitués de différentes fractions granulaires et de liant bitumineux. Il a ainsi été possible, grâce à l'identification préalable de traceurs internes, de suivre la remobilisation partielle du liant vieilli de l'AE. En parallèle, au niveau macroscopique, un protocole d'essai a été développé afin d'évaluer la durabilité des enrobés contenant des forts taux d'AE (50%), notamment des enrobés fabriqués selon un procédé tiède. L'essai actuel de fatigue est l'un des essais qui permet le mieux d'évaluer la durée de vie d'une couche de chaussée. Mais cet essai accéléré est biaisé car le bitume des échantillons testés n'a pas eu le temps de vieillir comme c'est le cas sur une vraie chaussée. Dans ce travail, il a donc été proposé d'ajouter une étape de vieillissement du matériau avant les essais de fatigue, d'orniérage, de tenue à l'eau et de module complexe. Il est supposé que le comportement réel du matériau se situerait entre celui du matériau non vieilli et celui du matériau vieilli. Les principaux résultats obtenus montrent qu'un enrobé tiède contenant un taux élevé d'AE présentent de bonnes performances mécaniques excepté qu'il a tendance à être plus sensible à la fatigue qu'une même formulation de matériau fabriqué à chaud ou selon un procédé tiède mais sans ajout AE.

Mots-clés : Enrobés bitumineux tièdes. Agrégats d'enrobés. Recyclage. Durabilité. Analyse microscopique.

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 – Esquema de torre do procedimento de dosagem Francês (adaptado de DELORME et al., 2007).....	29
Figura 2.2 – Simulador de tráfego de laboratório LCPC	33
Figura 2.3 – (a) Gabaritos trapezoidais para calibração do equipamento; (b) Colagem (c) Ensaio	34
Figura 2.4 – princípio da modelagem de um pavimento e lógica dos ensaios de fadiga de misturas asfálticas (adaptado de DE LA ROCHE, 1996).....	35
Figura 2.5 – Curva de fadiga representado os resultados de um ensaio de fadiga (DE LA ROCHE, 1996).....	37
Figura 2.6 – Fresagem no carrossel de fadiga do IFSTTAR	41
Figura 2.7 – Câmara Suntest XXL+ do IFSTTAR-Nantes	56
Figura 2.8 – Tempo de usinagem em laboratório: (a) 2 minutos, (b) 4 minutos, (c) 6 minutos e (d) 8 minutos (NYGUYEN, 2009)	59
Figura 2.9 – Mistura de agregado virgem e RAP (a) antes da mistura seca, (b) depois da mistura seca e (c) mistura de agregado virgem, RAP e ligante virgem	59
Figura 2.10 – Representação do processo do recobrimento (adaptado de SHIRODKAR et al., 2011)	60
Figura 2.11 – Espectro FTIR de um ligante asfáltico convencional na região de 40000 a 400cm ⁻¹ (MOUILLET, 1998)	62
Figura 2.12 – (a) Reflexão total e (b) Reflexão rasante à superfície	64
Figura 2.13 – Representação da amostra em contato direto com o cristal (Fonte: PerkinElmer).....	65
Figura 2.14 – Exemplo de imagem obtida – impressão digital em lâmina de vidro e espectros referentes aos pontos indicados pelas setas (Fonte: <i>HOULT et al., PerkinElmer life and analytical sciences, PerkinElmer</i>).....	66
Figura 2.15 – Acessório para transmissão no modo ATR, mostrando a base (parte superior) e o braço do cristal ATR (parte inferior) (Fonte: PerkinElmer).....	67
Figura 3.1 – Análise granulométrica dos agregados Brefauchet.	70
Figura 3.2 – Distribuição granulométrica das misturas sem a adição de RAP	72
Figura 3.3 – Temperatura de aquecimento dos agregados novos em função do percentual de RAP em uma mistura asfáltica reciclada	75
Figura 3.4 – Fluxograma referente aos ensaios em misturas asfálticas.....	77
Figura 4.1 – (a) Peneirador vibratório da marca SINEX e (b) frações obtidas.....	79
Figura 4.2 – Três das quatro frações de RAP obtidas após fracionamento mecânico: 2-4mm, 4-8mm e 8-12mm.....	79
Figura 4.3 – (a) AsphaltAnalysator do IFSTTAR-Nantes (b) introdução da mistura asfáltica tambor-filtro; (c) entrada do tambor-peneira na câmara de lavagem e (d) papel filtro para recuperação do fíler	80
Figura 4.4 – Final do ensaio: (a) solução solvente/ligante; (b) fíler e (c) agregados menores que 0,063mm.....	81
Figura 4.5 – (a) Centrifugação da solução ligante/solvente, (b) e (c) Destilação pelo método rotavapor	81
Figura 4.6 – Granulometria das frações do material fresado (% passante em cada peneira)	82
Figura 4.8 – Recomposição granulométrica do RAP.....	84
Figura 4.9 – Penetração e ponto de amolecimento do ligante recuperado do RAP completo e das suas frações.....	85

Figura 4.10 – Teor de asfaltenos do ligante recuperado do RAP completo e das suas frações	86
Figura 4.11 – Fluxograma dos ensaios realizados para verificação do envelhecimento das misturas	90
Figura 4.12 – Resultados dos ensaios de penetração.....	92
Figura 4.13 – Resultados dos ensaios de ponto de amolecimento	92
Figura 4.14 – Resultados dos índices de carbonila determinados por FTIR	93
Figura 4.15 – Resultados dos índices de sulfoxidos determinados por FTIR	93
Figura 4.16 – Corpos de prova apos compactação na PCG	95
Figura 4.17 – Placas após ensaio de deformação permanente.....	96
Figura 5.1 – Fabricação das placas de misturas na mesa compactadora	97
Figura 5.2 – Corte das amostras com o uso de serra diamantada	98
Figura 5.3 – Sistema de Medição de Amostras Trapezoidais – SYMETRA (Vectra 2009)	98
Figura 5.4 – Resultados do ensaio na PCG	98
Figura 5.5 – Resultados do ensaio de Duriez.....	100
Figura 5.6 – Resultados do ensaio de deformação permanente	102
Figura 5.8 - Comparação das curvas mestras de materiais não envelhecidos HMA_0, WMA_0, HMA_50 e WMA_50 e materiais envelhecidos HMA_0a, WMA_0a, HMA_50a e WMA_50a (Tref = 15°C).	103
Figura 5.9 – Curvas mestras de materiais não envelhecidos HMA_0, WMA_0, HMA_50 e WMA_50 (Tref = 15°C).....	104
Figura 5.10 – Curvas mestras de materiais envelhecidos HMA_0a, WMA_0a, HMA_50a e WMA_50a (Tref = 15°C).....	104
Figura 5.12 – Resultados de Módulo Complexo à 10°C e 25Hz obtidos antes do ensaio de fadiga	107
Figura 5.13 – valores de ϵ_6 a 10 °C, 25 Hz – técnica de fabricação (HMA ou WMA) colocada em evidência antes da correção do volume de vazios.....	108
Figura 5.14 – valores corrigidos de ϵ_6 a 10 °C, 25 Hz – técnica de fabricação (HMA ou WMA) colocada em evidência após correção do volume de vazios usando Equação 8 para um volume de vazios de 4,5%.....	108
Figura 5.15 – Valores de ϵ_6 corrigidos at 10 °C, 25 Hz – presença do RAP colocada em evidência	109
Figura 5.16 – Valores de ϵ_6 corrigidos at 10 °C, 25 Hz – envelhecimento artificial colocado.....	109
Figura 7.1 – Filme de ligante sobre lâmina de KBr.....	115
Figura 7.2 – Espectro FTIR de um ligante novo e um ligante envelhecido.....	116
Figura 7.3 – FTIR imagem usando um acessório ATR (a), mostrando a amostra posicionada sob o cristal (b).....	117
Figura 7.4 – Produção do RAP artificial.....	122
Figura 7.5 – Preparação das amostras	122
Figura 8.1 – Espectro dos materiais puros	124
Figura 8.2 – Imagens visíveis dos pontos analisados na mistura.....	125
Figura 8.3 – Cristal posicionado sobre um grão de calcário (a) imagem visível; (b) compare correlation image; (c) imagem PCA; (d) espectros correspondentes, espectro de referência e (e) imagem ATR da absorbância no comprimento de onda 1390cm ⁻¹ (referente ao calcário)	126
Figura 8.4 – Cristal na interface ligante agregado: (a) visível imagem; (b) Imagem Compare Correlation; (c) espectro correspondente aos pontos	

mostrados nas imagens e o espectro de referência e (d) imagem ATR da distribuição da absorbância em 1390cm^{-1} (característica do calcário)	127
Figura 8.5 – Espectro referente ao ponto à direita na Figura 8.4b.	128
Figura 8.6 – (a) Imagem visível (b) Compare correlation image, com o espectro do calcário como referência (c) espectros referentes aos pontos mostrados nas imagens ATR (d) imagem PCA e (e) distribuição da absorbância no comprimento de onda 1390cm^{-1}	129
Figura 8.7 – (a) absorbância no comprimento de onda 1058 (gnaisse); (b) absorbância no comprimento de onda 1409cm^{-1} (calcário) e (c) absorbância no comprimento de onda 2924cm^{-1} (ligante asfáltico) e seus espectros correspondentes.	130
Figura 8.8 – Imagem visível de uma misutra asfáltica reciclada contendo ligante asfáltico modificado por SBS.	131
Figura 8.9 – Imagem ATR-FTIR de uma mistura asfáltica reciclada contendo ligante SBS mostrando (a) a superposição de três componentes principais obtidos usando a técnica PCA e (b) e os espectros correspondentes.	132
Figura 8.10 – Imagem ATR-FTIR de uma mistura asfáltica contendo ligante SBS, análise por Correlação de Imagem e o espectro representativo (a) agregado gnaisse é o espectro de referência e (b) ligante SBS é o espectro de referência.	133
Figura 8.11 – Imagem ATR-FTIR de uma mistura asfáltica reciclada contendo ligante modificado com EVA (imagem com $200\mu\text{m} \times 300\mu\text{m}$) mostrando (a) uma superposição dos três principais componentes obtidos usando a técnica PCA	134
Figura 8.12 – Imagem ATR-FTIR de uma mistura asfáltica reciclada contendo ligante EVA (imagem com $200\mu\text{m} \times 300\mu\text{m}$) mostrando (b) análise por correlação de imagem e (c) espectro representativo	134
Figura 8.13 – Detalhe dos espectros 14, 15 e 16 indicados na Figura 8.12	135

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 – Informações sobre a quantidade de material e de dias necessários para a conclusão de cada etapa em função do nível de dosagem.....	31
Tabela 2.2 – Distribuição de toneladas anuais (em milhões de toneladas) relativa à produção de misturas quentes e mornas, à disponibilidade de RAP e sua utilização em novas misturas.....	44
Tabela 2.3 – Distribuição de toneladas anuais (em milhões de toneladas) relativa à produção de misturas quentes e mornas, à disponibilidade de RAP e sua utilização em novas misturas.....	44
Tabela 2.4 – Métodos para o envelhecimento de ligantes e de misturas asfálticas (JUNG et al., 2006)	54
Tabela 2.5 – Métodos para o envelhecimento de ligantes e de misturas asfálticas (adaptado de AIREY, 2003)	55
Tabela 2.6 – Área de carbonila de ligante envelhecido (JUNG et al., 2006)	64
Tabela 3.1 – Descrição das misturas ensaiadas	70
Tabela 3.2 – Composição das misturas.....	72
Tabela 3.3 – Temperatura de aquecimento dos agregados novos.....	74
Tabela 4.1 – Proporções para a recomposição do RAP	83
Tabela 4.2 – Características do ligante presente nas quatro frações de RAP.....	84
Tabela 4.3 – Resultados obtidos para o teor de ligante do RAP	87
Tabela 4.4 – Resultados para validação do envelhecimento RILEM-adaptado.....	91
Tabela 4.5 – Composição das misturas estudadas	95
Tabela 5.1 – Resultados do ensaio de PCG(EN 12697-31)	99
Tabela 5.2 – Resultados do ensaio Duriez (EN 12697-12).....	100
Tabela 5.3 – Resultados do ensaio de deformação permanente	101
Tabela 5.4 – ϵ_6 à 10 °C e 25 Hz, para um volume de vazios de 4,5%	106
Tabela 7.1 – Resumo das misturas ensaiadas.....	121

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AASHTO	American Association of State Highway and Transportation Officials
ATR	Reflexão Total Atenuada (do inglês ATR: Attenuated Total Reflectance)
BBSG	betons bitumineux semi grenus
CEREMA	Centre d'études et d'expertise sur les risques, l'environnement, la mobilité et l'aménagement
CV	Coeficiente de variação
DNIT	Departamento Nacional de Infraestrutura de Transportes
DSR	Reômetro de Cisalhamento Dinâmico
EAPIC	Essais d'Aptitude Par Inter Comparaison
EVA	Etileno-Acetato de Vinila
NF EN	Normes européennes et internationales
FHWA	Federal Highway Administration
FTIR	Fourier Transform Infrared - espectroscopia Infravermelha por Transformada de Fourier
GPC	Cromatografia por Permeação em Gel
HMA	Hot mix asphalt
ICA	Análise por Correlação de Imagens
IFSTTAR	Institut français des sciences et technologies des transports, de l'aménagement et des réseaux
ITSM	Indirect Tensile Stiffness Modulus Test
LCPC	Laboratoire Central des Ponts et Chaussées
LPC	Laboratoires des Ponts et Chaussées
LTA	long-term aging
NCHRP	National Cooperative Highway Research Program
PCA	Análise do Componente Principal
PCG	Prensa de Cisalhamento Giratório
PG	Grau de Desempenho (do inglês Performance Grade)
RAP	Reclaimed Asphalt Pavement
RILEM	Réunion Internationale des Laboratoires d'Essais et de Recherches sur les Matériaux
SBS	Estireno Butadieno Estireno
SHRP	Strategic Highway Research Program
STA	short-term aging
SYMETRA	Sistema de Medição de Amostras Trapezoidais
WMA	Warm mixture asphalt

SUMÁRIO

Capítulo 1.	INTRODUÇÃO GERAL	20
1.1	Contextualização	20
1.2	Objetivos	23
1.3	Organização da tese	24
Capítulo 2.	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	25
2.1	Composição de misturas asfálticas	25
2.1.1	Cimento asfáltico de petróleo	25
2.1.2	Agregados	26
2.1.3	Dosagem de misturas asfálticas	27
2.1.4	Prensa de Cisalhamento Giratório – PCG (NE EN 12 697-31)	32
2.1.5	Dano por umidade induzida – ensaio Duriez (NF EN 12 697-12)	32
2.1.6	Afundamento em trilha de roda	32
2.1.7	Ensaio de módulo complexo	33
2.1.8	Fadiga de misturas asfálticas	34
2.2	Misturas asfálticas mornas	37
2.3	Reciclagem de misturas asfálticas	41
2.3.1	Tipos de reciclagem	44
2.3.2	Limitações da reciclagem do RAP	46
2.3.2.1	Superaquecimento do RAP	46
2.3.2.2	Heterogeneidade do RAP	47
2.3.2.3	Remobilização do Ligante do RAP	49
2.4	Durabilidade de misturas asfálticas quentes e mornas	49
2.5	Envelhecimento de misturas asfálticas	54
2.6	Interação entre ligante envelhecido e ligante novo em misturas recicladas	57
2.7	Infravermelho com transformada de Fourier - FTIR	61
2.7.1	Análise infravermelha em reflexão total atenuada (ATR-FTIR)	64
2.7.2	Dispositivo experimental de imagem infravermelha em modo reflexão total atenuada	67
2.7.3	Avanços na distinção de agregados e ligante em misturas asfálticas	67
Capítulo 3.	PROGRAMA EXPERIMENTAL – PARTE I	69
3.1	Descrição do programa experimental	69
3.2	Características dos materiais	70
3.3	Ensaio mecânicos para caracterização das misturas asfálticas	76
Capítulo 4.	ESTUDOS PRELIMINARES	78
4.1	Separação do RAP em frações granulares	78
4.1.1	Extração e recuperação do ligante do RAP	79
4.1.2	Resultados da caracterização do RAP	82
4.1.2.1	Granulometria do RAP	82
4.1.2.2	Teor de Ligante no RAP	84
4.1.3	Recomposição do RAP – menor heterogeneidade	86
4.2	Protocolo de envelhecimento antes dos ensaios mecânicos	88
4.2.1	Validação do novo procedimento de envelhecimento RILEM sobre misturas compactadas	89
4.3	Remobilização do ligante asfáltico – Estudo mecânico	94
Capítulo 5.	RESULTADOS – PARTE I	97
5.1	Compactabilidade (EN 12697-10)	98

5.2	Dano por umidade induzida – ensaio Duriez (EN 12697-12)	99
5.3	Afundamento em trilha de roda (EN 12697-22+A1)	101
5.4	Módulo complexo (EN 12697-26, annex A).....	103
5.5	Vida de fadiga (EN 12697-24)	106
5.5.1	Descrição do ensaio	106
5.5.2	Análise dos resultados	106
5.5.2.1	Análise dos valores de Epsilon 6.....	107
5.6	Síntese e discussão dos resultados	110
Capítulo 6.	CONCLUSÕES E PERSPECTIVAS – Parte I.....	111
Capítulo 7.	Programa experimental – PARTE II – Análise microscópica de misturas mornas contendo RAP	113
7.1	Contextualização.....	113
7.2	MATERIAIS E MÉTODOS – PARTE II.....	115
7.2.1	Espectroscopia Infravermelha por Transformada de Fourier – FTIR .	115
7.2.2	Imagem infravermelha em modo Reflexão Total Atenuada (ATR-FTIR)	116
7.2.2.1	Técnica de imagem ATR-FTIR para misturas asfálticas	116
7.2.3	Análise das imagens	117
7.2.3.1	Marcadores químicos	117
7.2.3.2	Análise das bandas dos espectros (comprimento de onda) na amostra	118
7.2.3.3	Análise por correlação de imagens (ICA)	118
7.2.3.4	Análise do componente principal (PCA)	118
3.1-1.1.	Protocolo de análise desse estudo.....	119
7.3	Preparação das amostras – Parte II.....	119
7.3.1	Escolha de Marcadores Característicos.....	119
7.3.2	Diferentes misturas com diferentes marcadores químicos	120
7.3.2.1	Origem do RAP	120
7.3.2.2	Concreto asfáltico.....	120
7.4	Preparação das amostras	122
Capítulo 8.	RESULTADOS E DISCUSSÕES – PARTE II	124
8.1	Identificação e localização dos componentes em uma mistura reciclada a quente	124
8.1.1	Imagem ATR do agregado calcário.....	125
8.1.2	<i>Cristal posicionado na interface calcário/ligante.....</i>	126
8.1.3	<i>Cristal posicionado na zona de mastique.....</i>	129
8.2	Localização do ligante modificado com SBS.....	131
8.3	Localizando um ligante modificado com EVA.....	133
Capítulo 9.	CONCLUSÕES GERAIS.....	136
9.1	Recomendações e sugestões para continuidade da pesquisa.....	141
Capítulo 10.	RESUMO DA TESE EM FRANCÊS	148
	Introduction	148
	Partie I: bibliographie.....	150
1.1-	Performances mécaniques des enrobés tièdes avec agrégats	150
1.2-	Études physico-chimiques des mélanges bitumineux	151
Partie II:	Étude expérimentale des enrobés tièdes avec agrégats	152
2.1-	Description du programme, nomenclature	153
2.2-	Caractéristiques du BBSG de référence	153
2.3-	Protocole de vieillissement avant essais	154
3-	Fractionnement des agrégats.....	154

3.1-	Séparation des agrégats en 4 fractions	154
3.2-	Homogénéité de l'agrégat recomposé.....	155
3.3-	Liste des essais mécaniques appliqués à nos enrobés.....	156
3.4-	Résultats des essais mécaniques	156
3.4-1.	Compactibilité (EN 12697-10)	156
3.4-2.	Tenue à l'eau (EN 12697-12)	156
3.4-3.	Tenue à l'orniérage (EN 12697-22+A1).....	157
3.4-4.	Module complexe (EN 12697-26, annex A).....	157
3.4-5.	Essais de fatigue (EN 12697-24).....	158
3.4-5.1.	<i>Description de l'essai</i>	158
3.4-5.2.	<i>Analyse des résultats</i>	159
3.4-5.3.	<i>Discussion sur les résultats</i>	159
3.5-	Conclusions sur la partie mécanique.....	159
Partie III: analyse microscopique des enrobés tièdes avec agrégats		160
4.1-1.	L'imagerie ATR-FTIR pour les enrobés bitumineux.....	161
4.1-1.1.	<i>La spectroscopie Infrarouge par Transformée de Fourier (IRTF)</i>	161
4.1-1.2.	<i>L'analyse infrarouge en réflexion totale atténuée (ATR-FTIR).....</i>	162
4.1-1.3.	Dispositif expérimental d'imagerie infrarouge en mode de Réflexion Totale Atténuée	162
4.1-2.	Analyse des images	162
4.1-2.1.	Traceurs chimiques	162
4.1-2.2.	Analyse des bandes spectrales (longueurs d'onde) dans l'échantillon 163	
4.1-2.3.	Analyse par corrélation d'images (ICA)	163
4.1-2.4.	Analyse en composantes principales (PCA).....	163
4.1-2.5.	Protocole d'analyse d'images de cette étude	164
4.2-	Matériaux étudiés	164
4.2-1.	Enrobés et agrégats de référence	164
4.2-2.	Variantes d'enrobés	165
4.2-3.	Préparation des échantillons	165
4.3-	Résultats et discussions.....	166
4.3-1.	Quelques éléments bibliographiques	166
4.3-2.	Localisation du bitume et des granulats dans un enrobé classique....	166
4.3-3.	Localisation d'un bitume modifié au SBS dans un échantillon	167
4.3-4.	Localisation d'un bitume modifié à l'EVA dans un échantillon	168
4.3-5.	Identification et localisation des agrégats d'enrobés dans un échantillon 168	
4.3-5.1.	<i>Spectre ATR du granulats calcaire</i>	169
4.3-5.2.	<i>Étude de l'interface calcaire/bitume</i>	169
4.3-5.3.	<i>Étude d'une zone de mastic</i>	170
4.4-	Conclusions sur la caractérisation par imagerie infrarouge.....	171
5-	Conclusion générale.....	173

Capítulo 1. INTRODUÇÃO GERAL

1.1 Contextualização

Durabilidade e desenvolvimento sustentável são termos chaves quando se trata de pavimentos rodoviários. Durabilidade pode ser definida como o tempo de utilização de um determinado bem, ou o tempo de vida de um material. O termo durabilidade se enquadra na capacidade de um material em resistir aos efeitos das intempéries e da fadiga gerada pela circulação de veículos. Dentre os fatores que podem influenciar na durabilidade de um pavimento está o envelhecimento do ligante asfáltico, que pode tornar o pavimento mais frágil resultando em trincas (BEUVING; SOUTHERN, 2012). Por sua vez, o desenvolvimento sustentável pode ser definido por ações que visam suprir as necessidades atuais dos seres humanos, sem comprometer a capacidade das próximas gerações em atender suas próprias necessidades (RELATÓRIO BRUNDTLAND, 1987). É por meio da economia de energia e de recursos naturais que se pode atender aos requisitos da sustentabilidade.

Os pavimentos asfálticos estão sujeitos a diversos tipos de defeitos que comprometem sua vida útil: afundamento da trilha de roda, trincas, ondulações, escorregamento do revestimento, exsudação do ligante, desgaste na superfície e “panelas” decorrentes da desagregação do revestimento (DNIT 005/2003 – TER). Uma melhoria na durabilidade por meio do retardamento no aparecimento de qualquer das falhas mencionadas, pode ser uma melhoria na sustentabilidade do pavimento (BEUVING; SOUTHERN, 2012).

No âmbito nacional e internacional, o setor de infraestrutura de transportes tem incentivado o desenvolvimento de metodologias sustentáveis que permitam a redução do consumo de energia e de novos materiais, e que garantam a durabilidade do produto final. Por essa razão, a reciclagem de revestimentos asfálticos fresado (RAP, do inglês *Reclaimed Asphalt Pavement*) é um ponto chave do ponto de vista econômico e ambiental, permitindo principalmente redução do uso de novos materiais (agregados e ligantes) e a gestão de resíduos sólidos.

Praticada há mais de 40 anos, a reciclagem do RAP contribui com a limitação do acúmulo de fresado, que por decreto, não é mais considerado material de descarte,

e devem ser reutilizados. Porém, o emprego de taxas elevadas de RAP (acima de 25% no total), limitando a perda de durabilidade da mistura asfáltica final, é um grande desafio até o presente.

Os conhecimentos científicos e técnicos acerca da reciclagem de RAP foram adquiridos levando-se em conta as temperaturas e as condições de fabricação chamadas “a quente”. Entretanto, para o uso de elevadas taxas de RAP, é necessário o sobreaquecimento dos novos agregados para que, por transmissão de calor, a parcela antiga fresada seja também aquecida e o asfalto envelhecido, que está aderido aos agregados antigos, seja remobilizado. Todavia, as elevadas temperaturas empregadas nos agregados novos causam danos de envelhecimento precoce nos materiais asfálticos (antigo e novo), reduzindo a vida útil do futuro revestimento. Além disso, o superaquecimento dos materiais antes e durante a usinagem leva a elevado consumo energético e a elevados níveis de emissões de gases do efeito estufa.

Neste panorama, o uso de temperaturas menores, por meio da aplicação de técnicas de misturas asfálticas mornas (WMA, do inglês *Warm Mixture Asphalt*) pode viabilizar a reciclagem de RAP em maiores taxas de participação na mistura final. As técnicas mornas levam a uma redução de temperaturas nos processos de usinagem e de construção de cerca de 30 a 40°C. Isso pode proporcionar ganhos significativos ambientais, dados pelo maior reaproveitamento de materiais recicláveis e diminuição de consumo energético e de emissões.

Diversos autores já investigaram a avaliação da incorporação de RAP nas misturas asfálticas e as suas consequências nas propriedades mecânicas (AL-QADI et al., 2007; AURANGZEB et al., 2014; BENNERT et al., 2014; COPELAND, 2011; DONY et al., 2013; OLIVEIRA, 2013). Outros estudos também foram desenvolvidos a fim de proporcionar um melhor entendimento dos pavimentos com misturas mornas que incorporem percentuais de RAP acima de 25% (MALLICK et al., 2008; COPELAND et al., 2010; DOYLE; HOWARD, 2010; MOGAWER et al., 2011; OLIVEIRA, 2013).

Um dos problemas possíveis da combinação das técnicas de reciclagem e mistura morna (RAP_WMA) está relacionado ao grau de mistura entre o ligante do RAP e os materiais novos. O RAP contém ligante asfáltico aderido aos agregados, que se

encontra envelhecido, porém uma parte pode ser remobilizada durante a reciclagem pelo aumento da temperatura no processo de usinagem.

A ocorrência do fenômeno de recobrimento duplo pode impactar na reologia do novo material: o ligante do RAP e o ligante novo não se misturariam totalmente, devido à redução das temperaturas de fabricação, formando camadas superpostas. Este fenômeno seria a causa de disfuncionamentos mecânicos da mistura asfáltica final. Questiona-se então a qualidade do recobrimento dos agregados do RAP, já recobertos, e a falta de um meio de caracterização para a observação *in loco* na interface da mistura. Essa questão da qualidade da mistura entre o ligante do RAP e o ligante novo também já foi explorada em estudos recentes (EL BÉZE, 2008; NAVARO et al., 2012; EL BÉZE et al., 2012; NAHAR et al., 2013; NGUYEN, 2013; BOWERS et al., 2014). O processo de mobilização do ligante aderido ao RAP é algo que ainda se busca compreender. O presente trabalho apresenta alguns benefícios e os problemas potenciais da combinação das duas técnicas sustentáveis RAP_WMA. A qualidade do recobrimento do RAP foi avaliada em escala macroscópica e microscópica.

No nível macroscópico, um protocolo de ensaio foi desenvolvido a fim de avaliar a durabilidade das misturas asfálticas contendo elevadas taxas de RAP (50%), com vistas, em especial, a compreender se há benefícios nas propriedades mecânicas de misturas mornas. O ensaio de fadiga é um dos ensaios que permitem melhor avaliar e comparar diferentes misturas asfálticas para composição da camada de pavimento. Mas este ensaio acelerado não pode ser diretamente transposto à previsibilidade de campo por ter restrições, tais como o ligante das amostras ensaiadas não teve tempo de envelhecer, como ocorre em um pavimento real. E as misturas asfálticas, dependendo da quantidade de RAP e da temperatura de usinagem, podem envelhecer em velocidades diferentes em campo. No presente trabalho, foi proposta a adição de uma etapa de envelhecimento dos materiais asfálticos, previamente aos ensaios de fadiga, trilha de roda, dano por umidade e módulo complexo. Foi suposto que o comportamento real do material estaria situado entre o do material não envelhecido e do material envelhecido artificialmente.

Em paralelo, também é apresentado um estudo em escala microscópica, que consistiu em desenvolver a aplicação de uma ferramenta inovadora de micro-

espectroscopia infravermelha para avaliar *in loco* a interface entre os agregados do RAP e o ligante novo adicionado, mapeando a distribuição espacial desses dois componentes na mistura asfáltica fabricada em laboratório. Para tanto, foi necessário um desenvolvimento experimental detalhado que permitisse o uso de um acessório de imagem infravermelha em misturas complexas, constituídas de diferentes frações granulares e de ligante asfáltico. Graças à identificação prévia de marcadores internos, foi possível observar a interação entre o ligante asfáltico proveniente do RAP e o ligante asfáltico adicionado à mistura, e acompanhar a mobilização parcial do ligante envelhecido do RAP.

1.2 Objetivos

O objetivo geral da pesquisa de doutorado é avaliar o comportamento mecânico e a durabilidade de misturas asfálticas recicladas mornas fabricadas em laboratório compreendendo os mecanismos químicos e físicos envolvidos, de modo a fundamentar as mudanças de comportamento mecânico em relação à deformação permanente, módulo complexo e vida de fadiga de ambas as técnicas. Espera-se que o estudo realizado demonstre a influência da escolha do método de fabricação morno, em substituição à técnica a quente, colocando em evidência a possibilidade de aumentar o percentual de fresado. Para tanto, foram realizados ensaios em laboratório onde as duas técnicas (reciclagem e morno) de fabricação de misturas asfálticas foram empregadas. Objetiva-se, com os resultados alcançados, auxiliar na definição de parâmetros de projeto da camada de revestimento utilizando a técnica reciclada morna e contribuir com as especificações para uso destas técnicas.

No intuito de alcançar o objetivo principal, são listados os seguintes objetivos específicos:

- i) Avaliar o desempenho mecânico das misturas mornas recicladas a partir de ensaios de deformação permanente, módulo complexo e vida de fadiga;
- ii) Analisar a durabilidade das misturas por meio da simulação do envelhecimento das mesmas em laboratório, seguido de caracterização mecânica, a partir dos ensaios de: deformação permanente, módulo complexo e vida de fadiga;
- iii) Desenvolver um protocolo de envelhecimento de misturas;
- iv) Estudar a heterogeneidade do RAP e de misturas asfálticas contendo RAP;

- v) Um dos objetivos do estudo é a aplicação da técnica de imagem infravermelha no modo de Reflexão Total Atenuada (ATR) como método analítico que pode ser usado na análise de misturas asfálticas recicladas reais, compostas por diversas frações granulares, e teor de ligante convencionadamente encontrado em campo (em torno de 5%);
- vi) Aplicar a técnica de imagem infravermelha em modo ATR como ferramenta de análise da qualidade da mistura entre o ligante asfáltico reciclado e o ligante asfáltico novo dentro de uma mistura reciclada, em escala microscópica;
- vii) Estudo mecânico da remobilização do ligante asfáltico em misturas recicladas.

1.3 Organização da tese

O texto da tese está dividido em duas partes, sendo PARTE I referente ao estudo mecânico e a PARTE II referente ao estudo químico. Além disso, foi inserido um capítulo onde são apresentados alguns estudos preliminares realizados, essenciais ao desenvolvimento do trabalho: caracterização do RAP, desenvolvimento do protocolo de envelhecimento das misturas e estudo mecânico da remobilização do ligante do RAP. O texto da tese está dividido em capítulos. E a parte experimental está dividida em duas partes, conforme detalhado a seguir:

Capítulo 1 – INTRODUÇÃO GERAL e OBJETIVOS

Capítulo 2 – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Capítulo 3 – PROGRAMA EXPERIMENTAL – PARTE I: Estudo Mecânico

Capítulo 4 – ESTUDOS PRELIMINARES

Capítulo 5 – RESULTADOS – PARTE I: Estudo Mecânico

Capítulo 6 – CONCLUSÕES E PERSPECTIVAS – PARTE I

Capítulo 7 – INTRODUÇÃO – PARTE II: Estudo Químico

Capítulo 8 – MATERIAIS E MÉTODOS – PARTE II: Estudo Químico

Capítulo 9 – RESULTADOS e DISCUSSÕES – PARTE II: Estudo Químico

Capítulo 10 – CONCLUSÕES GERAIS

Capítulo 2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Composição de misturas asfálticas

Os materiais betuminosos são associações de hidrocarbonetos solúveis em bissulfeto de carbono. São materiais aglomerantes (ou ligantes) e possuem propriedades de aderência aos agregados pétreos. Uma mistura asfáltica a quente é a combinação de agregados, ligantes e aditivos, que são usinados usando técnicas denominadas a quente. Na mistura asfáltica, os agregados representam cerca de 95% do volume total, e o ligante asfáltico cerca de 5%. Para a definição da composição de uma mistura asfáltica, são utilizados métodos de dosagem que auxiliam na escolha dos materiais (agregados, finos, ligante, aditivos); na verificação de suas propriedades; na observância do teor mínimo de ligante; verificação do comportamento mecânico requerido por norma, dentre outros.

2.1.1 Cimento asfáltico de petróleo

O cimento asfáltico de petróleo (CAP) é o produto final do refino do petróleo. É usado como ligante dos agregados minerais na fabricação de misturas asfálticas. Trata-se de um material semi-sólido, de cor marrom escura a preta, impermeável à água, visco-elástico, pouco reativo, com propriedades adesivas e termoplásticas (BERNUCCI et al., 2007).

A composição química de um cimento asfáltico depende principalmente da fonte do seu petróleo bruto (ou cru) e, em menor proporção, das técnicas de fracionamento utilizadas. Cada petróleo conduz a diferentes quantidades de resíduos de cimentos asfálticos e outras frações destiláveis. Devido a sua complexidade química, não se pode estabelecer uma fórmula química precisa do ligante asfáltico. Porém, existem técnicas de cromatografia para separação das moléculas em diferentes famílias químicas, de acordo com sua solubilidade em solventes polares aromáticos, aromáticos e não polares, conforme o método europeu das frações SARA: S de Saturados, A de Aromáticos, R de Resinas e A de Asfaltenos. O método americano, normalizado pela ASTM D 4124-09, separa nas seguintes frações: saturados, nafteno-aromáticos, polar-aromáticos e asfaltenos.

Os asfaltenos representam a fração mais pesada do ligante asfáltico. A polaridade molecular e a reatividade das frações do asfalto com o oxigênio seguem a seguinte

ordem: asfaltenos > resinas > aromáticos > saturados. Durante o processo de envelhecimento do ligante asfáltico ocorre, normalmente, uma redução no teor de aromáticos. Estes se transformam em resinas, que por sua vez (em parte) se transformam em asfaltenos. Ao final do processo, tem-se uma pequena variação do teor de saturados, uma diminuição do teor de aromáticos e um aumento no teor de asfaltenos. O aumento no teor de asfaltenos acarreta no endurecimento do ligante asfáltico. Os asfaltenos são considerados como um fator importante na reologia dos ligantes asfálticos, sendo objeto de diversos estudos. Apesar da tentativa de simplificação por fracionamento, os asfaltenos são uma mistura ainda mais complexa, onde as propriedades físico-químicas são difíceis de identificar (FARCAS, 1998).

Na França, o cimento asfáltico é especificado em classes de Penetração a 25°C de acordo com a norma NF EN 12591, que define diversas classes de ligante. No Brasil, os ligantes asfálticos também são classificados segundo sua penetração. A penetração é um ensaio empírico que consiste na determinação de quanto uma agulha padrão penetra em uma porção de ligante em condições específicas à 25°C. Dentre elas, as mais comuns na França são: 20/30, 35/50, 50/70, 70/100 e 160/220. A especificação brasileira é baseada no ensaio de penetração com quatro tipos de CAP: 30/45, 50/70, 85/100 e 150/200. Atualmente, os órgãos oficiais brasileiros classificam o CAP quanto à sua consistência por penetração à 25°C.

2.1.2 Agregados

Os materiais pétreos utilizados na construção de pavimentos podem ser naturais, artificiais ou reciclados: areia, seixo rolado, pedra britada, escória, material asfáltico fresado etc. A proporção dos agregados em misturas asfálticas gira em torno de 95% em peso. As propriedades dos agregados e o esqueleto granular influenciam diretamente a resistência à deformação permanente das misturas. Dessa forma, as características tecnológicas dos agregados devem ser determinadas antes da sua utilização na fabricação de misturas asfálticas. Deve-se garantir que o material seja homogêneo, que haja intertravamento entre os grãos e uma boa resistência ao cisalhamento de maneira a suportar às cargas e às intempéries às quais os pavimentos estão submetidos. Os agregados devem ser caracterizados com relação à granulometria, resistência à abrasão, densidade, absorção, sanidade, forma, angularidade e equivalente de areia.

De acordo com o Manual LPC Formulação de misturas asfálticas a quente (DELORME et al., 2007), os agregados selecionados devem possuir tamanhos variados para composição de uma curva granulométrica: (i) filler < 63µm; (ii) fração areia 0/2, 2/4, 4/6mm e (ii) agregado graúdo: 6/10, 10/14, 14/20mm. Devido aos custos de transporte dos produtos, também há uma necessidade de se usar agregados de fontes mais próximas possíveis ao local da execução.

2.1.3 Dosagem de misturas asfálticas

As misturas asfálticas para aplicação em camada de superfície devem obedecer alguns critérios para ter um bom desempenho. A determinação do teor de ligante de projeto varia de acordo com o tipo de dosagem utilizado e é função diversos parâmetros, tais como energia de compactação, tipo de mistura, temperatura a qual o pavimento estará submetido, dentre outros (BERNUCCI et al., 2007).

O método de dosagem mais utilizado no Brasil é o denominado método Marshall (DNER-ME 043/95), que faz uso da compactação por impacto. Apesar de ser bastante o utilizado, foi verificado que a compactação por impacto das misturas produziam amostras com densidades que não condiziam com as do pavimento em campo, e o teor de ligante escolhido com o uso do método era muito elevado. Estudos realizados sobre este assunto nos Estados Unidos resultou no procedimento de dosagem SHRP-Superpave por amassamento. O método Superpave ainda não é usado de forma generalizada no Brasil, mas pode ser encontrado em diversos trabalhos científicos desenvolvidos país (BERNUCCI et al., 2007).

Na França, utiliza-se um procedimento de dosagem que prevê ensaios específicos para o controle das propriedades das misturas. O método francês para dosagem de misturas asfálticas foi desenvolvido na década de 60 devido à necessidade da existência de um método que levasse em consideração as condições de clima e de tráfego às quais o pavimento estaria submetido. Anteriormente à concepção deste método, o mais utilizado era o Marshall, porém, por ser muito empírico, este apresentou falhas devido à grande variabilidade de constituintes, de solicitações mecânicas e de clima (BROSSEAUD, 2002).

O método francês se baseia, principalmente, nas características de desempenho da mistura, estabelecendo por meio de normas técnicas os resultados desejados em ensaios pré-estabelecidos. A melhoria de determinada característica de desempenho da mistura pode representar perda em outra característica e, por isso, o método francês considera também os diferentes tipos de misturas. Além disso, ele varia de acordo com a utilização à qual se destina a mistura, existindo normas específicas para cada tipo de revestimento. A princípio, esses documentos eram formalizados por meio de documentos técnicos do *Laboratoire Central de Ponts et Chaussées* (LCPC) e, posteriormente, foram transformados em normas francesas (NP F) (DELORME et al., 2007).

Devido ao aumento do tráfego de veículos e às maiores exigências quanto à segurança, ao conforto, à durabilidade, à manutenção etc., surgiu a necessidade da alteração dos procedimentos de formulação das misturas asfálticas. Os procedimentos se tornaram mais complexos e, atualmente, o método francês se destaca cada vez mais por possuir um método de dosagem baseado no desempenho. Nesse método, cada critério (volume de vazios, adesividade, resistência ao acúmulo de afundamentos nas trilhas de rodas, resistência à fadiga, faixa de variação do módulo) é avaliado por um ensaio tipo e comparado com valores especificados por normas sobre misturas, em função de classe de desempenho definida (BROSSEAUD, 2002).

O procedimento francês está dividido em cinco níveis de formulação (nível 0 ao 4), que são estruturados de acordo com um esquema de torre, conforme apresentado na Figura 2.1. Quanto maior o nível da torre, maior número de ensaios de verificação de desempenho da mistura são exigidos, além de abranger os ensaios relativos aos níveis inferiores a ele. Por isso, o nível de exigência deste método é maior. Estes níveis dependem do local de aplicação da mistura no pavimento (camada de rolamento, camada de ligação ou de base), do nível de solicitação ao qual estará submetida e do risco técnico que pode estar associado a isso.

Figura 2.1 – Esquema de torre do procedimento de dosagem Francês (adaptado de DELORME et al., 2007)

Ao dosar uma mistura asfáltica, é necessário conhecer as condições de utilização do pavimento e o tipo de camada onde será aplicada a mistura asfáltica. O objetivo da dosagem é verificar que ao usar uma dada curva granulométrica e um dado teor de ligante asfáltico são obtidas características conforme especificações das normas.

- **Nível 0 da dosagem: Seleção e identificação dos componentes**

O nível 0 consiste em estabelecer uma curva granulométrica e fixar um teor de ligante. Este nível é apenas de formulação e não demanda nenhum ensaio complementar. As misturas que são dosadas somente até o nível 0 destinam-se a aplicação em zonas onde não há circulação de veículos.

- **Nível 1 da dosagem: Duriez e PCG**

No Nível 1, são adicionados à formulação os ensaios de compactação por cisalhamento em prensa giratória (PCG) (NF EN 12697-31) e de dano por umidade induzida (denominado *Essai Duriez* - NF EM 12697-12, método B em compressão). A mistura asfáltica deve então atender aos limites estabelecidos por estes dois ensaios. O nível 1 é suficiente para critério de avaliação no caso de misturas sujeitas a baixo volume de tráfego (< 150 veículos pesados por dia), sem que haja a necessidade de ensaios complementares.

Os parâmetros de compactação são decisivos para a formulação das misturas. A compactabilidade vai indicar se a mistura sofrerá mudanças na sua composição ou se demais parâmetros serão modificados antes de passar para as etapas de caracterização mecânica.

- **Nível 2 da dosagem: Duriez, PCG e trilha de roda**

O Nível 2 é recomendado para camadas expostas ao risco de afundamento em trilha de roda, expostas a tráfego importante, lento e canalizado. No Nível 2, os ensaios do Nível 1 são repetidos (PCG e *Duriez*) e, são acrescentados ao processo os ensaios de afundamento em trilha de roda e de evolução da macrotextura superficial (mancha de areia).

Para o ensaio de deformação permanente devem ser consultadas as normas para a compactação de placas na mesa compactadora LPC (NF EN 12697-33+A1), bem como a norma para o ensaio de deformação no simulador de tráfego LPC (NF EN 12697-22). O ensaio consiste na passagem repetida de uma roda sobre uma amostra paralelepípeda à temperatura de 60°C. O equipamento simula a carga de um eixo de 13 toneladas. Mede-se a profundidade da deformação em função do número de ciclos. A deformação máxima aceita e o número de ciclos para que ela ocorra são normatizados de acordo com o tipo de mistura.

- **Nível 3 da dosagem: Duriez, PCG, trilha de roda e módulo de rigidez**

No Nível 3 da dosagem, o material na camada considerada tem função estrutural. No Nível 3, são realizados os seguintes ensaios de caracterização mecânica: PCG e *Duriez* (referente ao nível 1); de deformação permanente (nível 2) e de módulo complexo da mistura asfáltica (nível 3). O conjunto de ensaios inerentes ao nível 3 é previsto para misturas asfálticas a serem aplicadas em camadas que desempenham papel estrutural no pavimento. Os valores obtidos no ensaio de módulo complexo (nas condições 15°C, 10Hz ou 0,02s) são diretamente utilizados nos modelos de cálculos de dimensionamento de pavimento (BROSSEAUD, 2002).

- **Nível 4 da dosagem: Duriez, PCG, trilha de roda, módulo de rigidez e vida de fadiga**

O Nível 4 da dosagem é especificado para o caso de projetos de grandes dimensões, onde a camada de mistura asfáltica tem função estrutural e deve assegurar uma resistência à fadiga. Nível 4 da dosagem francesa engloba todos os ensaios dos níveis 1, 2 e 3, além de ser complementado pelo ensaio de resistência à fadiga da mistura. Ele é utilizado quando se trata de pavimentos muito importantes estruturalmente, como, por exemplo, de tráfego elevado e quando a camada estudada trabalha a fadiga. A Tabela 2.1 apresenta os níveis de dosagem em função da quantidade de material e de dias necessários para a conclusão de cada etapa.

Tabela 2.1 – Informações sobre a quantidade de material e de dias necessários para a conclusão de cada etapa em função do nível de dosagem

Nível de ensaio	Ensaio	Quantidade de Material	Duração		
			Preparação e operações relacionadas	Ensaio	Total (incluindo tempo p/ preparação)
Preparação / Identificação dos Componentes	D. Real mistura	5 kg / mistura	secagem + ensaio (1 dia)	1 dia	2 dias
	Granulometria	3 kg / fração granulométrica	secagem + ensaio (1 dia)	1 dia	2 dias
Nível 1	Duriez (Método B; Compressão)	20 kg (Φ 80) 40 kg (Φ 120)	secagem + mistura + ensaio (2 dias)	8 dias	10 dias
	PCG	30 kg	secagem + mistura + ensaio (2 dias)	1 dia	2 dias
Total Nível 1		40 kg a 60 kg			12 dias
Nível 2	Afundamento em trilha de roda	50kg (2 placas grandes)	confecção + cura + MEA* + ensaio (4 dias)	3 dias (2 placas; 30.000 ciclos)	7 dias
Total Nível 2		110 kg			15 dias
Nível 3	Módulo à tração direta	80 kg	confecção + broqueamento + cura + MEA + colagem + ensaio (17 dias)	4 dias (3 temperaturas; 3 ou 4 tempos de carregamento)	21 dias
	Módulo complexo	80 kg	Confecção + broqueamento + cura + MEA + colagem + ensaio (14 dias)	4 dias (1 temperatura; 3 ou 4 frequências)	18 dias
Total Nível 3		200 kg			21 dias
Nível 4	Vida de fadiga (Trapezoidal - 2 pontos)	200 kg	Confecção + serragem + cura+ MEA + colagem + ensaio (10 dias)	15 dias	25 dias
Total Nível 4		400 kg			30 dias

*MEA: Massa específica aparente

2.1.4 Prensa de Cisalhamento Giratório – PCG (NE EN 12 697-31)

O ensaio na prensa de cisalhamento giratório (PCG) é o ponto chave da dosagem de misturas asfálticas pelo método francês. Este ensaio também utilizado nos Estados Unidos por meio da metodologia Superpave, que também faz uso do compactador giratório. O ensaio PCG consiste em compactar a mistura asfáltica, dentro de um cilindro metálico, usando uma pressão 5 kN. Durante o ensaio, é possível analisar a trabalhabilidade da mistura e determinar o percentual de vazios em função da espessura da camada compactada e do número de giros. Este ensaio permite otimizar o traço da mistura asfáltica, indicando se deve haver mudanças na sua composição e avaliando os efeitos na compactação.

2.1.5 Dano por umidade induzida – ensaio Duriez (NF EN 12 697-12)

O ensaio consiste em determinar a redução na resistência à compressão simples de corpos de prova conservados submersos em água por 7 dias à temperatura de 18°C em relação aqueles mantidos ao ar à temperatura de 18 °C. Os corpos de prova cilíndricos possuem 80mm de diâmetro e são moldados por compactação estática, com pressão de 12MPa. O ensaio de resistência à compressão é realizado a 18°C, com velocidade de deformação de 1mm/s. Cada grupo de corpos de prova é submetido ao ensaio de compressão simples. A relação da resistência após imersão em água e a resistência a seco fornece uma estimativa da resistência da mistura à ação da água. A resistência a seco das misturas é uma aproximação das características mecânicas; e a compactação é um indicador complementar ao ensaio de compactação na PCG. A especificação referente a esse ensaio é o valor mínimo da relação imersão/compressão que quanto mais elevada ela for, melhor é a resistência da mistura à água. A norma francesa referente a esse ensaio é a NFP 98-251-1, a norma norte americana é a AASHTO T 283/14 ou ASTM D 4867/04 a norma brasileira é a ABNT NBR 15617-11.

2.1.6 Afundamento em trilha de roda

A resistência das misturas asfálticas à deformação sob a ação do tráfego de veículos é avaliado pelo ensaio de afundamento em trilha de rodas (NF EN 12697-22), usando o simulador de tráfego francês LPC (Figura 2.2). O ensaio consiste na aplicação de cargas repetidas (frequência: 1Hz, carga: 5kN, pressão: 6 bars) por uma roda sobre uma amostra retangular de mistura asfáltica condicionada à 60°C. O

pneu simula uma carga de eixo de 13 toneladas. A profundidade da trilha de roda é medida em função do número de ciclos (30, 100, 300, 1.000; 3.000; 10.000; 30.000) expressa em porcentagem da espessura da placa. As especificações determinam uma deformação máxima para um número de ciclos pré-estabelecido, variando de acordo com o tipo de material e com o nível de tráfego.

Figura 2.2 – Simulador de tráfego de laboratório LCPC

2.1.7 Ensaio de módulo complexo

A rigidez da mistura asfáltica é dependente da temperatura e do tempo de carregamento, que está relacionado à velocidade de circulação dos veículos. A determinação da rigidez é feita a partir do ensaio de módulo complexo, por meio de solicitação de corpos de prova trapezoidal à flexão em dois pontos.

O Módulo Complexo E^* é definido como um número complexo que relaciona tensões e deformações para materiais viscoelásticos sujeitos a um carregamento senoidal. A parte real representa a componente elástica e a parte imaginária representa a viscosa. O valor absoluto do Módulo Complexo é referido como Módulo Dinâmico $|E^*|$. Entre a tensão aplicada e a deformação resultante existe uma defasagem, originando um ângulo de fase, φ . Para materiais puramente elásticos, o valor do ângulo de fase φ é 0° e, para materiais predominantemente viscosos, o valor de φ é de 90° . As misturas asfálticas possuem valor de φ entre 0° e 90° .

Na Europa, o ensaio de módulo complexo é realizado com flexão em dois pontos, em amostras trapezoidais (2PB-TR), baseado na norma NF EN 12697-26 Anexo A.

A carga é aplicada em um conjunto de pequenas deformações, controlando-se o tempo ou a frequência, a temperatura e a variação do carregamento. O módulo é calculado para cada ensaio. A partir da equivalência entre tempo e temperatura é possível traçar a curva mestra do módulo a uma dada temperatura. O equipamento 3MC (Figura 2.3) possibilita o ensaio de duas ou quatro amostras simultaneamente. Geralmente, o ensaio é realizado na gama de sete temperaturas (-10, 0, 10, 15, 20, 30 e 40°C) e seis frequências (1, 3, 10, 25, 30 e 40Hz).

Figura 2.3 – (a) Gabaritos trapezoidais para calibração do equipamento; (b) Colagem (c) Ensaio

2.1.8 Fadiga de misturas asfálticas

O pavimento rodoviário é submetido à vários tipos de carregamentos ao longo da sua vida útil. Em determinado momento, ocorre o aparecimento de trincas, que podem ser associadas ao fenômeno da fadiga. Este fenômeno se caracteriza por um processo de deterioração estrutural do material, quando submetido a solicitação de amplitude inferior àquela que provoca sua ruptura instantânea, no primeiro carregamento, gerando trincas após um grande número de solicitações (na prática $N > 10^4$).

Um ensaio clássico de vida de fadiga realizado em laboratório consiste basicamente em submeter uma amostra a cargas repetidas, anotando o número de ciclos no momento da sua ruptura. O ensaio de fadiga, preconizado pela norma europeia EN 12-697-24 consiste em solicitar um corpo de prova trapezoidal à flexão repetida em dois pontos, no modo deformação controlada. A origem dos ensaios de fadiga de misturas asfálticas se encontra na comparação dos valores de deformação por tração e por flexão, calculadas na base da camada de mistura, com os valores de

deformações máximas suportados por um corpo de prova de mistura asfáltica em laboratório durante o ensaio de vida de fadiga (Figura 2.4).

Figura 2.4 – princípio da modelagem de um pavimento e lógica dos ensaios de fadiga de misturas asfálticas (adaptado de DE LA ROCHE, 1996)

Na França, o corpo de prova escolhido tem geometria trapezoidal e é testado em flexão em dois pontos. A deformação considerada é a deformação máxima suportada pela fibra extrema da amostra trapezoidal, no ensaio de fadiga sinusoidal com amplitude de flecha constante. Essa deformação é calculada a partir de uma flecha no topo supondo o material homogêneo (DE LA ROCHE, 1996).

O ensaio é realizado à temperatura de 10°C e frequência de 25Hz, correspondendo às condições médias às quais os pavimentos são solicitados. O ensaio prossegue até que a rigidez inicial da amostra tenha se reduzido à metade, considerando essa redução do módulo como critério convencional de ruptura.

A partir da curva de fadiga, determina-se a deformação admissível correspondente à 1 milhão de ciclos: ϵ_6 (expressa em micro deformações; $1 \mu\text{def} = 10^{-6} \text{ m/m}$). Essa deformação caracteriza o comportamento da mistura asfáltica com relação à vida de fadiga. As normas especificam um valor mínimo de ϵ_6 para misturas com função estrutural. Para um concreto asfáltico do tipo BBSG 0/10 (*Betons Bitumineux Semi Grenus*), por exemplo, o valor mínimo de ϵ_6 requerido por norma é de 100 μdef .

No ensaio de fadiga por flexão em dois pontos sobre amostras trapezoidais, um corpo de prova é submetido a uma temperatura, uma frequência de cargas e uma deformação pré-determinada. Quando a tensão aplicada para manter a carga constante é reduzida pela metade, a amostra é considerada danificada no número de ciclos obtido. A partir das diferentes duplas de carregamento e número de ciclos, é possível determinar a curva de fadiga. A deformação correspondente de 10^6 ciclos na linha de fadiga é conhecida como valor característico da resistência à fadiga (ε_6).

Os ensaios de fadiga podem ser realizados por flexão com controle de deformação, de acordo com a norma EN12697-24 + A1.. Nesse ensaio, as amostras são testadas a diferentes níveis de tensão (ou seja: o máximo da amplitude de deformação da amostra testada). De acordo com a teoria clássica das vigas, este valor é proporcional à amplitude de deslocamentos por meio de um fator geométrico. Para cada amostra testada, a vida de fadiga é tomada como o número de ciclos de carregamento necessário para reduzir a rigidez da amostra em 50% (Bodin et al., 2010). O intervalo de amplitude de deformação é fixado para atingir a vida de fadiga entre 10^4 e 10^6 ciclos de carregamento, conforme especificado em EN12697-24 + A1.

A uma frequência fixada f e uma dada temperatura θ , as leis de fadiga são ajustadas por regressão linear em um gráfico em escala *log-log* da vida de fadiga *versus* amplitude de carregamento (Figura 2.5) expressa como a máxima amplitude de deformação aplicada ao material (Equação 1).

$$N_F(50\%, \theta, f) = 10^6 \left(\frac{\varepsilon}{\varepsilon_6(\theta, f)} \right)^{p(\theta, f)} \quad (1)$$

Em seguida, o desempenho do material é expresso pelo parâmetro ε_6 , que representa o nível de carregamento que conduz a uma resistência à fadiga de 10^6 ciclos (estatisticamente). A inclinação p informa a sensibilidade da mistura asfáltica para o aumento da amplitude de deformação (BODIN et al., 2010).

A Figura 2.5 ilustra os resultados de um ensaio de fadiga representados em forma de curva de fadiga obtida para uma misturas asfáltica a partir do ensaio em flexão em dois pontos (2PB) sobre amostras trapezoidais, de acordo com os critérios da metodologia francesa EN12697 - 24 + A1.

Figura 2.5 – Curva de fadiga representado os resultados de um ensaio de fadiga (DE LA ROCHE, 1996)

2.2 Misturas asfálticas mornas

Nos últimos anos, diversos países vêm procurando novas alternativas que contribuam com as metas de redução de emissões de gases de efeito estufa, uma vez que se acredita que estes poluentes sejam os grandes responsáveis pelo aquecimento global. Dessa forma, a União Europeia começou a buscar novas maneiras de honrar tais metas, tendo sido este um grande impulso para o surgimento das primeiras iniciativas de se produzir as chamadas misturas asfálticas mornas.

As misturas asfálticas mornas (em inglês, Warm Mix Asphalt – WMA) se referem a um conjunto de tecnologias utilizadas para redução (em torno de 30 a 50°C) das temperaturas de usinagem e de compactação de misturas asfálticas convencionais (NEWCOMB, 2006; PROWELL; HURLEY, 2007). As técnicas mornas têm múltiplos interesses, contribuindo consideravelmente com a redução das emissões de fumaças, odores e gases do efeito estufa durante a fabricação e a aplicação. Além disso, elas permitem uma redução do consumo energético, devido ao fato de as temperaturas de fabricação serem mais reduzidas, não havendo diferenças perceptíveis na trabalhabilidade da mistura quando comparada às misturas asfálticas usinadas a quente. Esta técnica também traz benefícios aos trabalhadores das usinas no sentido de diminuir a exposição dos mesmos às emissões de compostos considerados nocivos à saúde; às elevadas temperaturas; e aos fumos e odores oriundos das misturas asfálticas (BARTHEL et al., 2004; NEWCOMB, 2006; PROWELL; HURLEY, 2007; MOTTA, 2011). O emprego de misturas mornas

também viabiliza a incorporação de maiores quantidades de resíduos provenientes da fresagem de pavimentos asfálticos às misturas recicladas (RAP, do inglês, *Reclaimed Asphalt Pavement*) (BARTHELET al., 2004; PROWELL; HURLEY, 2007).

Os primeiros pavimentos construídos com o uso das tecnologias WMA datam de 1995 na Alemanha e na Noruega. Em 2002, o tema passou a ser explorado nos Estados Unidos por um grupo de pesquisadores coordenados pela FHWA (*Federal Highway Administration*) em conjunto com a AASHTO (*American Association of State Highway and Transportation Officials*) e a NCHRP (*National Cooperative Highway Research Program*) (PROWELL; HURLEY, 2007). Este tema se tornou, então, uma das maiores áreas de interesse no âmbito de materiais betuminosos, sendo considerada por alguns estudiosos um potencial para ser um dos mais importantes avanços da indústria de asfalto durante os próximos anos (ACOTT, 2008).

No Brasil, alguns estudos já foram desenvolvidos abordando a temática WMA (RHODE *et al.*, 2008; MOTTA, 2011; WARGHA FILHO *et al.*, 2014), comparando o comportamento mecânico destas com misturas convencionais à luz de ensaios mecânicos como: módulo de resiliência, resistência à tração, desgaste Cântabro, resistência ao dano por umidade induzida e deformação permanente. Os resultados apresentados pelos diversos autores concluem que, geralmente, não há comprometimento. Não há comprometimento do dano por umidade induzida e da deformação permanente das misturas mornas avaliadas, desde que as condições de níveis de redução de temperatura sejam bem controladas.

Tecnologias Utilizadas na Produção das Misturas

- Aditivos Orgânicos e ceras

Os **aditivos orgânicos** atuam como redutores de viscosidade do ligante durante a usinagem, proporcionando à mistura morna melhor trabalhabilidade quando comparadas às misturas convencionais. Com o resfriamento da mistura asfáltica, estes elementos se cristalizam de modo disperso no asfalto, aumentando a rigidez do ligante e, por consequência, da mistura como um todo. Esses aditivos são vendidos na forma sólida e podem ser incorporados ao ligante ou à mistura asfáltica durante a usinagem e, em geral, não são necessárias alterações na planta da usina

para que esse tipo de processo seja realizado. Além disso, esses aditivos possibilitam a redução da viscosidade das misturas asfálticas durante a usinagem e compactação, além de um aumento da viscosidade durante a vida de serviço, proporcionando maior trabalhabilidade e maior resistência à deformação permanente da mistura. A redução de temperatura alcançada com o uso desses aditivos é da ordem de 30 a 40°C. Exemplos de aditivos orgânicos: Sasobit, Asphaltan B e Licomout BS 1000.

O Sasobit é uma cera sintética que reduz a viscosidade do ligante asfáltico a temperaturas acima de 110°C, ajudando a manter trabalhabilidade adequada em temperaturas de fabricação mais baixas. Quando o Sasobit está no estado líquido, essa modificação permite aos agregados de se moverem livremente no ligante. Quando o Sasobit resfria e cristaliza, forma-se uma estrutura de rede no ligante asfáltico. O Sasobit pode ser adicionado diretamente na mistura asfáltica dentro do tambor misturador ou pode ser incorporado ao ligante asfáltico, com dosagem recomendada de 1,5% do peso do ligante. Se houver adição de RAP, o percentual de ligante presente no RAP deve ser considerado para determinação do teor de Sasobit a ser incorporado. O uso desse aditivo possibilita o aumento de RAP na mistura reciclada para 45% ou mais (SHAW, 2007).

- Formação de Espuma

No processo com **espuma**, é feita a injeção de água durante a fase de usinagem, o que ocasiona a expansão do ligante e a queda da viscosidade da mistura. A adição de água pode ser efetuada (i) diretamente na mistura, ou (ii) por meio do uso de agregados úmidos ou (iii) de aditivos hidrofílicos. Para viabilizar o emprego do processo com espuma pode ser necessário efetuar modificações na usina, a partir da instalação de equipamentos para a injeção de água, câmaras de expansão ou alimentadores, o que leva a um investimento inicial.

O ASPHAMIN é um alumino silicato de sódio sintético, ou zeólita sintética, que é adicionada à mistura asfáltica para criar o efeito de espuma no ligante asfáltico. O WMA-FOAM é um sistema composto por dois ligantes, sendo um de menor rigidez e o outro uma espuma de ligante mais rígido que o primeiro. Esses dois ligantes são adicionados à mistura em diferentes estágios durante a usinagem.

- Aditivos químicos ou surfactantes / melhoradores de adesividade

No processo com **aditivos químicos**, esses atuam como tensoativos para garantir o total recobrimento dos agregados pelo ligante. Isso é de fundamental importância, uma vez que nas misturas mornas os agregados (e, em alguns casos, o ligante) se encontram em temperatura mais baixa. Além de melhorarem o recobrimento, esse tipo de aditivo representa também uma melhora na adesividade do agregado graúdo ao ligante. Estes produtos não alteram as propriedades de consistência do ligante, determinadas por meio dos ensaios de viscosidade, penetração e ponto de amolecimento. A incorporação do aditivo químico ao ligante pode ser feita antes ou durante a fase de usinagem. Se for feita antes (caminhão ou tanque de estocagem), deve ser mantido sob agitação até o momento do uso, dependendo da tecnologia empregada. Por ser uma técnica simples, geralmente, seu uso não requer modificações na planta da usina, não havendo, portanto, investimentos iniciais.

Os aditivos surfactantes não alteram a viscosidade do ligante asfáltico. Esse tipo de aditivo promove uma melhor molhabilidade do agregado pelo ligante, por meio da redução da tensão superficial. Os aditivos surfactantes atuam como agentes melhoradores de adesividade. Dentre os diversos aditivos surfactantes disponíveis no mercado, citam-se o francês CECABASE RT e o brasileiro Gemul da empresa Quimigel. Diversos estudos comprovam que os aditivos surfactantes não modificam a viscosidade do ligante asfáltico (MOTTA, 2011; ZHAO et al., 2011).

Estudos apontam que misturas asfálticas mornas fabricadas com o aditivo surfactante Evotherm apresentam melhor resistência ao dano por umidade induzida que misturas mornas fabricadas com a zeólita sintética Aspha-Min (HURLEY et al., 2009, SANGARD et al., 2012). Trechos experimentais construídos em Ohio, usando misturas asfálticas mornas, mostraram que o aditivo Sasobit não altera o valor de módulo LFWD (do inglês *Light Falling Weight Deflectometer*) quando comparado a uma mistura a quente, e que os aditivos Aspha-Min e Evotherm aumentam significativamente o valor de módulo LFWD (SANGARD et al., 2012).

A redução da temperatura das misturas pode contribuir com a redução do envelhecimento do ligante asfáltico por oxidação, que é mais acentuado durante a usinagem. Esta redução evita a ocorrência de alterações expressivas na composição

química do asfalto que podem aumentar sua rigidez, resultando em trincas por fadiga no pavimento de forma precoce.

2.3 Reciclagem de misturas asfálticas

A reciclagem de materiais para pavimentação surgiu devido à necessidade de proteger o meio ambiente no que diz respeito à economia de recursos naturais (agregados), aos espaços físicos (descargas), ao desperdício de energia e à redução dos gases de efeito estufa. A reciclagem consiste na reutilização dos materiais provenientes dos pavimentos ao final da sua vida útil ou cujas características se pretendem melhorar. Esta técnica possibilita o reaproveitamento de material, a redução dos gastos com construção de novos pavimentos, além de diminuir o impacto ambiental causado pelo despejo inadequado de materiais e pela exploração de jazidas. Quanto maior a taxa de incorporação de material reciclado em novas misturas, maior o benefício econômico e ambiental proporcionado, sendo uma opção sustentável para a indústria de pavimentação.

Inicialmente, o procedimento de reciclagem de pavimentos era efetuado a partir da escarificação do pavimento existente (geralmente deteriorado) e, posteriormente, levado para o processamento em usinas. Contudo, este método era inadequado, uma vez que resultava em pedaços muito grandes, impossibilitando a utilização imediata na mistura asfáltica reciclada, necessitando, assim, de quebra e de rebritagem prévias. Na segunda metade da década de 1970, surgiu um novo procedimento efetuado a partir de um equipamento especial – fresadora (Figura 2.6) – que remove a mistura asfáltica existente (geralmente deteriorada) e, posteriormente, a mistura com novos agregados e um novo ligante asfáltico.

Figura 2.6 – Fresagem no carrossel de fadiga do IFSTTAR

A operação de fresagem é usada para remover uma, ou mais, camadas do pavimento a uma dada profundidade (RE-ROAD, 2012; COPELAND, 2011). Esta técnica é constantemente aplicada como parte de um processo de restauração de pavimentos deteriorados, em especial ensejando a solução de problemas tipicamente urbanos, tais como evitar o alteamento de calçadas e da drenagem pluvial, bem como atenuar o efeito da propagação de trincas. A origem do termo fresagem remonta a técnica de desbaste ou corte de metais por intermédio de uma engrenagem motora constituída de um cortador giratório de ângulos diversos ou de várias freses, em movimento giratório contínuo (BONFIM, 2011).

Os equipamentos de fresagem devem ser adequados para a realização do serviço, de acordo com o tipo de fresagem desejado. A fresagem pode ser classificada quanto à espessura do corte (superficial, rasa ou profunda), que deve ser controlada por dispositivo adequado, a fim de se obter uma superfície uniforme; e quanto à rugosidade (padrão, fina e microfresagem). Além disso, a fresadora deve ser capaz de realizar o nivelamento automático e a precisão de corte, de maneira a permitir o controle da conformação da inclinação transversal, atendendo ao projeto geométrico (DNIT-ES 159, 2011; BONFIM, 2011).

O material asfáltico fresado, denominado Reclaimed Asphalt Pavement (RAP) (EN 13108-8), pode então ser incorporado à fabricação de uma nova mistura asfáltica. Há uma grande quantidade de técnicas de reciclagem com RAP. Esta pode ser a quente (HMA, do inglês Hot Mix Asphalt), a frio ou morna (WMA, do inglês Warm Mix Asphalt), em usina ou in loco a frio, onde a escolha da técnica dependerá da natureza do material a ser reutilizado e da destinação final do produto. O desenvolvimento da reciclagem é muito variável de um país para outro, e mesmo de uma região para outra, levando-se em consideração a distância das pedreiras de rochas maciças e a ausência de locais de descarga dos resíduos. As rodovias, ou as vias interligadas, construídas com material reciclado têm apresentado uma boa homogeneidade, qualidade e controle eficaz da construção, demonstrando uma habilidade privilegiada de se utilizar misturas recicladas com elevados percentuais (40%), possibilitando um domínio da técnica de reciclagem (BROSSEAUD, 2011).

Nos últimos anos, houve um aumento da reciclagem de misturas asfálticas, acompanhado de um aumento (menos pronunciado) da taxa de reciclagem. Nos

Estados Unidos, os pavimentos asfálticos são os materiais mais reciclados, com mais de 80 milhões de toneladas por ano, o que representa aproximadamente duas vezes mais que o total dos quatro resíduos mais reciclados, que são papéis, vidros, plásticos e alumínio (40 milhões de toneladas por ano) (PROWELL; HURLEY, 2007).

Nos Estados Unidos, considera-se rotineiro o uso de 10 a 25% de RAP em misturas asfálticas pelos Departamentos de Transportes Norte-Americanos (DOTs), contudo o uso de quantidades acima de 25% em peso de agregados é menos utilizada, pois a mistura resultante pode ser de baixa qualidade (Brown et al., 2009). Segundo dados da NCAT (2011), a média de RAP contida em revestimentos asfálticos novos ainda é baixa, girando em torno de 12% em massa da mistura asfáltica. Com o método de dosagem Superpave e com o interesse na qualidade dos pavimentos, a quantidade de RAP em misturas recicladas tem sido, em alguns estados americanos, limitada a 20% (DON BROCK; RICHMOND, 2007), a menos que o RAP seja processado. Mas o objetivo dos americanos é incorporar pelo menos 25% de RAP às misturas asfálticas, economizando mais de 71 milhões de toneladas de agregados e 21 milhões de barris de ligante asfáltico, assim como reduzindo a emissão de 1,5 milhões de toneladas de CO₂ por ano (NCAT, 2011). O desenvolvimento de métodos de reciclagem e o avanço desta técnica vêm sendo consolidado pouco a pouco.

Na Alemanha, os princípios de reciclagem são considerados como um modo de vida há vários anos, reciclando entre 80 e 90% do total de RAP disponível, diferentemente da Itália que recicla em torno de 20%. Na França, a quantidade de misturas asfálticas a quente e mornas produzidas em 2013 é da ordem de 35 milhões de toneladas. A cada ano, são geradas em torno de 7 milhões de toneladas de RAP, seja por meio de fresagem ou de desconstrução. Pesquisas realizadas em 2010 e em 2013 mostraram que houve um aumento da proporção de RAP que foram empregadas em novas misturas a quente, passando de 40 para 64% em apenas três anos (EAPA, 2010 e EAPA, 2013), conforme apresentado na Tabela 2.2 e na Tabela 2.3.

Tabela 2.2 – Distribuição de toneladas anuais (em milhões de toneladas) relativa à produção de misturas quentes e mornas, à disponibilidade de RAP e sua utilização em novas misturas.

	Alemanha	França	Itália	Turquia	EUA
Produção de HMA e WMA (milhões de toneladas)	45	30,8	29	35,3	327
RAP disponível (milhões de toneladas)	14	7,1	11,0	2,42	66,5
% de RAP disponível utilizado nas reciclagens quente e morna	82	40	20	19	84
% de RAP disponível utilizado nas reciclagens a frio	18	Sem dados	Sem dados	81	12
% de novas misturas HMA e WMA com adição de RAP	60	Sem dados	Sem dados	10	Sem dados

Fonte: EAPA – ASPHALT IN FIGURES, 2010

Tabela 2.3 – Distribuição de toneladas anuais (em milhões de toneladas) relativa à produção de misturas quentes e mornas, à disponibilidade de RAP e sua utilização em novas misturas.

	Alemanha	França	Itália	Turquia	EUA
Produção de HMA e WMA (milhões de toneladas)	41,0	35,4	22,3	46,2	318,1
RAP disponível (milhões de toneladas)	11,5	6,9	10,0	1,2	69,0
% de RAP disponível utilizado nas reciclagens quente e morna	90	64	20	3	92
% de RAP disponível utilizado nas reciclagens a frio	10	Sem dados	Sem dados	96	8
% de novas misturas HMA e WMA com adição de RAP	Sem dados	>65	Sem dados	1	Sem dados

Fonte: EAPA – ASPHALT IN FIGURES, 2013

2.3.1 Tipos de reciclagem

Diversas técnicas podem ser usadas na reciclagem pavimentos asfálticos, podendo ser classificadas de acordo com as temperaturas de produção e com o local de fabricação da mistura asfáltica: reciclagem a quente (HMA, Hot Mix Asphalt); reciclagem morna (WMA, Warm Mix Asphalt), reciclagem a frio, reciclagem em central ou *in situ*. O presente trabalho trata da combinação das técnicas reciclagem morna em central.

O desenvolvimento da reciclagem em usina necessitou – e ainda requer – importantes investimentos por parte das empresas, para adaptar e complementar o material, desenvolver plataformas de estocagem para os materiais a serem reciclados, organizar os circuitos de coleta, estudar as dosagens, e colocar em prática os controles de qualidade adequados. No Brasil, o Instituto de Pesquisas Rodoviárias – IPR/DIREX preparou uma norma visando estabelecer a sistemática a ser empregada na execução e controle da qualidade dos serviços de fresagem a frio

de pavimentos asfálticos de rodovias federais (DNIT-ES 159, 2011). A seguir, é apresentada uma breve descrição dos principais tipos de reciclagem em uso atualmente:

- Reciclagem a quente:

A reciclagem a quente é definida como um processo de correção da superfície do pavimento asfáltico. Ela consiste na remoção mecânica da superfície asfáltica, através de aquecimento e consequente amolecimento (fresagem a quente). No caso da reciclagem a quente *in situ*, a superfície removida é misturada com o ligante asfáltico, agregados virgens, e agentes rejuvenescedores. Após este processo, a mistura reciclada é recolocada sobre o pavimento remanescente. Na reciclagem a quente em central, o material fresado é transportado à central, onde é armazenamento até que ocorra o procedimento de reciclagem.

- Reciclagem a frio:

A reciclagem a frio ocorre quando o reprocessamento dos materiais de pavimentação é feito sem o dispêndio de energia para o aquecimento dos mesmos. Nesta técnica podem ser utilizados materiais betuminosos (emulsão asfáltica), agregados, agentes rejuvenescedores ou estabilizantes químicos. A mistura final é utilizada como camada de base, sobre a qual deve ser aplicado um revestimento do tipo tratamento superficial ou uma mistura asfáltica nova a quente, antes de ser submetida à ação direta do tráfego. **A reciclagem a frio em usina** pode ser realizada em usinas estacionárias, valendo-se das usinas de solos, que recebe o material fresado e o processa com a adição de material de enchimento, caso necessário, e agente rejuvenescedor emulsionado. Também podem ser utilizadas usinas móveis, que podem produzir misturas com material virgem ou material proveniente de fresagem. Essa técnica é muito utilizada em países europeus e a porcentagem de reaproveitamento do material fresado pode atingir cerca de 90%. Também podem ser utilizadas usinas móveis, que podem produzir misturas com material virgem ou material proveniente de fresagem. **Na reciclagem a frio "in situ" com incorporação de espuma de asfalto**, a mistura é reciclada no local com o emprego de equipamento do tipo fresadora-recicladora. Utilizam-se materiais do pavimento existente, agregados adicionais (eventualmente), ligante asfáltico na forma de espuma, material de enchimento e água em proporções definidas em

laboratório. São realizados os processos de mistura, espalhamento e compactação, de maneira a compor uma nova camada de base. Esta mistura pode ser aplicada em pavimentos que apresentam trincas devido à idade do revestimento, pavimentos com diversos recapeamentos sucessivos ou com problemas de drenagem entre as camadas originais e de reforço. Pode ser usada como *binder* e como base no caso de recapeamento. Apresenta vantagens econômicas quando comparadas a misturas do tipo CA. Evita bota-fora, melhora a relação custo-benefício, proporciona rápida execução e pouca interferência no tráfego. Porém, várias obras viárias não são adequadas à reciclagem do pavimento a frio. Este tipo de reciclagem não é recomendado para pavimentos que apresentem problemas no subleito, para regiões onde o frio e a umidade são elevados, para revestimentos asfálticos com espessura inferior a quatro centímetros.

- Reciclagem de camadas do pavimento:

Finalmente a reciclagem incorporando as camadas do pavimento, com a camada asfáltica do revestimento, com ou sem adição de novos materiais, produzindo uma nova camada de base estabilizada tem sido indicada na reabilitação de pavimentos deteriorados. Esta técnica nada mais é que uma variação do método de reciclagem a frio, diferenciando-se deste pelo fato de se incorporar diferentes tipos de aditivos tais como: cal hidratada; cimento, agregados, emulsões, agentes químicos (por exemplo: polímeros e fibras sintéticas), etc.

2.3.2 Limitações da reciclagem do RAP

2.3.2.1 *Superaquecimento do RAP*

Além da heterogeneidade, o aquecimento do RAP para reciclagem em taxas acima de 25% também é motivo de limitações do seu uso. No processo de reciclagem, quando o RAP é incorporado em taxas reduzidas, seu aquecimento se dá por transferência de calor a partir do agregado natural para o RAP. Em taxas elevadas, esse procedimento torna-se inviável energeticamente, pois se deve superaquecer o agregado natural (acima de 250°C ou mesmo 300°C). Além disso, este superaquecimento pode degradar superficialmente certos tipos de agregados (calcário, por exemplo), produzindo ultrafinos (BROUSSEAUD, 2011).

A questão da temperatura de aquecimento dos componentes da mistura requer adaptações nas usinas de modo a aumentar a produtividade e reduzir o envelhecimento do ligante durante a usinagem. As modificações a serem efetuadas podem ser a partir da construção de usinas Drum Mixer contra fluxo, ou aquecimento do RAP por micro-ondas e a separação do fresado em frações, para maior controle da graduação e do aquecimento seletivo do RAP (OLIVEIRA et al., 2012).

Para reduzir o consumo de energia durante o processo de reciclagem, é preciso reduzir a temperatura de fabricação da mistura. Para tanto, técnicas de misturas asfálticas mornas (WMA) podem ser utilizadas, facilitando ainda a incorporação de maiores percentagens de RAP, por meio da redução da temperatura (de 30 a 50°C) durante a produção de misturas.

2.3.2.2 *Heterogeneidade do RAP*

Para a reciclagem usando percentuais elevados (acima de 20%), a verificação da homogeneidade do RAP disponível é essencial e necessita de diversos controles. Os problemas relacionados à heterogeneidade da mistura reciclada podem ser divididos em três grupos: 1) heterogeneidade do RAP; 2) grau de mistura entre o RAP e os novos materiais (escala macroscópica); e 3) grau de mistura entre o ligante do RAP e o novo ligante (escala microscópica), que pode não ter ocorrido caso o ligante asfáltico do RAP não tenha sido remobilizado.

Sabe-se que o ligante asfáltico contido em uma mistura é distribuído entre os grãos de acordo com a superfície específica dos mesmos, que é a relação entre a área total da superfície dos grãos e sua massa. Dessa forma, a parte fina de uma mistura é mais rica em ligante que a parte mais graúda, devido a maior superfície específica dos finos. Então, os erros de amostragem do RAP estão ligados não só ao esqueleto granular da mistura reciclada resultante, mas também ao teor de ligante final. Em vista disso, o destorroamento e o fracionamento do RAP podem proporcionar maior controle na dosagem da mistura reciclada.

Em seu trabalho, Oliveira et al. (2012) dividiu o RAP em frações graúda e miúda. A parte graúda foi aquecida juntamente com o agregado virgem (200°C), enquanto que a fração miúda foi introduzida na mistura à temperatura ambiente (em torno de 25°C). Este procedimento foi usado de modo a reduzir o envelhecimento do ligante

contido no RAP, que está predominantemente na fração miúda. O estudo demonstra que uma adequada desagregação do RAP contribui para a maior retirada dos finos aglomerados às frações graúdas, sendo menor a quantidade de ligante asfáltico envolvendo a fração graúda do RAP. O procedimento de desagregação proposto consiste em aquecer o RAP a 100°C, inserir este material em um misturador de laboratório e, em seguida, efetuar o fracionamento na peneira de abertura 8 mm. Dessa forma, a quantidade de ligante envelhecida durante o aquecimento da fração graúda será reduzida. Os referidos autores ressaltam que a simples separação dos materiais em frações graúdas e miúdas não é tão eficiente e depende da abertura da peneira escolhida, alegando que determinadas peneiras podem reter elevadas quantidades de aglomerados de partículas finas (OLIVEIRA et al., 2012).

A origem do RAP também deve ser levada em consideração. Geralmente, dentro de uma mesma pilha de RAP, em usinas de asfalto, encontram-se materiais provenientes da fresagem de diferentes trechos. Dessa forma, diversos tipos de agregados e de ligantes podem estar presentes em uma mesma mistura reciclada, podendo ocasionar incompatibilidade entre os componentes dentro da mistura. Portanto, cuidados especiais devem ser tomados na caracterização, no controle e no reuso do RAP.

De acordo com Valdés et al. (2011), o uso de 60% RAP na preparação de misturas é viável tecnicamente. Porém, é imprescindível caracterizar e manusear as pilhas de RAP adequadamente de modo a evitar misturas muito heterogêneas. A análise de amostras de RAP revela variabilidade no teor de ligante e na análise granulométrica, sendo superior para as frações graúdas. Então, a divisão do RAP em várias frações e o uso de maior percentual das frações finas do RAP resulta em menor variação (VALDÉS et al., 2011). A variabilidade no teor de ligante e na granulometria é reduzida por meio da preparação de misturas usando RAP fracionado e estocado em diferentes frações (DON BROCK; RICHMOND, 2007).

Colbert e You (2000) investigaram a influência do fracionamento do RAP no comportamento quanto ao módulo de resiliência e ao módulo dinâmico de misturas asfálticas contendo RAP. Concluiu-se que adição de RAP aumenta o módulo de resiliência.

2.3.2.3 Remobilizacao do Ligante do RAP

Existem três posições conceituais que podem ser levadas em consideração para materiais betuminosos contendo RAP (DOYLE; HOWARD, 2010):

- i) Agregado negro – considera que todo o RAP atua como um agregado dentro da mistura reciclada, e que 0,0% do ligante é remobilizado
- ii) Mistura completa – considera que ocorre uma mistura completa entre o ligante do RAP e o ligante asfáltico virgem adicionado, ou seja, todo o ligante contido no RAP se torna fluido, sendo remobilizado durante a reciclagem.
- iii) Parcialmente utilizado – uma parte do ligante proveniente do RAP é reutilizado na nova mistura levando-se em consideração diversos fatores, incluindo as propriedades de envelhecimento do ligante, a temperatura, o tempo de envelhecimento e os aditivos.

A especificação Superpave, por meio da norma AASHTO M 323-07, não recomenda modificações para projetos de misturas com menos de 15% de RAP. Entre 15 e 25% de RAP, a especificação aconselha o uso de um ligante virgem com baixa viscosidade. Para a incorporação de RAP em quantidades superiores a 25%, a norma sugere o uso de gráficos de mistura (*blending charts*), com o objetivo de indicar o grau de desempenho (PG – *Performance Grade*) que o ligante virgem deve apresentar para ser utilizado na mistura reciclada.

O estudo realizado por Doyle e Howard (2010) mostra que entre 67 e 87% do total do ligante do RAP é reutilizado e que os materiais mais viscosos têm menores quantidades de ligante reutilizáveis. Este estudo, mostrou que o uso de elevado teor de RAP em misturas mornas é viável, apesar de vários avanços serem necessários antes dessa utilização generalizada.

2.4 Durabilidade de misturas asfálticas quentes e mornas

Durabilidade é a medida de como as propriedades físicas de um ligante asfáltico muda com a idade (muitas vezes chamada de endurecimento). Em geral, quando um ligante asfáltico envelhece, sua viscosidade aumenta e ele se torna mais rígido e quebradiço. O endurecimento por envelhecimento é a consequência de diversos fatores, sendo os principais (KENEDY; HARRIGAN, 1990):

- i. Oxidação: reação do oxigênio com o ligante asfáltico;
- ii. Volatilização: evaporação dos constituintes mais leves do asfalto. Isto se deve, inicialmente, à temperatura e ocorre principalmente durante a produção de HMA;
- iii. Polimerização: combinação de moléculas semelhantes para formação de moléculas maiores. Este aumento das moléculas promove um endurecimento progressivo;
- iv. Tixotropia: é a capacidade de um gel de se liquefazer, à medida que lhe aplicamos uma determinada quantidade de calor ou uma força mecânica, como cisalhamento ou vibrações. Após a cessação do calor ou da força aplicada, esse mesmo gel, então liquefeito, possui a capacidade de voltar ao seu corpo original. Isso causa um aumento na viscosidade e, portanto, endurecimento. O efeito da tixotropia pode ser revertido com o calor e agitação. Misturas asfálticas com pequeno ou nenhum tráfego são geralmente associadas com o endurecimento tixotropico;
- v. Sinerese: consiste na separação entre a parte mais líquida e menos líquida do ligante. A perda de líquido endurece o ligante e é causada pela contração ou rearranjo da estrutura do ligante asfáltico, devido a alterações físicas ou químicas;
- vi. Separação: a remoção de constituintes oleosos do ligante, devido à absorção seletiva nos poros de agregados.

Com relação às misturas asfálticas, o conceito de durabilidade é a capacidade da mistura de resistir aos efeitos do ar, da água, dos raios solares e da fadiga efetuada pela circulação dos veículos. Ou seja, é a aptidão de resistir ao envelhecimento e à fadiga. Para avaliar a durabilidade devem-se verificar as propriedades da mistura antes e após sua aplicação em campo, levando-se sempre em conta as condições ambientais.

É importante estudar a durabilidade de misturas mornas e misturas mornas recicladas para obter indicadores de manutenção do desempenho e apreciar sua evolução com uma duração de décadas, e também para justificar a utilização das misturas com aditivos mornos e com o uso de reciclado, cuja durabilidade deve ser, pelo menos, equivalente a das misturas de referência.

Para abordar a durabilidade das misturas mornas recicladas, podem-se utilizar mecanismos de envelhecimento, verificando a relevância dos critérios de desempenho, bem como a relevância e confiabilidade dos métodos de simulação do envelhecimento em laboratório, visando uma modelagem do comportamento.

Diversos estudos têm demonstrado a viabilidade técnica de combinar técnicas de misturas mornas e a reciclagem (WMA_RAP), mas alguns aspectos desta combinação ainda precisam ser explorados. Um deles é a durabilidade dos materiais fabricados de acordo com a técnica morna. A durabilidade é definida aqui como a vida de um material em serviço, baseando-se tipicamente na caracterização de materiais em termos de deformação permanente, dano por umidade, módulo complexo e resistência à fadiga.

Atualmente, os ensaios mecânicos em misturas asfálticas, definidos nas normas francesa, não consideram o envelhecimento das misturas asfálticas. O fato de se ignorar os efeitos do envelhecimento em ensaios mecânicos tem como consequência o não conhecimento da durabilidade dos materiais. No caso de materiais inovadores, como misturas mornas contendo RAP, o não conhecimento da durabilidade, pode levar a limitações do seu uso.

Tarbox e Daniel (2012) avaliaram o envelhecimento a longo prazo, em estufa, sobre o módulo dinâmico de misturas contendo de 0% a 40% de RAP. Os resultados mostraram que o efeito de endurecimento devido ao envelhecimento de misturas com RAP é menor que em misturas sem RAP; e que o envelhecimento reduz o ângulo de fase das misturas asfálticas, tornando o comportamento mais elástico.

Molenaar et al. (2012) relataram que o envelhecimento a longo prazo que ocorre em campo (mais de 7 anos) resulta na diminuição significativa da resistência à fadiga de concreto asfáltico poroso (*porous asphalt concrete*). Eles também mostraram que o envelhecimento reduz a capacidade do ligante de relaxar as tensões.

Zhao et al. (2012) investigaram a resistência à deformação permanente, ao dano por umidade e à fadiga de misturas mornas contendo elevadas percentagens de RAP (0% até 50%), produzidas com uma tecnologia de formação de espuma. Os resultados mostraram que as misturas mornas com alta quantidade de RAP apresentaram maior resistência à deformação permanente, melhor resistência ao

dano por umidade e resistência à fadiga quando comparadas com misturas a quente convencionais.

A adição de RAP aumenta a rigidez e a resistência à tração da mistura; porém, geralmente resulta na redução da vida de fadiga – pelos métodos Superpave IDT e *beam fatigue tests* – quando comparadas a misturas usinadas a quente sem RAP. As propriedades das misturas mudam significativamente a partir de 30% de RAP, quando se compara a 10 e 20% (SHU; HUANG, 2008). Estes autores avaliaram a resistência à formação de trincas de misturas contendo diferentes percentuais de RAP passante na peneira de abertura 4,75mm. Foram realizados ensaios mecânicos de módulo de resiliência, creep e resistência à tração indireta; ensaio de flexão semicircular; ensaio de fadiga por flexão em vigotas. O ensaio de fadiga por flexão foi realizado no modo deformação controlada. Os agregados e o ligante foram analisados após a extração do ligante do RAP. No estudo de Huang, as propriedades do ligante do RAP variaram de acordo com suas origens. Foram verificadas as propriedades viscoelásticas dos ligantes recuperados do RAP usando o Reômetro de Cisalhamento Dinâmico (DSR). Foram fabricadas misturas variando-se o tipo de ligante, e o teor de RAP. Os ligantes utilizados são: ligante convencional PG 64-22 e ligantes modificados com SBS PG 70-22 e PG 76-22. As misturas sofreram envelhecimento de curto prazo quando (short-term aging (STA)) durante a coleta do material. Devido a isso, a metade das amostras compactadas foi submetida ao envelhecimento de longo prazo (long-term aging (LTA)) em estufa a 85°C por 5 dias, usando como referência a norma (Strategic Highway Research Program (SHRP, 1992)). A adição de RAP nas misturas asfálticas, geralmente, aumenta a resistência à tração e reduz a resistência à formação de trincas. A redução da resistência à formação de trincas foi mais evidente nas misturas fabricadas com ligante puro, sem adição do polímero SBS.

Em geral, o uso de elevados percentuais de RAP na mistura reciclada melhora a resistência à formação de trilhas de roda e aumenta a rigidez e, normalmente, o aumento da rigidez reduz a resistência da mistura ao trincamento por fadiga (VALDÉS et al., 2011).

O estudo de WMA é algo relativamente recente, mas o estudo desta técnica combinada ao uso de RAP em quantidades elevadas (acima de 25%) é considerado

a vanguarda da pesquisa e do desenvolvimento de materiais para pavimentação (DOYLE; HOWARD, 2010). Diversos estudos têm mostrado a viabilidade técnica da combinação WMA e RAP, mas alguns autores afirmam que avanços precisam ser realizados para a produção deste tipo de mistura em grande escala (MALLICK et al., 2008; COPELAND et al., 2010; DOYLE e HOWARD, 2010).

Apesar das vantagens trazidas pela combinação de WMA e RAP (redução do consumo de energia e das emissões de poluentes, uso do material fresado existente), existem ainda inúmeras questões de caráter técnico a serem compreendidas: (i) percentual de ligante que é remobilizado do RAP e misturado ao novo ligante; (ii) durabilidade e desempenho mecânico; (iii) efeito dos aditivos para a produção de misturas mornas, (iv) redução do envelhecimento do ligante asfáltico novo e do ligante antigo durante a usinagem e compactação, (v) carência de um método de dosagem que faça uma relação entre o uso das técnicas.

Mallick et al. (2008) mostraram que é possível produzir misturas asfálticas mornas contendo 75% de RAP, usando 1,5% do aditivo Sasobit H8 (percentual em relação ao peso total de ligante). Foram analisados parâmetros de volume de vazios, resistência à tração à -10°C, afundamento em trilha de roda a 60°C, e módulo a 0°C, 25°C e 40°C, e comparados aos de misturas convencionais.

As misturas mornas recicladas podem apresentar volume de vazios similares ao de misturas virgens produzidas com temperaturas convencionais. A rigidez de misturas recicladas, medidas usando um ensaio de módulo não destrutivo, é susceptível de ser afetada pela rigidez combinada dos ligantes antigo e novo. Dessa forma, um ligante novo apropriado, misturado à quantidade correta de aditivo para mistura morna, é capaz de regenerar o ligante do RAP para um nível em que a rigidez da mistura será comparável ao de uma mistura virgem (MALLICK et al., 2008).

Copeland et al. (2010) produziram mistura morna reciclada com 45% de RAP, usando técnica de mistura asfáltica morna com espuma. Este foi a primeira produção em grande escala autorizada pelo DOT da Flórida usando mistura morna com elevado teor de RAP. Foram produzidas misturas recicladas a quente (HMA-RAP) e morna (WMA-RAP) para comparação por meio de ensaios de determinação do PG do ligante, módulo dinâmico e flow number das misturas.

A mistura reciclada morna (WMA-RAP) apresenta menor flow number que a mistura reciclada a quente (HMA-RAP), indicando que a mistura HMA-RAP pode apresentar melhor resistência ao afundamento em trilha de roda que a mistura WMA-RAP. Além disso, a mistura WMA-RAP é ligeiramente menos rígida que mistura HMA-RAP, especialmente em temperaturas intermediárias (COPELAND et al., 2010). Comparações de medidas do módulo dinâmico indicam que, usando o modelo de predição de Hirsch e Witczak, ocorre uma mistura completa entre ligante do RAP e o ligante novo na mistura reciclada quente HMA-RAP. Porém, ocorre uma mistura incompleta entre ligante do RAP e ligante novo na mistura reciclada morna WMA-RAP (COPELAND et al., 2010).

2.5 Envelhecimento de misturas asfálticas

Para a construção durável e sustentável de pavimentos asfálticos, muitos elementos têm um papel importante, sendo um deles o comportamento do envelhecimento da mistura asfáltica. A existência de um procedimento para simular o envelhecimento de misturas é importante na avaliação do desempenho das mesmas em longo prazo (BEUVING; SOUTHERN, 2012). Para o envelhecimento artificial de misturas asfálticas, alguns métodos são disponíveis na literatura, conforme apresentado na Tabela 2.4 e na Tabela 2.5. A Tabela 2.4, adaptada de JUNG et al. (2006), apresenta métodos para o envelhecimento de ligantes e misturas asfálticas em laboratório. Na Tabela 2.5, encontram-se métodos somente para envelhecimento de misturas. O procedimento básico é envelhecer as misturas e, em seguida, verificar o efeito do envelhecimento nos principais parâmetros dos materiais, tais como rigidez, viscosidade e resistência (AIREY, 2003).

Tabela 2.4 – Métodos para o envelhecimento de ligantes e de misturas asfálticas (JUNG et al., 2006)

Ligante	Condições de envelhecimento	
SAFT	163°C, 1atm, 35 min	Curto Prazo
PAV	100°C, 2,1MPa, 1mm filme fino, 20 horas	Longo Prazo
PAV*	90°C, 2,1MPa, 1mm filme fino, 16, 32 horas	
ER (ambiente a 60°C)	60°C, 1atm, umidade relativa de 50%, 0,86mm filme finos, 0, 3, 6 e 9 meses	
Misturas	Condições de Envelhecimento	
PP2 (AASHTO PP2)	135°C, 1atm, 4 horas	Mistura solta
ER (ambiente a 60°C)	60°C, 1atm, 60% umidade relativa, 0, 3 e 6 meses	Compactada

Tabela 2.5 – Métodos para o envelhecimento de ligantes e de misturas asfálticas (adaptado de AIREY, 2003)

Método de Ensaio	Temp. (°C)	Duração	Amostra – Tamanho	Características Extras
Production ageing (VON QUINTAS, 1988)	135	8, 16, 24, 36h	Mistura solta	-
SHRP short-term oven Ageing (STOA)	135	4h	Mistura solta	-
Bitutest protocol (SCHOLZ, 1995)	135	2h	Mistura solta	-
Ottawa sand mixtures (PAULS; WELBORN, 1952)	163	Vários períodos	50 X 50 mm ²	-
PLANCHER et al.(1976)	150	5h	25 X 40 mm ² φ	-
Ottawa sand mixtures (KEMP; PRODOEHL, 1981)	60	1200h	-	-
HUGO; KENNEDY (1985)	100	4 ou 7 dias	-	Umidade relativa 80%
Long-term ageing (VON QUINTAS, 1988)	60	2 dias	Compactada	0,7MPa-air
SHRP long-term oven Ageing (LTOA)	85	5 dias	Compactada	-
Bitutest protocol (SCHOLZ, 1995)	85	5 dias	Compactada	-
KUMAR; GOETZ (1977)	60	1, 2, 4, 6,10 dias	Compactada	Air at 0,5mm of water
Long-term ageing (VON QUINTAS, 1988)	60	5 a 10 dias	Compactada	
Oregon mixtures (KIM et al., 1986)	60	0, 1, 2, 3, 5 dias	Compactada	0,7MPa-air
SHRP low pressure oxidation (LPO)	60 ou 85	5 dias	Compactada	Oxygen-1,9l/min
KHALID; WALSH (2000)	60	Até 25	Compactada	Air-3 l/min
PAV mixtures (KORSGAARD,1996)	100	72h	Compactada	2,07 MPa-air

O método proposto no âmbito do RILEM TC-ATB (grupo de trabalho TG5) tem o objetivo de reproduzir o envelhecimento da mistura asfáltica até o final da sua vida de serviço, quando a mistura é fresada. Este procedimento destina-se a avaliar o potencial de reciclagem da mistura por meio da produção de RAP em laboratório. Então, para o envelhecimento de curto prazo, a mistura solta é inserida em estufa ventilada a temperatura de 135°C por quatro horas. No de longo prazo, a mistura continua em estufa na temperatura de 85°C durante nove dias (DE LA ROCHE et al., 2010).

Para o envelhecimento das misturas asfálticas em laboratório, existe também a câmara *SUNTEST XXL+* de envelhecimento acelerado. Esta câmara pode simular o que ocorre em campo por meio da aplicação de raios ultravioleta e intempéries sobre misturas asfálticas compactadas (Figura 2.7).

Figura 2.7 – Câmara Suntest XXL+ do IFSTTAR-Nantes

Liang e Liew (1996) simularam o envelhecimento em curto prazo em amostras compactadas em estufa (8h a 135°C). Em seguida, usou as mesmas amostras compactadas em estufa ventilada (dois dias a 60°C) seguido de aumento de temperatura para 107,2°C por cinco dias. Liang e Liew (1996) constataram que o envelhecimento de curto prazo aumenta a rigidez dos dois ligantes (envelhecidos das duas formas), embora o aumento tenha sido menos pronunciado para os modificados por borracha. As misturas com ligante convencional mostraram-se mais susceptíveis a mudanças de comportamento mecânico após os ciclos de envelhecimento. O ensaio de tração indireta mostrou que as misturas ficam mais resistentes após os envelhecimentos de curto e de longo prazo.

No Brasil, Santana-Greco e Fabbri (2004) simularam o envelhecimento de curto prazo conforme procedimento AASHTO PP2 (mistura solta em estufa por 4h e 135°C). O envelhecimento de longo prazo foi feito de duas maneiras: CPs Marshall condicionados em estufa a 85°C durante cinco dias; e CPs Marshall deixadas ao relento durante quatro meses, sendo invertidos e girados em 90°C a cada semana. Constatou-se que o envelhecimento a curto e em longo prazo, bem como a adição de modificadores tornam as misturas asfálticas mais resistentes à deformação permanente, quando se trata do ensaio de *creep* dinâmico. Babadopulos (2014) envelheceu misturas nas seguintes configurações: dois dias a 85°C; dois dias a 135°C e 45 dias a 85°C.

2.6 Interação entre ligante envelhecido e ligante novo em misturas recicladas

A literatura apresenta diversas pesquisas que contribuíram com o entendimento da reciclagem de misturas asfálticas e as consequências no comportamento mecânico (AL-QADI; ELSEIFI; CARPENTER, 2007; AURANGZEB et al., 2014; BENNERT; DANIEL; MOGAWER, 2014; COPELAND, 2011; COPELAND et al., 2010; DONY et al., 2013). A eficiência da mistura entre o ligante asfáltico proveniente do RAP e o ligante asfáltico novo também foi amplamente explorada nos últimos anos, por meio do uso de diferentes técnicas de análise, tais como: imagem Fourier Transform Infrared (FTIR) com Reflecância Total Atenuada (ATR) usando um cristal de germânio (EL BÉZE, 2008); microscopia sob luz branca e ultravioleta (NAVARO et al., 2012); técnica de X-ray Absorption Near Edge Structure (EL BÉZE et al., 2012); Microscopia de força atômica (NAHAR et al., 2013); efeito dos diferentes métodos de mistura e diferentes tamanhos de RAP na rigidez de misturas recicladas, usando indirect tensile stiffness test (ITSM) (NGUYEN, 2013); Cromatografia por permeação em gel (GPC) e espectroscopia FTIR para investigação das diferenças entre a mistura virgem, RAP coletado do campo, e a mistura de RAP (BOWERS et al., 2014).

Devido à heterogeneidade do RAP, inúmeras variáveis são encontradas no procedimento de reciclagem. Em vista disso, alguns pesquisadores (EL BÉZE, 2008 e NGUYEN, 2009) resolveram estudar o fenômeno de mistura entre ligante do RAP e ligante novo utilizando misturas asfálticas envelhecidas artificialmente em laboratório, simulando um material que foi fresado. O uso de misturas envelhecidas, aqui denominadas RAP artificial, apresenta vantagens porque permite um maior controle da mistura reciclada estudada, desde a seleção dos materiais até o seu envelhecimento; ao contrário de um RAP real que é mais heterogêneo e muitas vezes não se conhece sua origem, o método de fabricação e nem o tempo que ficaram expostos em campo. Portanto, encontra-se na literatura a utilização de métodos de envelhecimento de misturas em laboratório, fabricação de misturas asfálticas modelo, adição de pigmentos, de ligante asfáltico de cor clara, técnicas de imagem, dentre outros artifícios que são abordados adiante.

Para verificar o nível de homogeneidade da mistura entre ligantes, técnicas de microscopia podem ser utilizadas a partir do mapeamento da distribuição espacial

dos marcadores característicos, que são bandas de absorção exclusivas de determinado material, presentes no ligante novo e no ligante do RAP (EL BEZE, 2008, NAVARO, 2011). O mapeamento das distribuições dos marcadores pode ser feito usando a raios X, a microespectroscopia de absorção de Raios X (XANES) ou a imagem infravermelha por reflexão total atenuada (ATR). Para cada uma dessas técnicas, uma metodologia experimental foi desenvolvida no trabalho de EL BEZE (2008), com o objetivo de adaptar a sua utilização ao estudo de misturas asfálticas modelo.

El Beze (2008) estudou o fenômeno de recobrimento duplo, verificando o filme de ligante asfáltico que recobre os agregados. Fabricaram-se misturas recicladas modelos, contendo RAP artificial e ligante asfáltico novo. Não houve uso de agregados novos. O estudo foi feito utilizando imagem infravermelha por reflexão total atenuada (ATR), a fim de diferenciar os ligantes a partir de diferenças em suas composições. Foi concluído que a mistura entre os ligantes é parcial e que o grau de remobilização do ligante do RAP depende do seu nível de envelhecimento.

Dutra (2009) estudou o recobrimento duplo usando RAP artificial para fabricação das misturas recicladas, além disso, usou um ligante de cor clara e óxido de ferro vermelho para pigmentar o ligante. O objetivo do estudo era diferenciar o ligante antigo do ligante novo por meio de tomografia (Raios X) assistida por computador. Este método permite verificar a diferença de densidade de um objeto observado, conservando uma representação tridimensional do objeto. O autor concluiu que o ligante do RAP pode ser mobilizado se as condições de mistura permitirem: tempo de mistura e temperatura de mistura. Em seu estudo, o autor apresentou somente uma temperatura e um tipo de mistura e não utilizou agregados novos.

Nguyen (2009) observou o fenômeno de recobrimento duplo produzindo em laboratório um RAP artificial, por meio do envelhecimento de placas de mistura asfáltica seguido de britagem. Em seguida, esse RAP artificial foi usado na fabricação de uma nova mistura asfáltica, usando um ligante claro, que foi pigmentado por óxido de ferro vermelho para distinguir do ligante do RAP. Em seu trabalho, Nguyen (2009) fez análises de imagens (Figura 2.8) e ensaios mecânicos para verificar o grau de homogeneidade em função do tempo de usinagem. O autor

relata que a mistura total entre o ligante novo e o ligante do RAP não ocorre durante a usinagem.

Figura 2.8 – Tempo de usinagem em laboratório: (a) 2 minutos, (b) 4 minutos, (c) 6 minutos e (d) 8 minutos (NYGUYEN, 2009)

Huang et al. (2005) avaliaram quanto do ligante do RAP é remobilizado na reciclagem contendo 10, 20 e 30% de RAP. Os materiais utilizados foram ligante novo, agregados novos grãos (retido na #n°4) e RAP fino (passante na #n°4). Inicialmente, apenas agregados e RAP foram misturados a 190°C por 3 minutos e, em seguida, separados (Figura 2.9(a) e (b)). Foi verificada redução de 11% no teor de ligante do RAP.

Figura 2.9 – Mistura de agregado virgem e RAP (a) antes da mistura seca, (b) depois da mistura seca e (c) mistura de agregado virgem, RAP e ligante virgem

Posteriormente, fabricou-se uma mistura contendo agregados novos, RAP e ligante novo e, em seguida, as frações grãda e miúda foram separadas usando a #n°4 (4,8 mm) (Figura 2.9(c)). Então, a fração miúda contendo RAP foi imersa sucessivamente, em quatro recipientes de tricloroetileno, por um período de 03 minutos cada imersão. O ligante asfáltico deixado em cada recipiente foi recuperado do solvente usando o rotavapor (EN 12697-3) e, depois, caracterizado. Concluiu-se que a viscosidade do ligante aumenta da região mais externa para a região mais próxima da superfície do agregado. Os ligantes provenientes das duas últimas imersões são mais duros e possuem propriedades próximas às do ligante envelhecido do RAP (HUANG et al., 2005).

Shirodkar et al. (2011) propuseram uma metodologia para determinar a quantidade de ligante asfáltico que é transferida do RAP para o agregado virgem em misturas recicladas contendo 25 e 35% de RAP. A fração de RAP utilizada era passante na #n°8(2,36mm) e a fração de agregado virgem era retida na #n°4(4,8mm). Essa lacuna na granulometria foi usada para facilitar a separação dos materiais após usinagem sem uso de ligante novo. O objetivo era de quantificar o ligante que é remobilizado do RAP e transferido para o agregado novo. Os agregados são pesados antes e após a mistura. A diferença entre as massas antes e após a mistura é considerada como ligante asfáltico que foi remobilizado do RAP (Figura 2.10).

Figura 2.10 – Representação do processo do recobrimento (adaptado de SHIRODKAR et al., 2011)

Embora o aumento do tempo de mistura tenha efeitos positivos na homogeneidade, a mistura completa entre o ligante do RAP e o ligante virgem, considerado na dosagem de misturas não ocorreria no processo de reciclagem. Qualitativamente, mesmo usando tempo de mistura bem maior que os convencionalmente aplicados a uma mistura não reciclada, ainda há uma proporção considerável de RAP como agregado negro. Quantitativamente, o ligante do RAP não é completamente misturado com ligante virgem, os valores de rigidez das misturas recicladas são mais baixos que os da *Complete Blending mixture*, que são as misturas onde ocorreu a homogeneização completa (NGUYEN, 2013).

Em uma mistura reciclada, se há 100% de remobilização do ligante do RAP, espera-se que os dois ligantes se misturem, formando um novo ligante homogêneo.

Ocorrendo esse fenômeno, considera-se que as propriedades do ligante em torno dos agregados novos e do agregado do RAP sejam semelhantes. Na condição 0% de remobilização, o ligante do RAP atua como o agregado, não sendo, portanto, utilizado para recobrir os agregados virgens. Nesse caso, espera-se que as propriedades do ligante em torno do agregado novo sejam semelhantes às propriedades do ligante virgem. Shirodkar et al. (2011) consideram que, inicialmente, devem-se conhecer as propriedades dos ligantes nas condições 0% e 100% de remobilização. Em seguida, utilizam-se as Equações 2 e 3 para determinar em que proporções essa remobilização ocorreu.

$$\text{Taxa de mistura} = \frac{[(I_{G^*/\text{sen}\delta})_{\text{CAP agregado virgem}} - (I_{G^*/\text{sen}\delta})_{\text{CAP agregado RAP}}]}{(I_{G^*/\text{sen}\delta})_{\text{CAP virgem}} - (I_{G^*/\text{sen}\delta})_{\text{CAPs virgem e RAP em torno do RAP, condição 0\%}}} \quad (2)$$

$$\text{Grau de mistura parcial (\%)} = 100|1 - \text{taxa de mistura}| \quad (3)$$

Navaro et al. (2012) usaram técnicas de microscopia ultravioleta, a fim de visualizar, caracterizar e medir o que ocorre dentro na mistura reciclada, entre ligante antigo e novo, durante sua fabricação. O autor usou amostras de misturas compactadas para verificar a maneira como os ligantes (antigo e novo) se misturam. Foram propostos indicadores quantitativos para caracterizar as propriedades da mistura de ligantes. Os indicadores também foram usados para quantificar a influência dos parâmetros de produção da mistura sobre a cinética de desaparecimento dos agrupamentos presentes, inicialmente, no ligante. Usou-se um microscópio do tipo BX60 / OLYMPUS e uma câmera do tipo DP50 / OLYMPUS.

2.7 Infravermelho com transformada de Fourier - FTIR

A espectroscopia infravermelha é uma técnica analítica utilizada para identificar os grupos funcionais de moléculas orgânicas e certos minerais. As moléculas são excitadas por ondas eletromagnéticas do domínio infravermelho, entre 400 e 4000 cm^{-1} . Uma vez que uma molécula absorve uma radiação eletromagnética, seu nível de energia total aumenta. De acordo com a teoria quântica, somente um quantum de radiação pode ser absorvido por uma molécula, elevando então sua energia de um nível de base a um nível excitado.

As radiações infravermelha têm uma energia suficiente para gerar translações, rotações e vibrações na molécula. Cada modo de vibração corresponde a um

comprimento de onda. Devido a isso, a análise da absorção das ondas infravermelhas em função do comprimento de onda corresponde a um espectro específico de uma molécula ou de uma estrutura molecular, e pode ser considerado como uma impressão digital desta molécula. Exemplos de espectros são apresentados nas seções a seguir.

Trata-se de uma técnica amplamente utilizada para identificar quais moléculas estão presentes em determinado material e em quais concentrações. Esta técnica, predominantemente de caracterização estrutural, detecta os movimentos vibracionais dos átomos em uma ligação química do composto que está sendo analisado. Como cada grupo químico absorve a energia vibracional de um valor específico, é possível diferenciá-los pelo espectro de infravermelho. Além disso, a técnica fornece informações sobre as interações entre esses grupos químicos.

O espectrômetro infravermelho é o instrumento que mede um espectro infravermelho, sendo o Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR) o tipo de espectrômetro mais utilizado no mundo. A partir do espectro infravermelho, podem-se obter as bandas de absorção características do ligante asfáltico. A espectroscopia FTIR para ligantes asfálticos pode ser usada como indicador de envelhecimento do ligante asfáltico, pois permite a identificação da evolução de grupos funcionais resultantes do processo de oxidação: a Carbonila (C=O) e o Sulfóxido (S=O). Os grupos C=O e S=O são relacionados às bandas de absorção em torno de 1700 cm^{-1} e 1030 cm^{-1} , respectivamente (Figura 2.11) (MOUILLET, 1998).

Figura 2.11 – Espectro FTIR de um ligante asfáltico convencional na região de 4000 a 400 cm^{-1} (MOUILLET, 1998)

Quando se analisa um espectro, a posição dos picos fornece informações sobre a estrutura da molécula na amostra. A intensidade do pico informa sobre a concentração da molécula na amostra. E, finalmente, a largura do pico é sensível à matriz química da amostra, incluindo pH e pontes de hidrogênio (Smith, 2011).

Os espectros são geralmente traçados em dois modos: Absorbância e Transmitância. As noções de absorvância e transmitância são matematicamente relacionadas uma à outra, e o programa FTIR converte uma na outra facilmente. Com esta conversão, apenas o eixo y é modificado; a posição dos picos não é afetada. Para identificar os grupos desconhecidos ou para fazer comparações entre espectros, os modos absorvância ou transmitância podem ser utilizados. A escolha é pessoal ou de acordo com o procedimento padrão que está sendo utilizado pelo operador (SMITH, 2011).

A altura e a área de um pico do espectro em modo absorvância são proporcionais à concentração das moléculas nas amostras, que pode ser determinada usando a lei de *Beer-Lambert*. Devido a isso, a unidade de absorvância pode ser usada nas análises quantitativas e, além disso, também pode ser usado em análises qualitativas. A altura dos picos no espectro em modo transmitância não é linearmente proporcional à concentração, então este espectro não pode ser usado em análises quantitativas ou subtração do espectro. Entretanto, o espectro em transmitância pode ser usado em análises qualitativas (SMITH, 2011).

A Tabela 2.6, adaptada de Jung et al. (2006), apresenta um levantamento da área de carbonila para alguns ligantes asfálticos submetidos a diversos tempos de envelhecimento (0, 3, 6 e 9 meses). São apresentadas valores de área de carbonila de ligantes puros envelhecidos em filme fino (em estufa) e de ligantes recuperados de misturas envelhecidas. Para o envelhecimento de curto prazo, as amostras de ligante puro foram submetidas ao processo SAFT (163°C, 1 atm, 35min); e as amostras mistura asfáltica solta foram submetidas ao processo AASHTO PP2 (135°C, 1 atm, 4 horas). Para o envelhecimento de longo prazo, tanto as amostras de ligante puro e quanto as amostras de mistura asfáltica (após a compactação) foram inseridas em câmara de climatização à 60°C duranre 0, 3, 6 e 9 meses (JUNG et al. (2006). A área carbonila foi determinada usando um espectrômetro Galaxy 5000 FTIR com reflexão total atenuada; e medindo-se a banda de absorção de 1650

a 1820cm^{-1} . O envelhecimento oxidativo aumenta a área de carbonila (áreas com oxigênio). Observa-se que o ligante recuperado das mistura após envelhecimento de curto prazo (AASHTO PP2) apresenta-se mais envelhecido que o ligante puro após envelhecimento de curto prazo (SAFT). Após o envelhecimento de longo prazo, o ligante puro apresenta maiores valores de área de carbonila que o ligante da mistura envelhecida.

Tabela 2.6 – Área de carbonila de ligante envelhecido (JUNG et al., 2006)

Área Carbonila – Determinada por FTIR com reflexão total atenuada (ATR)

Câmara de climatização à 60°C (meses)	*ligante puro PG 64-22 (SAFT)	**ligante mistura PG 64-22 (AASHTO PP2)	*ligante puro PG 76-22SBS (SAFT)	**ligante mistura PG 76-22SBS (AASHTO PP2)
0	0,620	0,807	0,556	0,720
3	0,857	0,927	0,914	0,891
6	0,957	0,964	1,033	0,961
9	1,138	-	1,194	1,074

*ligante puro

**ligante recuperado da mistura asfáltica

2.7.1 Análise infravermelha em reflexão total atenuada (ATR-FTIR)

O fenômeno de Reflexão Total ocorre quando o ângulo de incidência de um feixe de luz, passando de um meio mais refringente para o menos refringente, atinge o valor limite ou crítico (θ_c). A partir desse momento, o feixe de luz sofre reflexão total ou reflexão interna, retornando ao meio mais refringente com um ângulo de reflexão igual ao de incidência ($\theta_i = \theta_r$) (Figura 2.12(a)). Então, quando o ângulo de incidência atinge o valor crítico, o ângulo de refração atinge seu valor máximo de 90° , ficando rasante à superfície (Figura 2.12(b)). O ângulo limite crítico é determinado pela razão entre os índices de refração (n), conforme Equação 4:

Figura 2.12 – (a) Reflexão total e (b) Reflexão rasante à superfície

$$n(\text{maior}) \times \text{sen}L = n(\text{menor}) \times \text{sen}90^\circ \rightarrow \text{Sen}L = n(\text{menor})/n(\text{maior}) \quad (4)$$

A espectroscopia por reflexão total atenuada (FTIR-ATR) é uma técnica infravermelha específica onde amostras podem ser observadas no estado sólido ou líquido sem nenhuma preparação particular (dissolução, espalhamento sobre uma placa de KBr). No modo ATR, o feixe de luz infravermelha passa através de um cristal ATR que cobre o topo da amostra a ser analisada (Figura 2.13). A luz infravermelha incidente reflete internamente na interface cristal/amostra, formando uma onda evanescente que se propaga dentro da amostra a uma espessura de alguns microns. Quando o feixe de luz reflete, ele é então analisado em espectrometria infravermelha.

Figura 2.13 – Representação da amostra em contato direto com o cristal (Fonte: PerkinElmer)

A imagem Infravermelha no modo de Reflexão Total Atenuada (do inglês ATR: *Attenuated Total Reflectance*) é uma técnica que apresenta vantagens com relação a técnicas de microscopia Infravermelha convencionais. Trata-se de uma técnica de espectrometria infravermelha específica que pode ser utilizada para se obter espectros no infravermelho de amostras (pastas, adesivos e pó) que não podem ser analisados pelos métodos convencionais, como pastilhas ou filmes.

A espectroscopia por imagem ATR-FTIR facilita a geração de impressões digitais químicas de espécies individuais e permite o monitoramento da reação (KELES et al., 2014). Esta técnica analítica permite a obtenção de imagens químicas específicas da amostra, sem precisar de pigmentos adicionais (GLASSFORD et al., 2012). A imagem ATR-FTIR possui diversas aplicações na análise de produtos químicos e materiais. Heussen et al. (2012) usaram esta técnica para analisar a distribuição espacial de diferentes componentes químicos de capsulas revestidas com óleo. A imagem apresentada Figura 2.14 ilustra um exemplo de impressão

digital humana analisada sobre uma lâmina de vidro. Observa-se que se pode obter um espectro infravermelho de cada ponto da imagem obtida.

Figura 2.14 – Exemplo de imagem obtida – impressão digital em lâmina de vidro e espectros referentes aos pontos indicados pelas setas (Fonte: HOULT et al., *PerkinElmer life and analytical sciences, PerkinElmer*)

A espectroscopia infravermelha, em particular a imagem ATR FTIR, tem um grande potencial como dispositivo de análise para o estudo da reciclagem de misturas asfálticas, no que diz respeito à qualidade da mistura entre o ligante do RAP e o novo ligante. No contexto das misturas asfálticas, a técnica de imagem ATR-FTIR foi usada por El Béze (2008) na análise de misturas asfálticas recicladas modelo, que são compostas de agregados finos (315-500 μ m) e elevado teor de ligante (40%). O objetivo do seu estudo foi desenvolver condições experimentais dessa nova ferramenta para ser capaz de caracterizar a homogeneidade do nível de oxidação da zona asfáltica. Para tanto, foi realizado o monitoramento de certos grupos estruturais e funcionais, indicadores do nível de oxidação do ligante asfáltico.

O princípio da imagem infravermelha em modo ATR se baseia na medida da reflexão interna de um feixe infravermelho através de um cristal com índice de refração elevado em contato com a amostra. A amostra é pressionada contra um cristal ATR (de diamante, germânio ou seleneto de zinco) que é iluminado pelo feixe Infravermelho proveniente do espectrômetro FTIR. A reflexão interna no cristal cria uma onda evanescente que se propaga em alguns micros além da superfície do cristal, na superfície da amostra. Nas regiões do espectro Infravermelho pelas quais

a amostra absorve a energia, a onda evanescente é atenuada ou modificada. A energia atenuada de cada onda evanescente é retransferida ao feixe Infravermelho excitando o cristal e depois é transmitida ao detector do sistema que gera, em seguida, um espectro Infravermelho (EL BÉZE et al., 2008).

2.7.2 Dispositivo experimental de imagem infravermelha em modo reflexão total atenuada

A Figura 2.15 apresenta o dispositivo de acessório de imagem ATR e um cristal ATR com índice de refração elevado. Durante a análise, a amostra fica em contato direto com a ponta do cristal. A radiação Infravermelha do sistema de imagens FTIR entra no cristal por meio de uma superfície curva antirreflexo e é submetida a uma reflexão total interna à superfície da amostra antes de excitar o cristal por meio da superfície curva.

Figura 2.15 – Acessório para transmissão no modo ATR, mostrando a base (parte superior) e o braço do cristal ATR (parte inferior) (Fonte: PerkinElmer)

2.7.3 Avanços na distinção de agregados e ligante em misturas asfálticas modelos

El Béze (2008) conduziu um estudo em misturas asfálticas teóricas, no qual foram produzidas misturas contendo grãos de calcário (314 – 500µm) e 20% de ligante envelhecido (8 dias no PAV), recoberto com 20% de ligante novo. Para a escolha de marcadores que identificassem o ligante envelhecido na mistura reciclada, três opções foram testadas: grau de oxidação do vanádio, polímero SBS e índices de

oxidação química (ICO e ISO). Entretanto, apenas as taxas de oxidação foram usadas como marcadores em seu estudo.

O primeiro passo para a análise foi a localização das áreas contendo ligante e calcário, por meio do uso do comando *band ration image*. Este comando permitiu visualizar a distribuição de um componente (nesse caso o ligante) na amostra em relação a outro componente (o calcário). O objetivo foi localizar os marcadores da oxidação química do ligante na região asfáltica da amostra. Foi concluído que a mistura entre os ligantes (novo e envelhecido) na mistura reciclada ocorreu, mas não intensamente; sendo a mistura não homogênea. Entretanto, o fenômeno de recobrimento duplo dos grãos de RAP por uma primeira camada de ligante envelhecido, e em seguida pelo ligante novo, foi observado somente em casos isolados.

Capítulo 3. PROGRAMA EXPERIMENTAL – PARTE I

3.1 Descrição do programa experimental

O propósito desse estudo é analisar a durabilidade de misturas fabricadas combinando as técnicas WMA e RAP. A influência da quantidade de fresado nas misturas novas com o tempo e com relação ao desempenho mecânico foi avaliada por meio de ensaios mecânicos e físico-químicos sobre a mistura asfáltica final e seus diferentes componentes, dentre os quais o fresado.

Nesse estudo, a técnica de mistura morna utilizada foi o aditivo surfactante. O percentual de RAP adicionado foi de 50%. A mistura fabricada usando técnica morna e 50% de RAP foi nomeada WMA_50. Nesse estudo, comparou-se a mistura morna sem o uso de RAP (WMA_0) com a mistura usando técnica quente sem o uso de RAP (HMA_0) ou com 50% de RAP (HMA_50). O objetivo desta comparação é identificar as respectivas influências do uso da técnica de mistura morna e o uso do RAP no comportamento de novas misturas asfálticas.

Para avaliar a durabilidade desses materiais, um procedimento de envelhecimento foi aplicado nas misturas antes da realização dos ensaios mecânicos. Uma letra “a” foi adicionada ao final do nome do material envelhecido (ex: WMA_50a). Os ensaios mecânicos relacionados ao método Francês de formulação de misturas asfálticas foram aplicados. Os materiais testados, os ensaios realizados e o protocolo de envelhecimento utilizado para envelhecer os materiais artificialmente são descritos nos próximos itens.

Todas as misturas estudadas são apresentadas na Tabela 3.1, onde são destacadas as temperaturas de aquecimento dos materiais. As misturas asfálticas a quente (HMA_0 e HMA_50) foram produzidas a 160°C e as misturas asfálticas mornas (WMA_0 e WMA_50) a 130°C. O ligante asfáltico foi adicionado às misturas a uma temperatura de 160°C e o RAP foi aquecido a 110°C. A temperatura de aquecimento dos agregados naturais variou conforme o tipo de mistura fabricada, conforme indicado na Tabela 3.1.

Tabela 3.1 – Descrição das misturas ensaiadas

Especificações	Mistura Asfáltica Quente		Mistura Asfáltica Morna	
	RAP 0%	RAP 50%	RAP 0%	RAP 50%
Misturas não envelhecidas	HMA_0	HMA_50	WMA_0	WMA_50
Misturas envelhecidas	HMA_0a	HMA_50a	WMA_0a	WMA_50a
Temperatura dos agregados novos (°C)	160	210	130	150
Temperatura do RAP (°C)	-	110	-	110
Temperatura de produção da mistura (°C)	160	160	130	130

3.2 Características dos materiais

Agregados

Os agregados utilizados na fabricação das misturas são de origem gnaiss, provenientes da pedreira Brefauchet, em Rouans – França. São utilizadas três frações granulométricas: 0/2 mm; 2/6,3 mm; 5,6/11,2 mm e filler reciclado. A Figura 3.1 apresenta as curvas granulométricas de tais frações de agregados.

Figura 3.1 – Análise granulométrica dos agregados Brefauchet.

Reclaimed Asphalt Pavement – RAP

O RAP utilizado é proveniente da fresagem de uma mistura BBSG-010 da *Manège de Fatigue* (Pista experimental circular) do IFSTTAR/Centre de Nantes. Esse material foi escolhido por ter sido controlado desde o momento da fabricação até sua remoção por fresagem, garantindo maior controle da mistura reciclada final. O

agregado e o ligante contidos no RAP possuem as mesmas origens que o agregado e o ligante novo incorporado à mistura reciclada com este RAP. Essa escolha foi intencional, pois se desejou fabricar uma mistura reciclada sem variação na origem dos materiais.

Projeto de mistura

O projeto da mistura foi baseado na metodologia francesa. Foram fabricadas misturas do tipo concreto asfáltico (*betons bitumineux semi grenus* - BBSG 0/10) para ambas as técnicas HMA e WMA. O material asfáltico fresado usado nesse estudo é proveniente de uma operação de fresagem do Carrossel de Fadiga do IFSTTAR de Nantes, na França (IFSTTAR, 2013). A mistura asfáltica original é um concreto asfáltico aplicado em Janeiro de 2008 e fresado em Setembro de 2009. Ao ser fabricada para aplicação em campo, a mistura asfáltica original foi superaquecida, chegando ao local da aplicação a 180°C em vez de 160°C, o que gerou sua oxidação precoce. Uma vez fresado, o material foi estocado em pilhas no exterior do laboratório, sendo exposto às condições climáticas diversas durante alguns meses (clima ameno, porém chuvoso). O ligante recuperado do RAP, correspondente a um ligante de classe 10/20 de penetração, era originalmente classificado como 35/50, de acordo com EN 12591.

As misturas asfálticas fabricadas nesse estudo seguiram o projeto inicial usado na construção da pista que foi fresada do Carrossel de Fadiga. Os agregados utilizados são os mesmos utilizados no projeto inicial ou, pelo menos, possuem a mesma origem. O teor de ligante do concreto asfáltico é de 5,4% em massa da mistura. Para as misturas contendo RAP, o teor de ligante requerido foi adicionado para atingir o teor de ligante de projeto da mistura inicial. Para fins de dosagem, foi considerado que 100% do ligante do RAP é remobilizado. Este valor foi escolhido com base em estudos preliminares realizados em misturas reciclados (apresentados na Seção 4.3). Os agregados usados são de origem gnaiss, provenientes da pedreira *Bréfauchet*, na França.

Para a produção das misturas asfálticas, três frações de agregados foram utilizadas: 0-2mm, 2-6,3mm e 5,6-11,2mm. As misturas estudadas têm a mesma curva granulométrica de referência. A Figura 3.2 apresenta a distribuição granulométrica das misturas sem RAP (HMA_0, WMA_0, HMA_0a e WMA_0a) e com RAP

(HMA_50, WMA_50, HMA_50a, WMA_50a), onde é possível constatar que as curvas são similares. A Tabela 3.2 apresenta a composição das misturas estudadas.

Figura 3.2 – Distribuição granulométrica das misturas sem a adição de RAP

Tabela 3.2 – Composição das misturas

Materiais	Fração	Procedência / tipo	% na mistura sem RAP	% na mistura com RAP
Agregado graúdo	5,6/11,2	Brefauchet / gnaiss	46,4	18,8
Agregado miúdo	2/6,3	Brefauchet / gnaiss	18,9	15,0
Finos	0/2	Brefauchet / gnaiss	28,4	13,1
Filer		Brefauchet / gnaiss	0,9	0,0
RAP (3,2% de ligante)	8/12	Carrossel de Fadiga IFSTTAR*	0	25,0
RAP (4,5% de ligante)	4/8	Carrossel de Fadiga IFSTTAR*	0	10,0
RAP (6,2% de ligante)	2/4	Carrossel de Fadiga IFSTTAR*	0	8,0
RAP (8,5% de ligante)	0/2	Carrossel de Fadiga IFSTTAR*	0	7,0
Ligante Novo 35/50	-	Total	5,4	3,1

*Agregados Brefauchet/gnaiss e Ligante 35/50

Para a produção das misturas asfálticas mornas, foi usado um aditivo do tipo surfactante da marca CECABASE RT®. Ressalta-se que o surfactante ajuda o ligante no recobrimento dos agregados a temperaturas mais baixas, e supõe-se que não há alteração da viscosidade, nem das propriedades mecânicas do ligante convencional (OLIVEIRA et al., 2012).

O tempo de mistura dos agregados virgens dentro do misturador de laboratório foi de 30 segundos. Para as misturas recicladas, o tempo de mistura do agregado virgem

com o RAP também foi de 30 segundos. Após adição do ligante asfáltico ao misturador, o tempo de mistura foi de 02 minutos.

As misturas foram compactadas na mesa compactadora francesa, seguindo o procedimento da norma francesa NF EN 12697-33+A1. As placas de misturas asfálticas foram, então, usadas nos ensaios mecânicos de deformação permanente, módulo dinâmico e vida de fadiga. As propriedades mecânicas das amostras envelhecidas foram comparadas com aquelas das amostras não envelhecidas. Os ligantes recuperados destas misturas envelhecidas também foram caracterizados com relação à penetração, ponto de amolecimento, FTIR e Módulo Complexo no reômetro de cisalhamento dinâmico (DSR).

Características do ligante proveniente do RAP

Foram efetuadas extrações para recuperar e identificar o ligante proveniente do RAP. Ao efetuar a extração, foi verificada total eliminação do solvente e dos finos por espectroscopia infravermelha do ligante obtido. Após a extração, também são verificados o teor de ligante médio dos materiais, bem como as propriedades do ligante recuperado (penetração e ponto de amolecimento). O objetivo é verificar se o ligante do RAP é ainda um ligante no que diz respeito ao comportamento de longo prazo da mistura.

Na mistura resultante, deve-se verificar a compatibilidade entre os dois ligantes presentes: o antigo e o novo.

- Ligante adicionado → 3,1% (penetração 36 [1/10 mm] e ponto de amolecimento 53°C), de acordo com as normas EN 1426 e EN 1427, respectivamente
- Ligante do RAP → 2,3% (penetração 18 [1/10 mm] e ponto de amolecimento 63°C)
- Ligante na mistura reciclada → 5,4% (penetração 19 [1/10 mm] e ponto de amolecimento 63°C, medidas feitas no ligante recuperado da mistura. Ressalta-se que o ligante resultante pode não ser representativo da mistura total, tendo em vista que houve uma diluição no solvente homogeneizando os dois ligantes).

Temperatura de fabricação

A norma NF EN 12697-35+A1 indica a Equação (5) para a escolha da temperatura de aquecimento dos agregados novos de uma mistura asfáltica reciclada com teores até 45% de RAP. Na Equação 5, a temperatura de aquecimento do RAP é de 110°C e considera-se que a umidade do RAP é próxima a zero.

$$T_{ag} = \frac{T_{fab} - \%RAP \times T_{RAP}}{1 - \%RAP} \quad (5)$$

Em que,

- T_{ag} Temperatura dos agregados novos
- T_{fab} Temperatura de fabricação das misturas
- T_{RAP} Temperatura do RAP = 110°C
- W_r Umidade RAP = 0
- $\%RAP$ Taxa de reciclagem

A partir da Equação (5), variaram-se a taxa de reciclagem e a temperatura de fabricação, a fim de se determinar a temperatura de aquecimento dos agregados para a fabricação de misturas. Foram considerados percentuais de RAP variando de 0 a 70% e temperaturas de usinagem de 160°C (para misturas a quente, HMA), 130°C (para misturas mornas, WMA) e 120°C (WMA). A Tabela 3.3 e a Figura 3.3 confirmam a vantagem de se usar tecnologia de misturas mornas na reciclagem em taxas elevadas.

Tabela 3.3 – Temperatura de aquecimento dos agregados novos

Mistura	HMA_0	HMA_10	HMA_20	HMA_30	HMA_40	HMA_50	HMA_60	HMA_70
Tag (°C)	160	166	173	181	193	210	235	277
Tfab	160	160	160	160	160	160	160	160
Trap	110	110	110	110	110	110	110	110
%RAP	0%	10%	20%	30%	40%	50%	60%	70%
Mistura	WMA_0	WMA_10	WMA_20	WMA_30	WMA_40	WMA_50	WMA_60	WMA_70
Tag (°C)	130	132	135	139	143	150	160	177
Tfab	130	130	130	130	130	130	130	130
Trap	110	110	110	110	110	110	110	110
%RAP	0%	10%	20%	30%	40%	50%	60%	70%
Mistura	WMA_0	WMA_10	WMA_20	WMA_30	WMA_40	WMA_50	WMA_60	WMA_70
Tag (°C)	120	121	123	124	127	130	135	143
Tfab	120	120	120	120	120	120	120	120
Trap	110	110	110	110	110	110	110	110
%RAP	0%	10%	20%	30%	40%	50%	60%	70%

A Figura 3.3 apresenta um gráfico do percentual de RAP em função da temperatura de aquecimento dos agregados novos, para a reciclagem de misturas asfálticas. Percebe-se que, para as misturas usinadas a quente, a temperatura de superaquecimento dos agregados novos é sempre superior aos das misturas mornas. E essa diferença se torna cada vez mais importante com o aumento do percentual de RAP na mistura. Dessa maneira, para uma reciclagem a 50% de RAP, por exemplo, os agregados novos devem ser aquecidos a 210°C na mistura a quente, enquanto que para uma mistura morna, apenas 150°C é necessário.

Figura 3.3 – Temperatura de aquecimento dos agregados novos em função do percentual de RAP em uma mistura asfáltica reciclada

Os resultados mostram que com o uso de técnicas de misturas mornas é mais viável a reciclagem de misturas em percentuais elevados. Para uma taxa de 50% de RAP, por exemplo, devem-se aquecer os agregados da mistura HMA a uma temperatura de 210°C e a mistura WMA a 150°C. O fato de aquecer os agregados a temperaturas elevadas apresenta desvantagens não só do ponto de vista energético, mas também técnico, pois nesse caso pode haver uma queima excessiva do ligante asfáltico novo, causando mudanças nas suas propriedades. A vantagem das temperaturas elevadas é que ela garante a temperatura de mistura de projeto seja atingida e que o ligante do RAP será aquecido o suficiente para ser remobilizado. A mistura asfáltica morna traz a vantagem de se poderem reciclar percentuais elevados sem comprometer a qualidade da mistura final. Todavia, para ter o controle da temperatura dos componentes, se faz necessário o uso de usinas adaptadas que prevejam a entrada de agregados fresados longe da chama do

secador, de maneira que seu aquecimento se dê pelo contato com os agregados virgens.

3.3 Ensaios mecânicos para caracterização das misturas asfálticas

O estudo experimental foi planejado especificamente para determinar o efeito do uso de elevadas taxas de RAP em misturas asfálticas a quente e morna, em amostras envelhecidas e não envelhecidas. Para cada mistura estudada, os seguintes ensaios foram realizados, baseados no método Francês de projeto de misturas asfálticas:

- Determinação da resistência ao dano por umidade induzida (Duriez)
- Determinação da resistência ao afundamento em trilha de roda de misturas asfálticas, de acordo com a norma europeia EN 12697-22, anexo A1;
- Ensaio dinâmico para a determinação do módulo complexo, a diferentes temperaturas e frequências de carregamento, de acordo com a norma europeia EN 12697-26, anexo A;
- Ensaio dinâmico para resistência à fadiga, por carga repetida na flexão a 10°C e com frequência de carregamento de 25 Hz, de acordo com a norma Europeia EN 12697-24, anexo A.

Estes materiais poderiam ser usados como camada de rolamento; todavia as características de superfície não foram analisadas nesse estudo. Isto poderia representar um estudo complementar da durabilidade da combinação WMA e RAP.

Levando-se em consideração o desenvolvimento de técnicas de reciclagem e de técnicas mornas, foi desenvolvido um ensaio para a avaliação da durabilidade desses materiais inovadores. O ensaio consiste em realizar o ensaio de fadiga sobre misturas asfálticas envelhecidas artificialmente em estufa. O ensaio atual de fadiga das misturas é um dos ensaios que permite melhor avaliar o tempo de vida de uma camada de pavimento. Mas este ensaio acelerado é tendencioso porque o ligante das amostras ensaiadas não teve o tempo de envelhecer, conforme acontece em um pavimento verdadeiro. Portanto, é relevante adicionar uma etapa de envelhecimento antes do ensaio de fadiga, e supor que o comportamento real do material em campo se aproxima deste comportamento de fadiga após envelhecimento oxidativo.

SÍNTESE DO PROGRAMA EXPERIMENTAL – PARTE I

As misturas estudadas nesse trabalho são detalhadas a seguir. Oito misturas foram fabricadas e comparadas em termos de compactabilidade na PCG e de comportamento mecânico com relação ao dano por umidade, deformação permanente, módulo complexo e resistência à fadiga. A Figura 3.4 apresenta um fluxograma de atividades referentes aos ensaios laboratoriais nas misturas asfálticas. As misturas asfálticas usinadas a quente (HMA – em inglês *Hot Mix Asphalt*) contendo 0 e 50% de RAP são aqui denominadas HMA_0 e HMA_50. As misturas asfálticas usinadas mornas (WMA – em inglês *Warm Mix Asphalt*) contendo 0% e 50% de RAP são aqui denominadas: WMA_0 e WMA_50.

Figura 3.4 – Fluxograma referente aos ensaios em misturas asfálticas

Capítulo 4. ESTUDOS PRELIMINARES

4.1 Separação do RAP em frações granulares

O uso do RAP depende fortemente da sua homogeneidade. Então, foi decidido fracionar o RAP em quatro classes granulares, como é feito tipicamente com os agregados naturais. Este estudo mostrou que o grau de homogeneidade do RAP é fortemente mais controlado quando se trabalha fracionando-o. Um estudo preliminar abordando a separação do RAP em classes granulares é apresentado no Capítulo 5.

O material asfáltico fresado, *Reclaimed Asphalt Pavement* (RAP), é um material complexo que apresenta dificuldades para ser caracterizado, controlado e reutilizado. Acredita-se que a heterogeneidade do RAP possa afetar as propriedades da mistura asfáltica, principalmente quando a reciclagem é feita em taxas elevadas (acima de 25%). Então, ao reutilizar o RAP em uma nova mistura, é importante conhecer suas características, principalmente a curva granulométrica e o teor de ligante asfáltico.

A incorporação do RAP em taxas elevadas requer um elevado nível de homogeneidade, que pode ser alcançado por meio de uma gerência adequada do estoque. Então, o RAP deve ser fracionado para aumentar o controle da mistura reciclada, no que diz respeito à granulometria, teor e características do ligante resultante.

O RAP utilizado no presente estudo foi submetido a um procedimento de caracterização que consiste em dividir frações granulares, da maneira como se faz com agregados naturais. Inicialmente, foi usado o peneirador vibratório da marca SINEX, tipo MV15-700 para separar o RAP em três frações, usando-se as peneiras de abertura 4,00mm e 8,00mm. Em seguida, o material passante na peneira de abertura 4,00mm foi fracionado manualmente na peneira de abertura 2,00mm, obtendo-se uma quarta fração de RAP. A Figura 4.1 apresenta o momento do fracionamento.

Figura 4.1 – (a) Peneirador vibratório da marca SINEX e (b) frações obtidas

Obtiveram-se, ao final, quatro frações de RAP, denominadas 0-2 mm; 2-4 mm; 4-8 mm e 8-12 mm. A fração 0-2 mm é a fração que passa na peneira de abertura 2,0mm. No que se refere às demais partes do RAP, a fração 2-4 é passante através da peneira de abertura 4 mm, etc. Entende-se que o nome dado às frações obtidas não é o mais coerente, porque dentre os agregados presentes na fração “2-4mm”, por ex., é possível encontrar agregados de tamanhos entre 0 e 2mm, devido à presença de aglomerados de finos dentro do RAP. Apesar disso, foi decidido que esta maneira de nomear as frações era a mais adequada. A Figura 4.2 apresenta três das frações obtidas após o fracionamento.

Figura 4.2 – Três das quatro frações de RAP obtidas após fracionamento mecânico: 2-4mm, 4-8mm e 8-12mm

4.1.1 Extração e recuperação do ligante do RAP

Para analisar as propriedades do ligante presente em uma mistura asfáltica, ou para determinar o teor de ligante e a granulometria da mistura, são utilizados procedimentos para extração e recuperação do ligante. Para tanto, o ligante é separado dos agregados com o uso de solvente e, em seguida, é recuperado do solvente por destilação. A extração do ligante envelhecido é uma etapa importante na formulação de misturas recicladas com o uso de RAP. É nesse momento que se

deve escolher um método adequado para extrair e recuperar o ligante, sem alterar suas propriedades.

O *AsphaltAnalysator* Figura 4.3 é um equipamento utilizado para a extração do ligante, conforme a norma EN 12697-1, cujo objetivo é determinar o teor de ligante solúvel em materiais betuminosos. O *AsphaltAnalysator* permite a extração do ligante por meio da ação de banhos de solvente e de ultrassom. Os solventes utilizados para a extração podem ser do tipo tricloroetileno, percloroetileno ou diclorometano.

O procedimento consiste em pesar a mistura asfáltica dentro do tambor-peneira de abertura 0,063mm e, em seguida, inserir o conjunto na câmara de lavagem, onde ocorrem os banhos de solvente e de ultrassom (Figura 4.3 (b) e (c)). A quantidade de ciclos de lavagem é previamente selecionada de acordo com o tipo de material, variando de 02 a 19 ciclos. Após as lavagens, os agregados são deixados no tambor-peneira, enquanto o filer e a solução solvente/ligante são liberados para o compartimento de centrifugação (Figura 4.3(d)).

Figura 4.3 – (a) AsphaltAnalysator do IFSTTAR-Nantes (b) introdução da mistura asfáltica tambor-filtro; (c) entrada do tambor-peneira na câmara de lavagem e (d) papel filtro para recuperação do filer

Após o ensaio, o filer permanece na centrífuga, enquanto a solução solvente/ligante é liberada do equipamento *AsphaltAnalysator* por meio de uma válvula (Figura 4.4a). Quando a lavagem termina, os agregados e o filer são secos automaticamente. O solvente da lavagem pode ser reutilizado. Terminada a lavagem, são obtidos resultados de extração eficientes, recuperando-se três componentes finais: solução solvente/ligante, filer e agregados maiores que 0,063mm (Figura 4.4). Em sequência ao procedimento de extração, calcula-se o teor de ligante presente na mistura e efetua-se a análise granulométrica dos agregados.

Figura 4.4 – Final do ensaio: (a) solução solvente/ligante; (b) fíler e (c) agregados menores que 0,063mm.

Finalmente, o ligante pode ser recuperado do solvente por destilação, utilizando-se um evaporador rotativo, conforme a norma EN 12697-3. Antes desse procedimento de destilação, recomenda-se que a solução solvente/ligante seja centrifugada para se garantir a total eliminação do fíler da solução. A presença de fíler na amostra final de ligante causa alterações nos resultados de caracterização do mesmo (Figura 4.5 a, b e c).

Figura 4.5 – (a) Centrifugação da solução ligante/solvente, (b) e (c) Destilação pelo método rotavapor

As curvas granulométricas e o teor de ligante asfáltico foram determinados para o RAP completo (antes do fracionamento) e para cada uma das quatro frações obtidas. As extrações de ligante foram realizadas de acordo com a norma europeia EN 12697-1, usando o equipamento AsphaltAnalysator. Ensaio de recuperação foram realizados utilizando o equipamento rotavapor, de acordo com a norma europeia EN 12697-3. A presença de fíler e de solvente no ligante recuperado foi verificada por meio de análise no espectrômetro infravermelho.

4.1.2 Resultados da caracterização do RAP

O RAP completo e as quatro frações obtidas foram caracterizados com relação à: (i) granulometria antes e após extração do ligante; (ii) teor de ligante; (iii) penetração; (iv) ponto de amolecimento anel e bola; (v) teor de asfaltenos e (vi) FTIR. Ressalta-se que o ensaio de granulometria antes da extração do ligante não foi efetuado para o RAP completo. A amostragem em laboratório foi feita com o uso de um quarteador de laboratório, que permite dividir em duas partes representativas a totalidade de uma amostra inicial.

4.1.2.1 Granulometria do RAP

Conforme mencionado anteriormente, os ensaios de granulometria das frações foram efetuados antes e após a extração do ligante asfáltico da mistura. Os resultados obtidos são apresentados nos gráficos da Figura 4.6.

Figura 4.6 – Granulometria das frações do material fresado (% passante em cada peneira)

Na Figura 4.6, observa-se que as curvas obtidas após a extração do ligante são mais ricas em finos que as curvas antes da extração. Isto acontece porque antes da extração são encontrados “falsos” grãos, que são formados pela união de pequenas partículas com ligante asfáltico. Após a extração do ligante, estas partículas se dispersam e, portanto, a curva granulométrica fica deslocada para cima. A análise desta modificação da composição granulométrica pode ser importante na escolha da granulometria do material fresado que deve ser considerada na formulação de uma

mistura asfáltica reciclada (granulometria com ligante ou sem ligante). Ainda há dúvidas se o ligante do material fresado é 100% remobilizado ou não, quando do processo de reciclagem. No caso positivo, deve-se usar a curva sem o ligante, caso contrário, devem-se encontrar ferramentas que possam quantificar este percentual de remobilização, a fim de se escolher adequadamente a composição e a temperatura da mistura reciclada. No presente estudo, para o procedimento de dosagem das misturas recicladas, considerou-se a curva granulométrica após extração do ligante asfáltico, admitindo-se que 100% do ligante foi remobilizado. A Figura 4.7 apresenta os resultados de granulometria do RAP completo após extração do ligante. Este resultado é comparado à curva de projeto utilizada na construção da pista experimental, onde foi feita a fresagem para obtenção do RAP em questão. Observa-se que mesmo em se tratando da mesma mistura prevista em projeto, não foi possível obter exatamente a mesma composição granulométrica após fresagem.

Figura 4.7 – Granulometria do material fresado após extração do ligante

A Figura 4.8 apresenta o gráfico de recomposição do RAP completo usando as quatro frações nas quais ele foi separado. As proporções utilizadas são apresentadas na Tabela 4.1.

Tabela 4.1 – Proporções para a recomposição do RAP

	Frações de RAP			
	#5/12 RAP	#4/8 RAP	#2/4 RAP	#0/2 RAP
% para recomposição	50%	20%	16%	14%

Figura 4.8 – Recomposição granulométrica do RAP

4.1.2.2 Teor de Ligante no RAP

A Tabela 4.2 e a Figura 4.9 apresentam as características do ligante recuperado de cada fração granulométrica do RAP, bem como do ligante recuperado do RAP antes do fracionamento: penetração a 25°C (EN 1426), ponto de amolecimento anel e bola (EN 1427), teor em asfaltenos (determinado de acordo com procedimento interno do IFSTTAR) e grupos oxigenados (índice de carbonila – ICO e índice de sulfóxido – ISO), os quais caracterizam o envelhecimento do ligante. Estas espécies foram determinadas por Espectroscopia Infravermelha por Transformada de Fourier (FTIR).

Tabela 4.2 – Características do ligante presente nas quatro frações de RAP

	Ligante virgem 35/50	Ligante Recuperado RAP	Frações do RAP			
			#0-2	#2-4	#4-8	#8-12
Teor de Ligante (%)		4,8	8,5	6,2	4,5	3,2
Penetrabilidade (1/10 mm)	36	18	19	19	15	17
Intervalo de confiança +/- 3 1/10mm						
Ponto de amolecimento (°C)	53,0	63,0	61,8	62,8	64,4	64,6
Intervalo de confiança +/- 2,5°C						
Teor em asfaltenos (Ih –It)	12,1	20,2	17,8	19,0	20,0	19,4
Intervalo de confiança +/- 2,5%						
Índice de Sulfóxido (ISO)	2,5	11,6	11,9	13,2	14,5	13,4
Índice de Carbonila (ICO)	0,0	8,6	9,6	9,6	9,1	9,5

As frações mais finas são mais ricas em ligante que as frações graúdas: 8,5% de ligante na fração 0-2 mm e 3,2% de ligante na fração 8-12 mm. Na prática, se essas frações ficarem estocadas na mesma pilha, pode haver segregação, que resulta em problemas de heterogeneidade quando amostradas, não só em termos de

granulometria da mistura reciclada resultante, mas também no teor final de ligante. Esta segregação pode ser reduzida quando as partículas de uma pilha possuem tamanhos uniformes. Então, é de fundamental importância a divisão de uma pilha de RAP em pelo menos duas frações, principalmente para o reuso do RAP em elevadas taxas, para produção de uma graduação uniforme, teor de ligante e outras propriedades.

Figura 4.9 – Penetração e ponto de amolecimento do ligante recuperado do RAP completo e das suas frações

A partir dos resultados dos ensaios de penetração e ponto de amolecimento anel & bola (TBA) apresentados na Figura 4.9, não se observa grandes diferenças entre os ligantes das quatro frações de RAP. Entretanto, há uma leve tendência de endurecimento do ligante nas frações mais graúdas. Maiores diferenças de resultados são obtidas nas frações extremas. Portanto, acredita-se que a amostragem possa ter interferido nos resultados. Outra possibilidade é o calor do agregado; os grãos maiores armazenam calor por mais tempo, fazendo com que o ligante asfáltico que envolve estes grãos recebam calor durante mais tempo que o ligante da fração fina.

Com relação ao teor em asfaltenos (Figura 4.10) também se constata que o ligante das frações maiores possui maior teor, indicando maior endurecimento e, portanto, maior envelhecimento, quando comparado à fração mais fina 0-2mm. O aumento no teor de asfaltenos (fração mais pesada do CAP) acarreta no endurecimento do ligante, aumentando sua viscosidade e o ponto de amolecimento, além de diminuir sua penetração.

Figura 4.10 – Teor de asfaltenos do ligante recuperado do RAP completo e das suas frações

Apesar das tendências observadas, pode-se concluir que as propriedades do ligante asfáltico podem ser consideradas como independente das frações granulares. Esta homogeneidade das propriedades do ligante das frações do RAP pode ser devida ao fato que o RAP utilizado nesse estudo é proveniente de uma única fonte. Uma pilha de RAP composta de materiais vindos de múltiplas fontes apresentaria provavelmente maior variabilidade de resultados.

4.1.3 Recomposição do RAP – menor heterogeneidade

Uma análise estatística dos resultados em termos de teor de ligante do RAP foi realizada. Esta análise é relacionada a um estudo precedente realizado no âmbito do projeto europeu Re-Road, financiado pela Comissão Europeia (RE-ROAD 2012). O objetivo foi demonstrar que a homogeneidade do RAP recomposto de quatro frações granulares é melhor, que aquela do RAP sem fracionamento, retirado direto da pilha.

Para este estudo, 30 kg de RAP foram retirados de uma pilha. Em seguida, o material foi separado em quatro frações granulares, usando as peneiras 2, 4 e 8 mm. Finalmente, 20 amostras do material foram recompostas. O teor de ligante de cada nova amostra foi determinado, bem como a granulometria. Estes resultados foram comparados com as 8 amostras de ligante do RAP inicial (não fracionado), que foi inicialmente homogeneizado o melhor possível. A proposta foi mostrar que o desvio padrão (SD) determinado a partir das amostras recompostas é menor que o obtido para o RAP inicial (Equação 6):

$$m_{rec} \approx m_{RA}, \sigma_{rec}^2 < \sigma_{RA}^2. \quad (6)$$

A Tabela 4.3 apresenta um resumo dos resultados do teor de ligante realizados no RAP inicial e no RAP recomposto. O teor de ligante resultante foi analisado em termos de desvio padrão relativo e variação (máximo – mínimo). Foi assumido que o SD obtido é principalmente devido ao fato que o teor de ligante varia com o tamanho das partículas de agregados. Também foi assumido que o erro do teor de ligante é principalmente devido à amostragem. Em seguida, a separação das pilhas em frações granulares é o melhor caminho para garantir a consistência do esqueleto granular dentro de cada mistura reciclada com RAP.

Tabela 4.3 – Resultados obtidos para o teor de ligante do RAP

	Teor de ligante asfáltico	
	RAP inicial	RAP após recomposição
Média	4,84	5,45
Desvio Padrão	0,22	0,13
Coeficiente de Variação	4,54%	2,31%
Variação (Máximo-Mínimo)	0,67	0,47
Variância relativa	13,83%	8,63%

A comparação dos valores de Coeficiente de Variação (CV) mostra que o CV do RAP recomposto é duas vezes menor que o RAP inicial, indicando que a separação em classes granulares parece funcionar eficientemente. O CV obtido para a recomposição do RAP é similar ao obtido no programa interlaboratorial do estudo EAPIC (*Essais d'Aptitude Par Inter Comparaison*), que foi realizada em amostras rigorosamente idênticas (EAPIC, 2011). O estudo EAPIC mostrou que o CV não pode ser menor que 1.52%, que representa rigorosamente a repetibilidade do método de determinação do teor de ligante. O RAP recomposto é mais próximo a esse valor que o CV do RAP inicial. No presente estudo, é mostrado que o RAP recomposto funciona melhor experimentalmente. Mais amostras do RAP inicial deveriam ser testadas no futuro para validar este estudo estatístico.

4.2 Protocolo de envelhecimento antes dos ensaios mecânicos

Os problemas ligados ao envelhecimento dos materiais foram levados em consideração, a partir do desenvolvimento de um protocolo de envelhecimento oxidativo, baseado no protocolo proposto no âmbito do RILEM (DE LA ROCHE et al., 2010). Metade das misturas fabricadas foi submetida ao envelhecimento antes dos ensaios mecânicos, conduzindo a uma melhor avaliação da durabilidade desses materiais.

O protocolo de envelhecimento usado nesse estudo é principalmente baseado no procedimento de envelhecimento proposto no âmbito do Comité técnico do RILEM – ATB (Testes avançados em misturas asfálticas), grupo de trabalho TG5 (DE LA ROCHE et al., 2010). Este protocolo de envelhecimento visa reproduzir em laboratório o envelhecimento térmico da mistura asfáltica até o final da sua vida de serviço, quando a mistura precisa ser novamente fresada. Este procedimento foi desenvolvido para analisar o potencial da reciclagem de misturas asfálticas por meio da produção de um RAP artificial em laboratório (DE LA ROCHE et al., 2013; EAPIC, 2011).

O protocolo de envelhecimento do RILEM (DE LA ROCHE et al., 2010) é feito em duas etapas sucessivas: o envelhecimento de curto prazo e o de longo prazo. O de curto prazo tem por objetivo simular o envelhecimento da mistura durante o estoque, transporte, aplicação e compactação da mistura asfáltica. O envelhecimento de longo prazo visa à simulação do processo oxidativo que ocorre durante a vida de serviço da rodovia. O protocolo do RILEM consiste em inserir a mistura asfáltica solta em uma mistura de ar ventilado previamente aquecida a 135°C durante quatro horas (envelhecimento de curto prazo), e então a 85°C durante nove dias (envelhecimento de longo prazo) (DE LA ROCHE et al., 2010).

Nesse estudo, o protocolo do RILEM foi adaptado às condições e exigências desse trabalho: os ensaios mecânicos são realizados nas misturas compactadas, e não em misturas soltas. Foi considerado que o reaquecimento do material após nove dias envelhecido em longo prazo, visando compactar o material não é representativo do que realmente ocorre em campo. Dessa forma, o envelhecimento de curto prazo consistiu em deixar a mistura solta em estufa a 135°C durante 4h; em seguida, a

mistura é compactada na mesa compactadora é levada à estufa a 85°C durante nove dias, simulando o envelhecimento em longo prazo.

Portanto, para o estudo de durabilidade das misturas asfálticas, estas foram artificialmente envelhecidas em laboratório, seguido de análise do comportamento mecânico por meio dos ensaios de afundamento em trilha de roda, módulo complexo e vida de fadiga. Ao final dos nove dias, as amostras foram caracterizadas com relação à deformação permanente, módulo complexo e vida de fadiga. Os ligantes recuperados destas misturas envelhecidas também foram caracterizados com relação à penetração, ponto de amolecimento, FTIR e Módulo Complexo no reômetro de cisalhamento dinâmico (DSR).

4.2.1 Validação do novo procedimento de envelhecimento RILEM sobre misturas compactadas

Quando do envelhecimento RILEM adaptado aos ensaios de fadiga, compacta-se o material antes do envelhecimento de longo prazo. Deseja-se, então, saber se o material foi realmente envelhecido, uma vez compactado.

O procedimento experimental consistiu na fabricação, compactação e envelhecimento usando uma mistura asfáltica usinada a quente do tipo BBSG 0/10. Inicialmente, 20kg de mistura asfáltica foi usinada no misturador de laboratório. Ao longo do processo, essa quantidade de material (20 kg) foi sendo dividida e submetida a diferentes condicionamentos, gerando-se cinco misturas descritas da maneira abaixo. O fluxograma da Figura 4.11 ilustra o programa experimental realizado.

- E0 → mistura asfáltica após fabricação, na saída do misturador
- E1 → mistura asfáltica após 4h em estufa (mistura solta)
- E2SR → mistura asfáltica após 4h em estufa, seguidos de 9 dias (não compactada). *Método igual ao proposto no âmbito do **RILEM** (De la Roche et al., 2010).*
- E2CT → mistura asfáltica após 4h em estufa (mistura solta); em seguida compactada e finalmente 9 dias em estufa. Analisou-se o topo da mistura
- ESCM → mistura asfáltica após 4h em estufa (mistura solta); em seguida compactada e finalmente 9 dias em estufa. A amostra foi cortada e analisou-

se o **meio** da mistura. Método igual ao proposto no presente trabalho RILEM ADAPTADO.

Figura 4.11 – Fluxograma dos ensaios realizados para verificação do envelhecimento das misturas

Após os condicionamentos, o ligante asfáltico foi extraído das misturas e caracterizado com relação à penetração, ponto de amolecimento e índices de oxidação (carbonilas – ICO e sulfóxidos – ISO). A Tabela 4.4 apresenta os resultados obtidos.

Tabela 4.4 – Resultados para validação do envelhecimento RILEM-adaptado

Descrição da amostra analisada			Penetração	Ponto de amolecimento	Índices de Oxidação	
					ICO	ISO
Mistura dos materiais no misturador (2 min de mistura)	Solta	E0	26	61	0	8
Envelhecimento de curto prazo (4h à 135°C)	Solta	E1	19	66	3	11
Curto prazo (4h à 135°C) + longo prazo (9dias à 85°C)	Solta (RILEM)	E2SR	15	72	7	15
Curto prazo + compactação + longo prazo	Topo	E2CT	15	70	5	13
Curto prazo + compactação + longo prazo	Meio	E2CM	18	67	5	12

Os resultados mostram que o ligante proveniente da mistura compactada (ESCM) apresenta um grau de envelhecimento superior ao da mistura na saída do misturador (E0). O método Francês de dosagem de misturas asfálticas caracteriza as misturas do ponto de vista mecânico sem levar em consideração o envelhecimento do ligante. Depois de sair do misturador, as misturas são compactadas e ensaiadas. O método de dosagem americano, o Superpave, adota um envelhecimento de curto prazo, durante 2 horas, à temperatura de compactação. O método proposto pelo RILEM sugere que o envelhecimento de curto prazo seja de 4 horas à temperatura de compactação.

Observa-se ainda, pelos gráficos da Figura 4.12 e Figura 4.13, que há pouca ou nenhuma variação nas propriedades do ligante quando se compara o envelhecimento de curto prazo (E1) com o envelhecimento de curto prazo, seguido de compactação e envelhecimento de longo prazo (E2CM); quando se considera apenas os ensaios de penetração e ponto de amolecimento. Entretanto, para os valores de índice Carbonila, a mistura E2CM apresenta-se mais oxidada.

Figura 4.12 – Resultados dos ensaios de penetração

Figura 4.13 – Resultados dos ensaios de ponto de amolecimento

Para os ensaios de penetração e ponto de amolecimento, observa-se que o ligante proveniente da mistura E2CM (mistura asfáltica envelhecida compactada, amostragem feita no centro da amostra) aparenta ser menos duro que o da mistura E2SR (mistura asfáltica envelhecida pelo método RILEM). A diferença é mais significativa no ensaio de Ponto de Amolecimento. Entretanto, o ligante da mistura E2CM se comporta de maneira muito semelhante ao ligante asfáltico recuperado do RAP. Dessa forma, no que diz respeito à penetração e ao ponto de amolecimento, pode-se considerar que o procedimento de envelhecimento utilizado para o estudo de durabilidade das misturas pode ser considerado válido.

Com relação aos índices de oxidação (Figura 4.14 e Figura 4.15), observa-se que o ligante da mistura E2SR (método RILEM) apresenta valores de Carbonila mais

próximos ao do ligante do RAP, quando comparado ao ligante da mistura E2CM, indicando que esta mistura não oxidou suficientemente. Observa-se outro comportamento quando se analisa os índices de sulfóxidos, onde há semelhança entre os valores do ligante proveniente do E2CM e ligante do RAP.

Figura 4.14 – Resultados dos índices de carbonila determinados por FTIR

Figura 4.15 – Resultados dos índices de sulfóxidos determinados por FTIR

Conclui-se que quando o ligante encontra-se no miolo da mistura asfáltica, ocorre menor envelhecimento que o ligante localizado na superfície da mesma. O ligante da mistura asfáltica solta E2SR, obtida após o envelhecimento **RILEM** (De la Roche et al., 2010), possui características de envelhecimento mais evidentes que o do ligante proveniente de misturas compactadas. Apesar disso, o ligante localizado no miolo da mistura compactada (E2CM), obtido após envelhecimento **RILEM adaptado**, também

pode ser considerado como envelhecido, pois apresentou comportamento semelhante ao do ligante recuperado do RAP utilizado no estudo. Com base nisso, o método **RILEM adaptado** foi utilizado para simular o envelhecimento das misturas avaliadas no presente estudo.

As análises apresentadas para validação do procedimento de envelhecimento das misturas asfálticas foram realizadas sobre o ligante asfáltico recuperado das misturas envelhecidas. Porém, não foi feita uma análise mecânica para comparar as misturas em todos estados de envelhecimento (E0, E1, E2SR, E2CT, E2CM). As análises mecânicas foram realizadas em misturas não envelhecidas (E0) e em misturas envelhecidas segundo o método **RILEM adaptado** (E2CM).

4.3 Remobilização do ligante asfáltico – Estudo mecânico

O estudo mecânico do percentual de remobilização do ligante do RAP foi realizado no CETE Méditerranée, em Aix-en-Provence. Esse estudo consiste, inicialmente, em estabelecer três possíveis percentuais de remobilização do ligante (0%, 50% e 100%). A quantidade de ligante novo na mistura é calculada em função do percentual de remobilização considerado. Quanto menor o percentual remobilizado, maior a quantidade de ligante novo adicionada. Foram realizados os ensaios de compactação na PCG, dano por umidade induzida (ensaio Duriez) e afundamento em trilha de roda.

Para o ensaio PCG, a mistura com 0% de remobilização apresentou um aspecto exsudado, indicando grande percentual de ligante da mistura, o que pode levar a elevada formação de trilha de roda. Devido a este acontecimento, a hipótese de se considerar 0% de remobilização foi descartada da análise. Conclui-se que não se pode considerar o material fresado como agregado negro, mas como agregados com ligante trabalhável, que remobiliza e interage com o novo ligante incorporado à mistura reciclada.

O estudo prosseguiu com os percentuais 50% e 100%, com os ensaios mecânicos mencionados anteriormente. O teor de ligante considerado para as misturas é de 5,40%, em massa de ligante com relação à massa total da mistura. A Tabela 4.5 apresenta a composição das misturas estudadas, considerando em cada caso o

percentual de ligante externo. Além disso, a Tabela 4.5 também apresentou os resultados obtidos para os ensaios PCG, Duriez e deformação permanente.

Tabela 4.5 – Composição das misturas estudadas

Componentes	Mistura M0 (0% RAP)	Mistura M1 (50% RAP)	Mistura M2 (50% RAP)	Mistura M3 (50% RAP)
	Referência	100% remobilização	50% remobilização	0% remobilização
Agregado 5,6/11,2 Bréfauchet (%)	47	28	28	28
Agregado 2/6,3 Bréfauchet (%)	16	10	10	10
Agregado 0/2 Bréfauchet (%)	36	12	12	12
Fíler (%)	1	0	0	0
RAP (%)	0	50	50	50
Ligante asfáltico				
Ligante remobilizado do RAP (%)	0	2,4	1,2	0,0
Ligante novo adicionado (%)	5,4	3,0	4,2	5,4
Ligante Total	5,4	5,4	5,4	5,4
Resumo dos ensaios mecânicos				
Compactação PCG, % (Volume de Vazios à 60 Giros)	6,1	5,5	2,9	1,9
Resistência ao dano por umidade (ensaio Duriez, r/R)	0,79	0,94	1,03	-
Afundamento em trilha de roda (%),30.000 ciclos à 60°C	6,4%	6,2%	Não mensurável	-

Observa-se na Tabela 4.5 que a mistura M3 (0% de remobilização) apresentou volume de vazios de 1,9% a 60 giros, valor muito baixo quando comparado com a mistura M0 de referência ($V_v = 6,1\%$). A Figura 4.16 apresenta imagens dos corpos de prova após compactação na PCG. Observa-se que para as Misturas M2 e M3 a peça metálica removível do molde ficou colada à amostras, pois havia grande quantidade de ligante nas mesmas. Nesse caso foi preciso aquecer as amostras para retirada da peça de metal. Para a mistura M1, a peça metálica foi removida facilmente.

Mistura M1

Mistura M2

Mistura M3

Figura 4.16 – Corpos de prova após compactação na PCG

Para o ensaio de Duriez, observa-se um ganho de resistência para as misturas contendo maiores percentuais de ligante asfáltico. E para o ensaio de deformação permanente (Figura 4.17), observa-se que a mistura M1, considerando 100% de remobilização, apresentou comportamento semelhante à mistura de referência M0, significando o ligante do RAP pode ter sido 100% remobilizado. Porém, para a mistura M2, a deformação obtida foi superior a 10% antes de chegar ao ciclo 30.000, tornando inviável a continuação do ensaio.

Figura 4.17 – Placas após ensaio de deformação permanente

O estudo mecânico da remobilização do ligante mostrou que não se deve ignorar o ligante proveniente do RAP. Algumas pesquisas dosam misturas recicladas a taxas de até 15% considerando o RAP como um agregado negro, sem ligante. Foi constatado que o asfalto contido neste material ainda possui propriedades de ligante. Para o caso onde foi considerado 0% de remobilização, não foi possível finalizar a compactação, pois a amostra apresentava-se muito rica em ligante e com um aspecto exsudado, o volume de vazios no número de giros N60 era inferior a 2%, enquanto que na mistura de referência era de 6,1%.

Capítulo 5. RESULTADOS – PARTE I

No presente capítulo são apresentados os resultados dos ensaios mecânicos realizados nesse estudo, referentes à durabilidade de misturas asfálticas recicladas a quente e mornas. Foram realizados os ensaios de afundamento em trilha de roda, resistência ao dano por umidade induzida, módulo complexo e resistência à fadiga.

Para a realização dos ensaios mecânicos de deformação permanente, módulo complexo e vida de fadiga, as amostras de misturas asfálticas foram compactadas na mesa compactadora modelo LPC (Figura 5.1). A compactação é feita por amassamento utilizando mesa compactadora pneumática NF EN 12697-33+A1. As amostras retangulares têm dimensões de 500,0mm de comprimento por 180,0mm de largura, havendo placas com 50,0mm ou com 100,0mm de espessura (Figura 5.1).

Figura 5.1 – Fabricação das placas de misturas na mesa compactadora

As amostras trapezoidais para os ensaios de módulo complexo e de vida de fadiga são obtidas por serragem de placas (NF P 98-250-3) (Figura 5.2). Após fabricação, as amostras trapezoidais são medidas usando o Sistema de Medição de Amostras Trapezoidais (SYMETRA). Esse sistema (Figura 5.3) permite medir de maneira automática as dimensões e a massa de amostras trapezoidais de misturas (base de 56 ou 70mm). Nove captadores pneumáticos medem as dimensões das amostras que influenciam o cálculo do módulo complexo ensaiados no equipamento 3MC e na determinação do ϵ_6 , no caso de um ensaio de vida de fadiga no equipamento M2F (VECTRA, 2009).

Figura 5.2 – Corte das amostras com o uso de serra diamantada

Figura 5.3 – Sistema de Medição de Amostras Trapezoidais – SYMETRA (Vectra 2009)

5.1 Compactabilidade (EN 12697-10)

A compactabilidade dos materiais estudados foi analisada de acordo com a norma europeia EN 12697-10, usando a Prensa de Cisalhamento Giratório (PCG). Este compactador giratório é descrito na norma técnica EN 12697-31. Foram analisadas seis amostras para cada mistura; porém para a mistura HMA_50, apenas três amostras foram ensaiadas. A Figura 5.4 apresenta os resultados do ensaio de PCG realizados sobre quatro misturas HMA_0, HMA_50, WMA_0 e WMA_50.

Figura 5.4 – Resultados do ensaio na PCG

Os resultados são descritos na Tabela 5.1, assim como o volume de vazios à 10 giros e a 60 giros. O coeficiente de compactabilidade também é apresentado. O coeficiente K é definido conforme Equação 7:

$$v(ng) = v(1) - K \cdot \ln(ng) \quad (7)$$

Onde $v(1)$ e $v(ng)$ são o volume de vazios no número de giros 1 e ng , $\ln$ o logaritmo neperiano e K representa a inclinação da reta na Figura 5.4.

Tabela 5.1 – Resultados do ensaio de PCG(EN 12697-31)

	HMA_0	HMA_50	WMA_0	WMA_50
Volume de vazios (Vv) no giro 10, %	15,6	14,8	15,7	15,6
Volume de vazios (Vv) no giro 60, %	8,4	7,6	8,8	8,6
Volume de vazios (Vv) no giro 100, %	6,6	5,8	7,0	6,8
Repetibilidade do Vv no giro 60, %	0,95			
Coeficiente de compactabilidade K	3,96	3,96	3,88	3,87
Repetibilidade de K (EN 12697-10)	0,14			

O principal resultado desses ensaios é que não há diferenças significativas entre os resultados das misturas HMA_0, WMA_0 e WMA_50, que apresentaram volume de vazios similares a 10 e a 60 giros. Entretanto, a mistura HMA_50 apresentou o menor volume de vazios, parecendo ser estatisticamente diferente das misturas WMA, de acordo com a norma EN 12697-31 e o nível de repetibilidade definido a 0,95% no giro 60.

Os resultados também foram analisados em termos de repetibilidade do coeficiente de compactabilidade K . A inclinação das curvas referentes às misturas mornas (WMA_0 e WMA_50) tende a ser ligeiramente menor, mas as diferenças são menos importantes que o teste de repetibilidade. Como principal conclusão no que diz respeito ao valor de K , os quatro materiais não são estatisticamente diferentes.

5.2 Dano por umidade induzida – ensaio Duriez (EN 12697-12)

O dano por umidade dos materiais betuminosos foi analisado por meio do ensaio Duriez, de acordo com a norma Europeia EN 12697-12. O ensaio Duriez é um ensaio de imersão e compressão que avalia a ação da água na mistura asfáltica. O procedimento de compactação estática é usado para preparação de dois lotes de seis amostras cilíndricas, com um diâmetro de 80 ± 2 mm e uma altura de

90 ± 2 mm. As amostras são condicionadas e, finalmente, submetidas ao ensaio de compressão simples.

Para o condicionamento, o primeiro lote de amostras é conservado ao ar, durante 7 dias, à temperatura de 18°C e umidade de 50%; e o outro lote é condicionado em água, durante 7 dias, à temperatura de 18°C. Em seguida, um ensaio de resistência à compressão é realizado em cada lote de amostras. Os valores de compressão das amostras imersas em água (r) são divididos pelos valores das amostras deixadas ao ar (R), obtendo-se a sensibilidade das amostras betuminosas à água (r/R). A Tabela 5.2 e a Figura 5.5 resumem os resultados do ensaio de Duriez.

Tabela 5.2 – Resultados do ensaio Duriez (EN 12697-12)

	HMA_0	HMA_50	WMA_50	HMA_0a	WMA_50a
Volume de vazios (%)	10,7	9,3	9,3	10,7	8,5
Resistência à compressão, seco, R (MPa)	10,96	13,25	13,16	12,1	15,54
Resistência à compressão, úmido, r (MPa)	10,26	12,94	11,98	9,96	13,84
Sensibilidade à água, r/R, à 18°C	0,94	0,98	0,91	0,82	0,89
Repetibilidade de r/R (EN 12697-12)			0,078

Figura 5.5 – Resultados do ensaio de Duriez

O valor de r/R requerido por norma é de, no mínimo 0,75 para uma BBSG 0/10 (EN 13108-1). Por razões técnicas, os ensaios na WMA_0 não foram realizados. Os resultados mostram que HMA_0, WMA_50 e WMA_50a têm boa resistência à ação da água, apresentando valores de r/R maiores que 89%, que indica sensibilidade muito baixa à ação deletéria água. Para a mistura HMA_50, verificou-se que sua sensibilidade à água é insignificante (98%).

De acordo com os resultados e com a repetibilidade do ensaio (0,078), o uso do RAP ou da técnica morna não aumenta a suscetibilidade das misturas à ação deletéria da água. Estes resultados de dano por umidade enfatizam a importância da contribuição da reciclagem e da redução da temperatura.

5.3 Afundamento em trilha de roda (EN 12697-22+A1)

Para avaliar o afundamento na trilha de roda das misturas, foi usado o simulador de tráfego francês LPC, de acordo com a norma EN 12697-22+A1. O ensaio foi realizado nas misturas envelhecidas e não envelhecidas. Para cada mistura duas placas retangulares de 10 kg foram testadas. Os resultados são apresentados na Tabela 5.3 e Figura 5.6.

Tabela 5.3 – Resultados do ensaio de deformação permanente

	Ciclos						
	30	100	300	1000	3000	10000	30000
Misturas não envelhecidas							
HMA_0	1,7	2,1	2,7	3,0	3,5	4,0	4,7
HMA_50	1,6	2,2	2,6	3,0	3,3	3,6	4,0
WMA_0	17	2,2	2,8	2,9	3,3	4,1	4,4
WMA_50	1,6	1,9	2,3	2,5	3,0	3,3	3,5
Misturas envelhecidas							
HMA_0a	1,3	1,5	1,9	2,0	2,4	2,8	3,0
WMA_0a	10	1,4	1,5	2,0	2,1	2,4	2,7
WMA_50a	0,9	1,1	1,5	1,8	2,1	2,4	2,5

Primeiramente, foi observado que o material morno contendo RAP (WMA_50) possui menor nível de deformação permanente que o material morno sem adição de RAP (WMA_0), que tem menor nível de deformação permanente que as misturas a quente (HMA_0 e HMA_50). Este é o caso para os dois grupos de misturas, envelhecidas e não envelhecidas.

Em seguida, os resultados também enfatizam que o material envelhecido é mais resistente à deformação permanente, fato esperado devido ao endurecimento do material após envelhecimento térmico.

Figura 5.6 – Resultados do ensaio de deformação permanente

Os resultados obtidos também podem ser visualizados na Figura 5.7. A mistura WMA_50 é mais resistente ao afundamento em trilha de roda que as demais misturas ensaiadas. Como conclusão, o uso da técnica morna e/ou do RAP conduz a um melhor comportamento em termos de características de afundamento.

Figura 5.7 – Medida do afundamento em trilha de roda no número de ciclos 30.000

5.4 Módulo complexo (EN 12697-26, annex A)

Existem diferentes ensaios que podem ser realizados para testar materiais viscoelásticos. Estes testes podem ser estáticos ou dinâmicos. O teste dinâmico de módulo complexo E^* permite ensaiar misturas asfálticas em uma amplitude de frequência de 1 a 40Hz. Nesse estudo, um ensaio dinâmico nas misturas não envelhecidas HMA_0, WMA_0, WMA_50 e envelhecidas HMA_0a, WMA_0a, e WMA_50a foram realizadas a temperaturas de -10, 0, 10, 15, 20, 30 e 40°C e a frequências de 1, 3, 10, 25, 30 e 40 Hz. Para cada mistura, quatro amostras trapezoidais foram testadas. Os resultados são apresentados na Figura 5.8 em termos de curvas mestras, com o Módulo Complexo em função da frequência. O princípio de superposição tempo/temperatura foi usado para a construção das curvas mestras, usando a temperatura de referência de 15°C. A Figura 5.9 apresenta as curvas mestras das misturas não envelhecidas e a Figura 5.10 as curvas mestras das amostras envelhecidas. Os resultados completos são apresentados no Anexo A.

Figura 5.8 - Comparação das curvas mestras de materiais não envelhecidos HMA_0, WMA_0, HMA_50 e WMA_50 e materiais envelhecidos HMA_0a, WMA_0a, HMA_50a e WMA_50a ($T_{ref} = 15^{\circ}\text{C}$).

As curvas mestras da Figura 5.9 mostram que as misturas HMA_0 e WMA_0 têm similares evoluções do comportamento reológico. Elas têm menores valores de rigidez que os demais materiais testados. WMA_50 e HMA_50 são mais rígidos que as misturas de referência HMA_0 e WMA_0. Estes resultados são claramente visíveis em baixas frequências (elevadas temperaturas). O seu desempenho pode

ser explicado por um aumento da rigidez do ligante envelhecido no material contendo RAP. Em frequências elevadas, os materiais têm valores de rigidez similares, conforme se pode verificar na Figura 5.8. Isto pode ser explicado pelo fato de as misturas possuírem o mesmo esqueleto granular. A misturas após envelhecimento apresentam comportamento reológico similares, conforme pode ser observado na Figura 5.10.

Figura 5.9 – Curvas mestras de materiais não envelhecidos HMA_0, WMA_0, HMA_50 e WMA_50 ($T_{ref} = 15^\circ\text{C}$)

Figura 5.10 – Curvas mestras de materiais envelhecidos HMA_0a, WMA_0a, HMA_50a e WMA_50a ($T_{ref} = 15^\circ\text{C}$)

A Figura 5.11 apresenta os resultados de Módulo Complexo à temperatura de 15°C e frequência de 10Hz, nos materiais não envelhecidos e envelhecidos. Na Figura 5.11, as misturas WMA_0 e HMA_0 apresentam o mesmo valor de módulo; HMA_50 maior módulo que WMA_50. Porém, após envelhecimento, é observado que a mistura morna se torna mais rígida que a mistura quente; e WMA_50a e HMA_50a apresentaram valores de rigidez similares. Como conclusões, as misturas envelhecidas são mais rígidas; as misturas mornas parecem ser mais afetadas pelo processo de envelhecimento. Mas, independente do material testado, os valores de módulo são sempre mais elevados que o requerido pela norma (NF EN 13108-1) para este tipo de material: 7000 MPa a 15°C, 10 Hz.

Figura 5.11 – Módulo complexo à temperatura de 15°C e frequência de 10Hz.

5.5 Vida de fadiga (EN 12697-24)

5.5.1 Descrição do ensaio

Os ensaios de fadiga foram realizados por flexão com controle de deformação de acordo com a norma EN 12697-28. As amostras foram testadas a diferentes níveis de tensão (ou seja: o máximo da amplitude de deformação da amostra testada). Para comparação dos resultados, os valores de ϵ_6 foram corrigidos com relação ao grau de compactação das amostras. Os ensaios foram realizados à 10°C e 25 Hz, em 3 níveis de deformação para as oito misturas do estudo. Para cada mistura, 12 amostras trapezoidais foram ensaiadas (sendo 4 amostras por nível).

A relação apresentada na Equação 8, de Moutier (1991), permite a estimativa de valores de ϵ_6 para uma dada compactação. Foi utilizado, como grau de compactação de referência, um volume de vazios de 4,5%, em função de valores de ϵ_6 obtidos de amostras com diferentes graus de compactação. A título comparativo, os valores de ϵ_6 antes da correção são apresentados na Tabela 5.4.

$$\Delta\epsilon_6(\mu\text{def}) = 3,3\Delta C(\%) \quad (8)$$

5.5.2 Análise dos resultados

O primeiro resultado notável é que todos os materiais testados possuem o nível mínimo requerido por norma (EN 13108-1) para o tipo de mistura em análise: $\epsilon_6=100 \mu\text{def}$. Conforme apresentado na Tabela 5.4, o desvio padrão relativo é de 7%. O valor mínimo obtido foi $\epsilon_6=100 \mu\text{def}$, referente à mistura WMA_0. Este valor é apenas 6% menor que o valor médio obtido para o conjunto de amostras. O valor máximo obtido foi para a mistura HMA contendo 50% de RAP.

Tabela 5.4 – ϵ_6 à 10 °C e 25 Hz, para um volume de vazios de 4,5%

Misturas	Volume de vazios	ϵ_6	Volume de vazios (corrigido)	ϵ_6 (corrigido)
	(%)	($\times 10^{-6}$)	(%)	($\times 10^{-6}$)
HMA_0	3,6	118	4,5	115
WMA_0	4,0	102	4,5	100
HMA_50	3,0	132	4,5	127
WMA_50	4,2	120	4,5	119
HMA_0a	4,5	123	4,5	123
WMA_0a	3,2	127	4,5	123
HMA_50a	2,6	128	4,5	122
WMA_50a	2,8	114	4,5	108
Repetibilidade de ϵ_6 a 95%: 4,2 μdef				
Valor mínimo de ϵ_6 requerido por norma EN 13108-1: 100 μdef				

A Figura 5.12 apresenta os resultados de Módulo Complexo, a 10°C e 25Hz, obtidos previamente ao ensaio de fadiga nas amostras a serem ensaiadas. Estes resultados de módulo são menos completos (apenas uma frequência e uma temperatura) que os obtidos pelo ensaio padrão de Módulo Complexo, realizado no equipamento específico para isso. Mas eles são diretamente relacionados com os resultados de fadiga, pois as amostras são exatamente as mesmas para ambos os ensaios de módulo e fadiga.

Figura 5.12 – Resultados de Módulo Complexo à 10°C e 25Hz obtidos antes do ensaio de fadiga

5.5.2.1 Análise dos valores de Epsilon 6

Na Figura 5.13 e na Figura 5.14, o principal parâmetro analisado é a temperatura de fabricação das misturas (quente ou morna), sendo que na Figura 5.14 os valores de ϵ_6 apresentados foram corrigidos com relação ao volume de vazios, usando a Equação 8. Os resultados de ϵ_6 apresentados Figura 5.13 mostram que misturas mornas têm sempre menor resistência à fadiga que misturas a quente, independente do nível de envelhecimento ou do fato de ser ou não reciclado. Quando relacionamos os resultados de Módulo Complexo. (Figura 5.12) com os de fadiga (Figura 5.13), percebe-se que as misturas WMA apresentam valores de $|E^*|$ similares aos das misturas HMA, porém menores valores de ϵ_6 .

Figura 5.13 – valores de ϵ_6 a 10 °C, 25 Hz – técnica de fabricação (HMA ou WMA) colocada em evidência antes da correção do volume de vazios

Figura 5.14 – valores corrigidos de ϵ_6 a 10 °C, 25 Hz – técnica de fabricação (HMA ou WMA) colocada em evidência após correção do volume de vazios usando Equação 8 para um volume de vazios de 4,5%

Na Figura 5.15, os mesmos resultados são apresentados, mas o principal parâmetro estudado é a taxa de reciclagem (0 ou 50% de RAP). Nessa figura, é observado que para misturas não envelhecidas (HMA e WMA), a presença de RAP melhora a vida de fadiga (de 115 para 127 em misturas HMA, de 100 para 119 em misturas WMA). Inversamente, a presença de RAP não melhorou as características das misturas HMA envelhecidas; e reduziu aquelas das misturas WMA envelhecidas.

A Figura 5.16 também apresenta os mesmos resultados das figuras anteriores, mas o principal parâmetro estudado na Figura 5.16 é o grau de envelhecimento (não envelhecido ou envelhecido). Esta figura evidencia que o protocolo de envelhecimento parece afetar HMA_0 e WMA_0 positivamente e HMA_50 e WMA_50 negativamente. A Figura 5.16 também mostra que a combinação das técnicas WMA e RAP não leva a resultados piores que usando as técnicas separadamente.

Figura 5.15 – Valores de ϵ_6 corrigidos at 10 °C, 25 Hz – presença do RAP colocada em evidência

Figura 5.16 – Valores de ϵ_6 corrigidos at 10 °C, 25 Hz – envelhecimento artificial colocado

5.6 Síntese e discussão dos resultados

No âmbito do material preparado, fabricados e testados em laboratório, não há problema perceptível que possa ser observado quando se utiliza a técnica de RAP ou morna, nem quando a união destas duas técnicas. Os resultados apresentados pelos diferentes testes estão acima dos limites exigidos pelas normas europeias para estes testes e estes materiais: em termos de *design mix*, todas essas técnicas são adequadas. Com relação ao ensaio de afundamento em trilha de roda, o uso da reciclagem e/ou RAP conduz a um melhor comportamento. No entanto, com relação ao ensaio de fadiga, a técnica morna tende a mostrar resultados inferiores aos da técnica a quente, independentemente do envelhecimento ou da reciclagem.

Entretanto, deve-se notar que, nesse estudo, a quantidade de materiais testados (técnica morna e natureza do RAP) é limitada. Mas a principal conclusão é que um bom controle dos materiais (adição de RAP) e a boa preparação das misturas quando se usa RAP e ou técnica mornas deveria levar a materiais com vida de serviço aceitáveis.

A chave inicial foi determinar se as misturas asfálticas mornas poderiam ser mais afetadas pelo envelhecimento térmico que uma mistura asfáltica a quente clássica, mas nenhuma tendência foi evidenciada. Da mesma maneira, o questionamento foi saber se a combinação de RAP e técnicas mornas pode levar a piores comportamentos e isto também não parece ser evidente.

Capítulo 6. **CONCLUSÕES E PERSPECTIVAS – Parte I**

Este trabalho teve como objetivo estudar o interesse e os problemas potenciais ao combinar, em laboratório, as técnicas de Mistura Asfáltica Morna e o uso de RAP em elevados percentuais na fabricação de misturas asfálticas. Os resultados mostram que o uso de WMA e de RAP separadamente, bem como de ambas as técnicas combinadas, permitem a obtenção de resultados aceitáveis por norma e equivalentes aos de misturas asfálticas convencionais. Porém, a combinação das técnicas WMA e RAP tende a apresentar valores menores de resistência à fadiga quando comparadas às técnicas usadas separadamente.

Em primeiro lugar, o RAP foi separado em várias classes granulares, com o intuito de controlar melhor o grau de homogeneidade do RAP. A separação em quatro classes demonstrou que o teor de ligante variou fortemente de acordo com a classe granular, bem como a curva granulométrica. As características dos ligantes eram as mesmas independentemente da classe proveniente; então, este fato é positivo para o nível de homogeneidade.

Também foi proposto um protocolo de envelhecimento (nomeado RILEM adaptado) das misturas asfálticas, a fim de simular melhor o que poderia ser a resposta das misturas testadas após vários anos de vida de serviço. Este protocolo é baseado no protocolo de envelhecimento no âmbito do RILEM (DE LA ROCHE et al., 2010) e supõe acelerar o processo de oxidação no interior da mistura.

O estudo mecânico do recobrimento duplo mostrou que não se deve ignorar o ligante proveniente do RAP. Foi constatado que o asfalto contido neste material ainda possui propriedades de ligante. Para o caso onde foi considerado 0% de remobilização, não foi possível finalizar a compactação, pois a amostra apresentava-se muito rica em ligante e com um aspecto exsudado, o volume de vazios no N 60 era inferior a 2%, enquanto que na mistura de referência era de 6,1%.

Tendo em vista o objetivo principal de combinar as técnicas WMA e RAP, as análises de comportamento foram realizadas para comparar WMA contendo RAP com WMA e HMA sem adição de RAP. Esta comparação mostrou claramente que na técnica morna, o uso do RAP e da combinação RAP_WMA teve comportamentos

semelhantes ao de uma mistura clássica HMA. Mesmo se o uso da técnica morna tende a reduzir ligeiramente a resistência à fadiga.

É necessária a demonstração que os estudos laboratoriais possam ser replicados em grande escala, em pavimentos. Para tanto, propõe-se para a continuação desta pesquisa o estudo de soluções de combinações de WMA e RAP, com seu emprego em pistas experimentais para validação dessa tecnologia. Para isso, devem ser estudados processos de dosagem usando outras taxas de fresados, determinadas as propriedades mecânicas, o dano por umidade induzida. Além disos, mensurar em campo e em usina as emissões gasosas e de particulados, além da economia energética na usinagem decorrente do uso de materiais fresados (RAP) com a tecnologia de misturas mornas (WMA).

Capítulo 7. Programa experimental – PARTE II – Análise microscópica de misturas mornas contendo RAP

7.1 Contextualização

No âmbito das políticas atuais de desenvolvimento sustentável apoiadas por muitos países do mundo, especialmente em engenharia civil, promover técnicas de fabricação que permitam economizar energia e matérias-primas é de grande interesse. Por esta razão, combinar o uso de técnicas de misturas mornas para a fabricação de concreto asfáltico (WMA) com o uso de elevados percentuais de material asfáltico fresado (RAP) é um ponto chave do ponto de vista econômico e ambiental.

A reciclagem de misturas asfálticas usando elevados percentuais de reciclado pode representar, se os parâmetros operacionais são mal controlados, um risco importante com consequências financeiras consideráveis para as partes interessadas. Um dos principais problemas ligados à reciclagem é a falta de controle da mistura que ocorre entre o ligante envelhecido do RAP e o novo ligante. Isto está relacionado com a falta de conhecimento do fenômeno envolvido no recobrimento dos agregados do RAP, já recoberto pelo ligante envelhecido. Isto é verdade, seja qual for a técnica morna utilizada. Quando se combinam as técnicas WMA+RAP, o ligante do RAP e o novo ligante podem não estar totalmente misturados devido à baixa temperatura de fabricação e poderia levar a superposição dos ligantes, chamado fenômeno do recobrimento duplo. Acredita-se que este fenômeno de recobrimento duplo, sem a mistura dos ligantes, poderia ser a origem de certas disfunções mecânicas das misturas asfálticas contendo RAP.

Diversos estudos já foram desenvolvidos para a avaliação da incorporação de RAP nas misturas asfálticas e as suas consequências nas propriedades mecânicas (AL-QADI et al., 2007; COPELAND et al., 2010; COPELAND, 2011; DONY et al., 2013; AURANGZEB et al., 2014; BENNERT et al., 2014). A qualidade da mistura entre o ligante do RAP e o ligante novo também já foi explorada em estudos recentes. Com o objetivo de observar a região de mistura entre ligantes, diversas técnicas já foram utilizadas, quais sejam: espectroscopia FTIR (Fourier Transform Infrared) usando um cristal de germânio (EL BÉZE, 2008); microscópio de luz branca e de luz ultravioleta (NAVARO et al., 2012); técnica espectroscopia de alta resolução na borda de absorção de raios x (XANES) (EL BÉZE et al., 2012); microscopia de força atômica

(NAHAR et al., 2013); efeitos de diferentes procedimentos de mistura e o tamanho do RAP na distribuição da rigidez de HMA reciclado, medido por ensaios dinâmicos de tracção indirecta (Indirect Tensile Stiffness Modulus Test - ITSM) (Nguyen, 2013); Cromatografia por Permeação em Gel (GPC) combinado com espectroscopia FTIR para estudar as diferenças entre misturas virgens, RAP coletado em campo e misturas de RAP (BOWERS et al., 2014). No atual estado da arte não é possível observar o que acontece entre dois ligantes dentro de uma mistura reciclada, principalmente do ponto de vista microscópico.

O presente trabalho possui a particularidade de ter aplicado a técnica ATR-FTIR em misturas asfálticas reais, compostas por diversas frações granulares e teor de ligante asfáltico convencional de acordo com uma composição realista (5%). O objetivo foi desenvolver o uso de marcadores adaptados que permitissem diferenciar os ligantes novos adicionados dos ligantes do RAP e, então, avaliar a qualidade da mistura desses ligantes que apresentam estados de envelhecimento diferentes.

A Parte II do presente estudo tem como objetivo apresentar os resultados obtidos na análise ATR-FTIR nas propriedades de misturas de materiais contendo RAP. Esta parte do trabalho apresenta a mistura e a qualidade do recobrimento de materiais, em escala microscópica.

O programa experimental consiste em analisar usando dois principais métodos de tratamento das imagens de amostras de concreto asfáltico, denominados: Análise do Componente Principal (PCA) e Análise por Correlação de Imagens (ICA). Tais métodos foram aplicados em diferentes misturas, fabricadas com diferentes tipos de agregados, RAP e ligantes. Oito misturas asfálticas foram analisadas. Alguns materiais e componentes desses materiais são usados como marcadores dentro das misturas asfálticas, tais como SBS, EVA ou o índice de oxidação Carbonila.

7.2 MATERIAIS E MÉTODOS – PARTE II

7.2.1 Espectroscopia Infravermelha por Transformada de Fourier – FTIR

A análise da composição química do ligante asfáltico foi realizada por meio de espectroscopia Infravermelha por Transformada de Fourier (FTIR). Foi utilizado o espectrômetro da marca *PerkinElmer*. Os espectros das amostras foram realizados utilizando resolução de 2 cm^{-1} e 5 *scans* na região de 4400 a 400 cm^{-1} no modo Transmissão. Na preparação das amostras, uma fina camada de ligante foi aplicada sobre uma lâmina de KBr (Figura 7.1).

Figura 7.1 – Filme de ligante sobre lâmina de KBr

Após registrar os espectros FTIR, o cálculo da concentração dos grupos funcionais é baseado na comparação das áreas das bandas de absorção características, em vez da medida das alturas, conforme “vale a vale” (PIÉRI, 1994). Dessa forma, para o cálculo dos índices de oxidação Carbonilas e Sulfóxidos, foram utilizadas as Equações (9) e (10), retiradas do método MLPC N°69 (MOUILLET 2010). Nestas equações, supõe-se que o grupo Etileno (CH_2 – em torno de 1460 cm^{-1}) e o grupo Metil (CH_3 – em torno de 1375 cm^{-1}) são pouco alterados quando o ligante é oxidado. Em contrapartida, os grupos CO (em torno de 1700 cm^{-1}) e SO (em torno de 1030 cm^{-1}) aumentam com a oxidação (Figura 7.2).

$$CO(\%) = 100 \times I_{CO} = 100 \times \frac{(\text{Área em torno de } 1700\text{cm}^{-1})}{(\text{Área em torno de } 1460\text{cm}^{-1}) + (\text{Área em torno de } 1375\text{cm}^{-1})} \quad (9)$$

$$SO(\%) = 100 \times I_{SO} = 100 \times \frac{(\text{Área em torno de } 1030\text{cm}^{-1})}{(\text{Área em torno de } 1460\text{cm}^{-1}) + (\text{Área em torno de } 1375\text{cm}^{-1})} \quad (10)$$

Figura 7.2 – Espectro FTIR de um ligante novo e um ligante envelhecido

7.2.2 Imagem infravermelha em modo Reflexão Total Atenuada (ATR-FTIR)

7.2.2.1 Técnica de imagem ATR-FTIR para misturas asfálticas

A utilização de uma técnica de imagem ATR-FTIR para as misturas asfálticas é uma aplicação relativamente recente e inovadora. Uma explicação sobre o princípio de funcionamento geral da espectroscopia infravermelha é feita a seguir na apresentação do desenvolvimento experimental que foi necessário para a realização deste trabalho, a fim de se obter imagens infravermelhas das misturas estudadas.

Todas as imagens apresentados na presente pesquisa foram coletadas usando o equipamento PerkinElmer Spotlight 400 FTIR Imaging System (Figura 7.3). O sistema usa um detector MCT de matriz linear combinado com um movedor do conjunto amostra/cristal ATR para gerar imagens. O acessório ATR usa um cristal de germânio, com um índice de refração de 4,01 e fornece uma área útil de contato com a amostra de aproximadamente 600 μm de diâmetro. Na abordagem usada no trabalho, a luz infravermelha só interage com a amostra dentro de menos de 2 μm de largura. Assim, ele exige um bom contato entre a amostra e o cristal. Neste trabalho, as imagens foram coletadas numa resolução espectral de 16cm^{-1} , duas vezes a imagem de pixel. O tamanho do ponto de pixel foi definido como $1,56 \times 1,56 \mu\text{m}^2$; o número de *scans* da amostra por pixel variou de 2 a 4; a informação espectral foi obtida ao longo de um intervalo de comprimento de onda de $4000\text{-}744 \text{ cm}^{-1}$; e as dimensões da superfície de análise variando de $25 \times 25 \mu\text{m}^2$ a $200 \times 150 \mu\text{m}^2$.

Figura 7.3 – FTIR imagem usando um acessório ATR (a), mostrando a amostra posicionada sob o cristal (b).

Com o objetivo de analisar a presença de componentes na superfície das amostras (ligante novo e envelhecido, agregados calcário e gnaiss, polímeros EVA e SBS...), dois diferentes tipos de análise foram realizados usando o programa Sptlights: (i) Análise do Componente Principal e (ii) Análise por Correlação de Imagens.

7.2.3 Análise das imagens

7.2.3.1 Marcadores químicos

Para o estudo do recobrimento duplo por microespectroscopia infravermelha em modo ATR, é necessário, inicialmente, escolher um «marcador característico» que permita diferenciar o ligante antigo do ligante novo dentro da mistura. Portanto, é necessário um estudo preliminar dos materiais a serem utilizados na fabricação da mistura a fim de identificar e escolher tais marcadores.

Nesse estudo, marcadores químicos são bandas correspondentes a comprimentos de onda no espectro infravermelho. Para os agregados utilizados, o marcador do calcário se situa em torno de 1400 cm^{-1} , enquanto que o marcador do gnaiss se situa em torno de 980 cm^{-1} . Para os ligantes, o marcador mais importante é aquele que indica a presença dos compostos alifáticos CH_2, CH_3 , em torno de 2900 cm^{-1} . No caso dos ligantes envelhecidos, podem-se considerar dois marcadores relativos à oxidação dos ligantes, especialmente a presença de Carboxilas e Sulfóxidos em torno das bandas 1700 e 1030 cm^{-1} . Os ligantes também podem ser detectados por meio da presença de polímeros, como EVA e SBS, algumas vezes adicionados ao ligante. O marcador referente ao SBS se situa em torno de 965 cm^{-1} e o referente ao EVA se situa em torno de 1740 cm^{-1} .

7.2.3.2 *Análise das bandas dos espectros (comprimento de onda) na amostra*

Esta análise consiste em analisar uma banda espectral em todos os espectros da imagem ATR. Por exemplo, a banda relativa à presença de CH₂CH₃ é analisada na imagem total, podendo indicar a presença de ligante ou não em um lugar específico da amostra. A análise é para verificar a concentração de certas moléculas na superfície da amostra.

7.2.3.3 *Análise por correlação de imagens (ICA)*

A análise por correlação de imagens (*Compare Correlation Image*) indica as zonas na amostra onde o espectro é mais similar a um dado espectro de referência. O protocolo consiste em identificar um componente dado pelo seu espectro infravermelho, antes de analisar sua presença na amostra de mistura asfáltica. Este método é simples de se utilizar, no entanto, é mais avançado que o método anterior, pois se situa mais à escala do componente, como o ligante e o agregado, que à escala de uma molécula. Isto proporciona um método fácil para determinação das zonas exatas onde um dado componente é mais prevalente. Esta função é realizada por reconhecimento de espectro sobre a superfície total, usando o programa “spectrum image spotlight”.

7.2.3.4 *Análise do componente principal (PCA)*

PCA é um método para realizar uma análise inicial da amostra. É uma técnica estatística para encontrar variações na série de dados. Nesse caso, a série de dados é o conjunto de espectros que formam a imagem espectral completa. O PCA é baseado na variação espectral relativa a um espectro médio.

A partir do conjunto de espectros de uma dada imagem ATR, esta técnica estatística permite pôr em evidência as principais diferenças entre um número finito de componentes principais na superfície da amostra. O PCA fornece uma primeira aproximação dos diferentes componentes presentes. Trata-se de uma técnica prática para avaliar rapidamente a composição da superfície da amostra.

A técnica PCA fornece uma boa visualização dos mais diferentes componentes localizados na amostra. Mas não é possível seguir ou localizar um componente específico, se tal componente não fizer parte dos principais componentes determinados pelo método.

Dois benefícios particulares do uso da técnica PCA: “capacidade de auxiliar na geração de imagens de verificação para localizar pequenos detalhes com o mínimo número de scans” e “capacidade de auxiliar na interpretação das diferenças espectrais relativamente sutis em dados de imagem”.

3.1-1.1. Protocolo de análise desse estudo

Todos os componentes das amostras foram caracterizados individualmente antes da fabricação das misuras: o gnaise, o calcário, ligantes novos e envelhecidos, os polímeros e os ligantes modificados, além dos aditivos como o surfactante ceca-base e os colorantes, como o óxido de ferro vermelho.

Em seguida cada amostra foi analisada usando as técnicas PCA e análise de correlação de imagens. Algumas amostras foram principalmente analisadas por correlação de imagens.

7.3 Preparação das amostras – Parte II

Neste item, as misturas asfálticas analisadas são apresentadas, assim como os componentes dessas misturas. Uma mistura de referência foi definida; ela também foi usada na Parte I (Capítulo 3) do presente trabalho como mistura de referência (HMA_0). Por razões de ordem técnica, relacionadas a esta análise química, alguns componentes (polímeros e surfactantes) foram adicionados, para serem usados como marcadores dentro da mistura, e alguns foram substituídos, porque o espectro FTIR não era desejável para as análises químicas efetuadas.

7.3.1 Escolha de Marcadores Característicos

É importante conhecer, individualmente, a composição química dos componentes da mistura asfáltica, para melhor compreender as imagens geradas a partir da mistura completa. Para fazer um mapeamento da distribuição de um determinado componente na mistura asfáltica, deve-se identificar marcadores característicos do ligante. A escolha de um marcador é feita por meio de análise do material no espectrômetro FTIR.

Nesse trabalho, alguns materiais foram analisados no FTIR de modo a escolher os mais adequados para a fabricação das misturas e posterior coleta do espectro pelo FTIR-ATR. Os espectros obtidos foram superpostos ao espectro do ligante do RAP e,

então, foi verificado se o material testado possuía algum marcador que o diferenciase do ligante RAP. A presença de polímeros em um dos ligantes da mistura reciclada, por exemplo, pode ser um bom marcador a ser seguido no estudo ATR.

7.3.2 Diferentes misturas com diferentes marcadores químicos

Uma vez que os marcadores são escolhidos, procede-se à fabricação das misturas a serem avaliadas por espectroscopia infravermelha em modo ATR. Muito cuidado deve ser tomado na preparação das amostras para análise, pois os resultados obtidos por esta técnica variam bastante com a pressão de aperto exercida pelo cristal e a rugosidade da superfície observada (MONTEIRO, 2007).

7.3.2.1 *Origem do RAP*

O RAP é proveniente de uma operação de fresagem no carrossel de fadiga do IFSTTAR, França (IFSTTAR, 2013). A mistura asfáltica original era uma mistura do tipo BBSG 0/10, aplicada em Janeiro de 2008 e fresada em Setembro de 2009. O ligante asfáltico recuperado do RAP corresponde a um ligante asfáltico de classificação 10/20, o qual era originalmente um ligante 35/50 (EN 12591). Para simplificar o manuseio do RAP, este material foi estocado em frações granulares, conforme apresentado no item 4.1 do presente trabalho.

7.3.2.2 *Concreto asfáltico*

O material de referência é um concreto asfáltico francês, classificado como BBSG0/10 quanto ao tamanho máximo nominal dos agregados contido na mistura. O teor de ligante asfáltico na mistura é de 5,4 em peso da mistura. Os agregados usados são do tipo gnaiss, originários da pedreira *Bréfauchet*, e foram usadas três frações granulométricas: 0-2mm, 2-6.3mm e 5.6-11.2mm. O ligante asfáltico é classificado por penetração como CAP35/50 de acordo com a norma de ensaio NF EN 1426.

Com base no material de referência, diferentes misturas contendo novos materiais e RAP foram fabricadas. Alguns marcadores foram adicionados, a fim de facilitar a diferenciação entre o ligante antigo e o ligante novo na mistura reciclada. Em seguida, análises das misturas asfálticas recicladas usando a ferramenta ATR FTIR foram realizadas. Um total de nove misturas foi analisado, conforme apresentado na Tabela 7.1.

Tabela 7.1 – Resumo das misturas ensaiadas

Mistura	Material novo (50%)		Material reciclado (50%)	
	Ligantes e agregados	Comprimento de onda (cm ⁻¹) “Marcador”	Ligantes e agregados	Comprimento de onda (cm ⁻¹) “Marcador”
01	Ligante SBS Gnaisse – finos	γCH : 965cm ⁻¹	RAP Graúdo (> 5mm)	$\delta\text{C=O}$: 1700cm ⁻¹
02	35/50 Binder Gnaisse – finos	CH_3 : 1375 cm ⁻¹ 1456 cm ⁻¹	Gnaisse – finos SBS binder (aged)	γCH : 965cm ⁻¹ $\delta\text{C=O}$: 1700cm ⁻¹
05	Ligante vegetal Gnaisse – finos	$\delta\text{C=O}$: 1730cm ⁻¹	Agregado recuperado do RAP fração 4/8mm Ligante recuperado do RAP	$\delta\text{C=O}$: 1700cm ⁻¹
06	Ligante vegetal Gnaisse – graúdo	$\delta\text{C=O}$: 1730cm ⁻¹	Agregado recuperado do RAP fração 4/8mm Ligante recuperado do RAP	$\delta\text{C=O}$: 1700cm ⁻¹
07	Ligante EVA Gnaisse – todas as frações	$\nu\text{C-O}$: 1240 e 1740cm ⁻¹	RAP todas as frações	$\delta\text{C=O}$: 1700cm ⁻¹
08	Ligante vegetal Gnaisse – todas as frações	$\delta\text{C=O}$: 1730cm ⁻¹	RAP todas as frações	$\delta\text{C=O}$: 1700cm ⁻¹
09	Ligante Sintético Calcário – todas as frações	743 e 1030 cm ⁻¹ 875 e 1423 cm ⁻¹	RAP todas as frações	$\delta\text{C=O}$: 1700cm ⁻¹
Mix	Material reciclado (100%)*			
	Novo ligante		RAP (100%)	
03	SBS binder	γCH : 965cm ⁻¹	RAP – todas as frações	$\delta\text{C=O}$: 1700cm ⁻¹
04	Ligante Sintético	$\gamma\text{C-H}$: 745cm ⁻¹	RAP (>2mm)	$\delta\text{C=O}$: 1700cm ⁻¹

*Nas misturas 03 e 04, não foram utilizadas todas as frações (100% RAP)

As misturas 1, 2, 5, 6, 7, 8 e 9 foram fabricadas com 50% de RAP e 50% de material novo. As misturas 3 e 4 são diferentes: não foram adicionados agregados novos à mistura. Na mistura 1, o novo ligante é modificado por polímero SBS. O RAP é principalmente fabricado com agregados graúdos. Na mistura 2, o ligante do RAP é modificado com SBS. Na mistura 3, somente ligante SBS foi adicionado ao RAP. Na mistura 4, o ligante adicionado é de origem vegetal e, além disso, a fração fina de RAP foi eliminada.

Nas misturas 5 e 6, foi usado um ligante de origem vegetal. A diferença entre as duas misturas é o uso de RAP artificial. Esse RAP artificial foi fabricado da seguinte forma: o ligante do RAP é extraído por dissolução em solvente, por meio de um sistema chamado Asphalt Analysator. Por um lado, o ligante é recuperado usando o evaporador rotatório, de acordo com a norma NF EN 12697-3. Por outro lado, os agregados recuperados são divididos em duas porções usando a peneira 4 mm. O procedimento é ilustrado na Figura 7.4. Os finos (agregados entre 0 e 315µm) foram removidos por lavagem sobre a peneira 315µm. Em seguida, ligante e agregados recuperados foram misturados para fabricação de um RAP artificial fino e um RAP

artificial graúdo. A primeira parte do RAP artificial era composta de agregados compreendidos entre as peneiras 0 e 4mm e a segunda parte de agregados entre as peneiras 4 e 8mm. Estas misturas permitiriam a ajudar no estudo da influência dos agregados finos na análise das misturas. Na mistura 7, o ligante asfáltico novo foi codificado por EVA. Na mistura 8 foi usado ligante vegetal como ligante novo adicionado, da mesma forma que as misturas 5 e 6, mas todas as frações de RAP foram utilizadas.

Figura 7.4 – Produção do RAP artificial

7.4 Preparação das amostras

As amostras para a análise ATR-FTIR são cortadas das amostras broquedas de corpos de prova cilíndricos. Para o corte das amostras, uma serra circular com discos de lâminas diamantadas é usada, a fim de se obter *tabletes* com dimensões 2 x 2 x 0.5 cm³ (Figura 7.5); estas dimensões são adaptadas ao acessório ATR utilizado.

Figura 7.5 – Preparação das amostras

Para garantir um contato com a face da ponta do cristal ATR, a superfície preparada deve estar plana e paralela ao plano x,y, sem homogeneizar nem modificar o masticado de asfalto, na interface entre dois agregados adjacentes. Por estas razões, a superfície não foi polida. Deve-se considerar que durante o processo de corte, a amostra é aquecida devido ao atrito com o disco de lâmina diamantada, que pode causar o amolecimento do ligante asfáltico, modificando a região do masticado. Para evitar este problema, amostras são resfriadas a -10°C antes do procedimento de corte.

Capítulo 8. RESULTADOS E DISCUSSÕES – PARTE II

Todos os componentes usados nesse estudo são inicialmente caracterizados individualmente, para futuras correlações; agregados gnaisse e calcário, os ligantes novos e envelhecidos, os ligantes modificados por polímeros, assim como os aditivos como o surfactante e alguns pigmentos.

Para todas as misturas, o mastique asfáltico, interface entre agregados adjacentes, é analisado com o objetivo de localizar marcadores de materiais. Uma vez que uma parte interessante é localizada usando o microscópio óptico, esta área é selecionada para análises das imagens ATR-FTIR usando os comandos: PCA, Análise por correlação e Análise das bandas dos espectros.

8.1 Identificação e localização dos componentes em uma mistura reciclada a quente

A identificação e localização do RAP em uma mistura reciclada foram realizadas usando uma mistura asfáltica menos convencional. Esta mistura foi fabricada usando 50% de novos materiais (agregado do tipo calcário e um ligante sintético) e 50% de material reciclado (composto de agregados gnaisse e ligante 35/50 envelhecido). O espectro dos materiais puros presentes nesta mistura são apresentados Figura 8.1. Estes espectros foram obtidos em modo ATR com resolução de 16cm^{-1} , e 2 scans, menos para o ligante sintético que foi analisado com 5 scans.

Figura 8.1 – Espectro dos materiais puros

Neste Item são apresentadas as análises referentes a alguns pontos dentro da mistura 9. A Figura 8.2 apresenta as imagens visíveis obtidas em diferentes locais

da mistura, quais sejam: sobre um agregado calcário, na interface calcário/região asfáltica, no meio da região asfáltica, na interface região asfáltica gnaiss. Estes pontos foram escolhidos para posicionar o cristal de germânio e, em seguida, gerar imagens ATR e analisar a superfície da amostra. A seguir são apresentados os resultados obtidos em três pontos.

Figura 8.2 – Imagens visíveis dos pontos analisados na mistura

8.1.1 Imagem ATR do agregado calcário

Esta aquisição foi realizada com o cristal posicionado sobre o agregado calcário presente na mistura 9, correspondendo à parte não reciclada da mistura. A Figura 8.3a apresenta a imagem visível obtida. A Figura 8.3b é o resultado do tratamento Análise por Correlação, usando o espectro do agregado calcário como espectro de referência. A Figura 8.3(d) apresenta os espectros correspondentes aos pontos indicados na Figura 8.3(b), assim como o espectro de referência e as correlações encontradas com relação aos pontos indicados na imagem ATR. Observa-se que o nível de correlação mais baixo é de 0,7 entre o espectro de referência e a região em estudo. A Figura 8.3c apresenta a imagem após o tratamento PCA, confirmando que apenas o calcário está presente na região analisada.

Figura 8.3 – Cristal posicionado sobre um grão de calcário (a) imagem visível; (b) compare correlation image; (c) imagem PCA; (d) espectros correspondentes, espectro de referência e (e) imagem ATR da absorbância no comprimento de onda 1390cm⁻¹ (referente ao calcário)

A imagem obtida na Figura 8.3(e) mostra a distribuição da absorbância no comprimento de onda 1390cm⁻¹, também referente ao agregado calcário. Esta figura põe em evidência diferentes intensidades de absorbância. Isto pode ser devido à imperfeição da superfície do agregado. As diferentes análises realizadas (não apresentadas aqui) mostraram que as imperfeições na superfície eram ainda mais visíveis nas zonas de interface entre agregados e mastique. Como conclusão dessa análise, constata-se que há presença exclusiva de calcário na região avaliada; não havendo marcadores do ligante asfáltico ou do agregado gnaiss. Os mesmos procedimentos foram realizados para os outros pontos dentro da mesma mistura, e os resultados são mostrados a seguir.

8.1.2 Cristal posicionado na interface calcário/ligante

Esta aquisição foi realizada com o cristal posicionado na interface calcário/ligante, conforme mostrado na imagem visível da Figura 8.4(a). A Figura 8.4(b) é o resultado do tratamento Análise por Correlação, usando o calcário como espectro de referência. É observado que a presença do calcário na região esquerda da imagem e em alguns pontos na região direita da imagem. Na região central da imagem, não houve absorbância, conforme demonstrado pelo espectro mostrado na Figura 8.4(c). Isto ocorreu, provavelmente, devido a imperfeições na superfície da amostra. O

cristal foi posicionado exatamente na interface, onde há um desnível, fazendo com que aquisições nesse ponto sejam nulas.

Figura 8.4 – Cristal na interface ligante agregado: (a) visível imagem; (b) Imagem Compare Correlation; (c) espectro correspondente aos pontos mostrados nas imagens e o espectro de referência e (d) imagem ATR da distribuição da absorvância em 1390cm⁻¹ (característica do calcário)

Entretanto, nas regiões à direita e à esquerda, observa-se que há absorvância. Na região à direita, observa-se a presença de bandas referentes ao ligante asfáltico, ao gnaiss (agregado do RAP) e ao calcário (agregados novos). Há uma mistura entre os componentes da mistura, que é aparentemente homogênea. Porém, não é possível provar se o ligante observado é o ligante do RAP ou o novo ligante adicionado, que é um ligante sintético.

A presença de ligante sintético na mistura (marcador químico em 743 cm⁻¹) é interessante porque ela põe em evidência a mistura local de gnaiss, calcário e ligante adicionado. O que leva a provar que os materiais são localmente bem misturados. Para provar com certeza que a mistura entre ligante adicionado e ligante envelhecido, seria necessário um marcador “específico” do ligante envelhecido, que fosse visível usando a técnica de imagem ATR. Esta é uma das limitações do estudo em questão. Caso contrário, na ausência de uma banda específica ao ligante

sintético somada à presença de uma banda comum aos dois ligantes, seria possível afirmar a presença única do ligante envelhecido.

A Figura 8.4(d) apresenta a análise em componente principal (PCA), confirmando a presença dos principais componentes que são o calcário à esquerda, a interface ao centro (ausência de absorbância) e a mistura homogênea à direita. A Figura 8.4(e) apresenta a distribuição da absorbância no comprimento de onda 1390 cm⁻¹, referente ao calcário. O calcário é visivelmente presente na região superior esquerda da imagem. A intensidade do sinal que é reduzida em direção à direita é um resultado que indica a imperfeição local da superfície. O ponto indicado no centro das imagens, e representado pelo espectro azul na Figura 8.4 (b), (d) e (e), indica a ausência total de calcário de outros componentes.

A Figura 8.5 apresenta o espectro no ponto indicado na região superior direita da Figura 8.4b. Este espectro é mostrado separadamente para evidenciar os picos presentes no espectro referente ao ponto 21 (indicado na Figura 8.4(b)). Pode-se observar claramente a presença do ligante asfáltico, do gnaíse e do calcário, confirmando que essa região é uma zona de mistura entre os constituintes.

Figura 8.5 – Espectro referente ao ponto à direita na Figura 8.4b.

Esta análise mostra o potencial da ferramenta ATR para a análise de misturas recicladas; os dados parecem ser consistentes e trazer cada elemento adicional à análise desta região da amostra.

8.1.3 Cristal posicionado na zona de mastique

Prosseguindo a análise sobre a mesma amostra, o cristal foi posicionado na região asfáltica. Nesse ponto da amostra, foram realizados os mesmos tipos de tratamentos: análise de correlação, PCA e a análise da imagem ATR, mostrando a distribuição da absorbância nos comprimentos de onda 1058 cm⁻¹ (presente no gnaiss); 1409cm⁻¹ (calcário) e 2924cm⁻¹ (ligante asfáltico).

A Figura 8.6 apresenta a imagem visível da zona do mastique. A Figura 8.6d apresenta uma imagem PCA mostrando a presença de duas zonas principais. A Figura 8.6b apresenta uma análise de correlação, usando o espectro do calcário como referência. Nesta Figura 8.6b, a região avermelhada indica a presença do calcário e a região azul indica a presença de gnaiss, e a região verde é uma região de transição, onde também ocorre absorbância (observar espectros na Figura 8.6c). Na Figura 8.6b o ligante aparece em todas as regiões da amostra, portanto pode-se confirmar que o cristal está posicionado na região asfáltica: presença de ligante e de agregados em todos os locais.

Figura 8.6 – (a) Imagem visível (b) Compare correlation image, com o espectro do calcário como referência (c) espectros referentes aos pontos mostrados nas imagens ATR (d) imagem PCA e (e) distribuição da absorbância no comprimento de onda 1390cm⁻¹

A Figura 8.6(e) apresenta a distribuição da absorbância do calcário. O valor máximo de correlação é de 0,552, indicando a presença de outros componentes justificando as análises que serão feitas a seguir, na Figura 8.7.

As Figura 8.7(a, b e c) apresentam três imagens da análise de distribuição da abasorbância levando-se em consderação três diferentes comprimentos de onda. Na imagem da Figura 8.7(a), foi colocado em evidência o comprimento de onda referente ao agregado gnaisse (1058 cm^{-1}); na Figura 8.7(b), referente ao calcário (1409 cm^{-1}) e na Figura 8.7(c), referente ao ligante asfáltico (2924 cm^{-1}). Estas três imagens ATR são da mesma localização na amostra; elas são exatamente as mesmas imagens, mas visualizadas/analísadas de formas distintas.

Figura 8.7 – (a) absorbância no comprimento de onda 1058 (gnaisse); (b) absorbância no comprimento de onda 1409 cm^{-1} (calcário) e (c) absorbância no comprimento de onda 2924 cm^{-1} (ligante asfáltico) e seus expectros correspondentes

As imagens da Figura 8.7 confirmam que se trata de uma zona asfáltica, de mistura entre os componentes. Na Figura 8.7c, onde o comprimento de onda referente ao ligante asfáltico foi colocado em evidência, o ponto central da imagem mostra a presença dos três componentes: calcário, gnaisse e ligante.

No espectro da Figura 8.7(c), o ligante sintético parece não estar presente (ausência do pico em 743cm^{-1}). O gnaíse do RAP e o agregado poderiam estar misturados com o ligante novo adicionado, o que confirmaria novamente uma boa mistura dos componentes. Este fenômeno é observado em outras imagens, mas análises suplementares são necessárias.

8.2 Localização do ligante modificado com SBS

No estudo de El Beze (2008), a banda característica do polímero SBS no comprimento de onda 965 cm^{-1} não pôde ser usado como marcador, porque o teor de SBS no ligante era de aproximadamente 4,7%. Isto foi protanto, dificilmente distinguível dos ruídos do background quando analisado em modo imagem ATR. Porém, nesse estudo, amostras contendo SBS foram analisadas com o objetivo de tentar localizar o marcador do SBS. A Figura 8.8 apresenta a imagem visível da mistura reciclada contendo ligante com SBS (como parte envelhecida). A região dentro do quadro em vermelho é a região contendo ligante asfáltico e foi escolhida para fazer as análises da imagem ATR-FTIR.

Figura 8.8 – Imagem visível de uma misutra asfáltica reciclada contendo ligante asfáltico modificado por SBS

A Figura 8.9 apresenta a imagem infravermelha da mistura asfáltica reciclada contendo ligante modificado por SBS, como ligante envelhecido. Foi mostrada uma superposição dos três componentes principais obtidos usando a técnica PCA (Figura 8.9(a)). Relembrando que o PCA é usado para chegar quanto um espectro é diferente de outro. Esta técnica olha para fatores em comum que variam em um espectro. Estes fatores são chamados componentes principais. Em todas as imagens foram realizadas atmosferic correction e noise reduction.

Na região em azul (Figura 8.9(a)), a presença de asfalto (pico em torno de 2920 cm^{-1}) é tão relevante quanto a presença de agregados (pico em torno de 980 cm^{-1}). Na região em verde, a presença de ligante asfáltico é mais marcante que a presença de agregado. Finalmente, na região em verde, a presença de ligante é muito menor que a presença de agregado.

Figura 8.9 – Imagem ATR-FTIR de uma mistura asfáltica reciclada contendo ligante SBS mostrando (a) a superposição de três componentes principais obtidos usando a técnica PCA e (b) e os espectros correspondentes.

Percebe-se a presença de ligante, mas não é possível diferenciar o ligante novo do ligante envelhecido. A intensidade da absorção que ocorre nos comprimentos de onda 1700 cm^{-1} e 965 cm^{-1} (referentes ao $\text{C}=\text{O}$ e CH) é baixa comparada a outras absorções na amostra no comprimento de onda em torno de 2920 cm^{-1} , por ex, sendo dificilmente detectável pela técnica ATR. Além disso, o agregado gnaiss tem uma forte absorção em torno do comprimento de onda 980 cm^{-1} , obscurecendo a absorção no comprimento de onda 965 cm^{-1} (referente ao SBS).

A imagem da Figura 8.10(a) é a mesma imagem da Figura 8.10(b), sendo avaliada diferentemente. Nessa Figura 8.10, foi usado o tratamento Compare Correlation Image, que indica as áreas na amostra onde o espectro é mais similar ao espectro de referência. Na Figura 8.10(a), o agregado gnaiss foi usado como espectro de referência; e na Figura 8.10(b), o espectro do ligante contendo SBS foi usado. Localizou-se a região onde estes materiais são predominantes, com correlação de 0,977 e 0,931 (Figura 8.10(a) e (b), respectivamente). Foi usada a gama de restrição entre 3500 a 744 cm^{-1} . Significando dizer que o programa comparou apenas a região entre tais comprimentos de onda.

Figura 8.10 – Imagem ATR-FTIR de uma mistura asfáltica contendo ligante SBS, análise por Correlação de Imagem e o espectro representativo (a) agregado gnaiss é o espectro do referência e (b) ligante SBS é o espectro de referência

Como conclusão, é possível identificar e localizar facilmente as regiões minerais e asfáltica na amostra. Entretanto, é difícil diferenciar os dois ligantes na amostra. Não é possível exibir a banda relativa ao C=O (1700 cm^{-1}) presente no ligante envelhecido, ou a banda referente ao CH presente no ligante SBS (965 cm^{-1}).

Não foi possível localizar a presença do SBS na mistura analisada, provavelmente devido à presença do agregado gnaiss, que possui forte absorvância no comprimento de onda 980 cm^{-1} . Em seu estudo, El Bèze (2008) também não obteve sucesso na localização do SBS.

8.3 Localizando um ligante modificado com EVA

A amostra usada nesse estudo é a mistura reciclada a quente contendo RAP (mistura 7). O índice carbonila, cuja banda infravermelha é em torno de 1700 cm^{-1} , foi utilizado como marcador. O ligante adicionado possui polímero EVA, com bandas situadas em 1240 e 1725 cm^{-1} .

Na Figura 8.11 é mostrada uma superposição dos três principais componentes da mistura encontrados usando a ferramenta PCA, para revelar as diferenças entre os espectros mais claramente. A região azul é ligada a uma presença forte de

agregados, a zona vermelha é ligada à presença de ligante e a zona verde há presença de ligante e agregado, sendo a zona do masticue.

Figura 8.11 – Imagem ATR-FTIR de uma mistura asfáltica reciclada contendo ligante modificado com EVA (imagem com 200µmx300µm) mostrando (a) uma superposição dos três principais componentes obtidos usando a técnica PCA

Na Figura 8.12, é apresentada a imagem após o tratamento compare correlation image. O espectro do ligante recuperado do RAP foi usado com espectro de referência. Foi encontrada a área exata onde o ligante do RAP é mais prevalente, com correlação de 0,867 (zona avermelhada). Dois espectros representativos das zonas azuis e verdes colocam em evidência uma ausência de ligante, confirmando os resultados da análise PCA. Na Figura 8.12, os espectros representados das regiões azul, vermelha e verde são apresentados. A presença de ligante asfáltico é evidente, porém não se pode afirmar qual ligante está sendo mostrado.

Figura 8.12 – Imagem ATR-FTIR de uma mistura asfáltica reciclada contendo ligante EVA (imagem com 200µmx300µm) mostrando (b) análise por correlação de imagem e (c) espectro representativo

Figura 8.13 mostra o detalhe referente aos espectros 14, 15 e 16 apresentados na Figura 8.12. No espectro 14, percebe-se a presença do pico 1647 cm^{-1} , que pode ser relacionado à presença de ICO no ligante do RAP. Neste espectro 14, observa-se a presença do ligante contendo EVA; em torno do comprimento de onda 1725 cm^{-1} . Figura 8.13 sugere que na amostra analisada o ligante adicionado está misturado com o ligante do RAP.

spectrum 14 at 85, 74.sp

[ligante rap.sp](#)

(a)

spectrum 16 at -124, 80 (e7t6e1).sp

[ligante rap.sp](#)

(b)

spectrum 15 at -32, 4 (e7t6e1).sp

[ligante rap.sp](#)

(c)

Figura 8.13 – Detalhe dos espectros 14, 15 e 16 indicados na Figura 8.12

Estes primeiros resultados representam apenas uma parte das análises realizadas sobre este material. Os resultados não podem ser generalizados, nem para as outras zonas da amostra, nem para outros materiais. O resultado principal é que o marcador do EVA pode ser observado dentro de uma mistura asfáltica reciclada, que pode ser utilizada no revestimento de um pavimento real.

Capítulo 9. **CONCLUSÕES GERAIS**

Este trabalho teve como objetivo estudar o interesse e os problemas potenciais ao combinar, em laboratório, as técnicas de Mistura Asfáltica Morna (aditivo surfactante) e o uso de elevado percentual de RAP (50%) na fabricação de misturas asfálticas. Foi realizado um estudo da durabilidade das misturas por meio da simulação do envelhecimento das mesmas em laboratório, seguido de caracterização mecânica, a partir dos ensaios de: dano por umidade, deformação permanente, módulo complexo e vida de fadiga. Análises de comportamento foram realizadas para comparar mistura morna e quente contendo 50% de RAP com mistura morna e a quente sem adição de RAP. Alguns estudos preliminares, essenciais ao desenvolvimento do trabalho, foram realizados em laboratório, quais sejam: caracterização do RAP, protocolo de envelhecimento das misturas e estudo mecânico da remobilização do ligante do RAP.

Quanto ao RAP utilizado neste trabalho, foi realizado um estudo da sua homogeneidade, por meio da separação do material em quatro frações granulares. Para cada fração, foram determinadas a granulometria e teor de ligante. Além disso, foi feita a caracterização do ligante asfáltico recuperado de cada fração com relação à penetração, ponto de amolecimento, teor de asfaltenos e índices de oxidação. Os resultados da caracterização do RAP demonstraram claramente que a curva granulométrica e o teor de ligante variam fortemente de acordo com a fração granular. A fração mais fina apresentou teor de ligante de 8,5% e a mais graúda um teor de 3,2%, revelando a importância dos finos do RAP em termos de ligante asfáltico, por ser o ligante o material de maior custo da cadeia produtiva de misturas asfálticas. Constatou-se ainda que as propriedades do ligante podem ser consideradas como independentes da fração granulométrica, sendo este fato positivo para o nível de homogeneidade do estoque de RAP. Esta proximidade é devido ao fato que o RAP utilizado no estudo é originário de uma mesma fonte (único trecho fresado). Um estoque composto de um RAP de fontes múltiplas apresentaria (fresagem de vários trechos de idades e características diferentes), provavelmente, maior variabilidade nas propriedades do ligante.

Foi proposto um protocolo de envelhecimento oxidativo das misturas asfálticas, a fim de simular melhor o que poderia ser a resposta das misturas testadas após vários anos de vida de serviço. Este protocolo, chamado **RILEM adaptado**, é baseado no

procedimento de envelhecimento proposto no âmbito do RILEM (DE LA ROCHE et al., 2010) e supõe acelerar o processo de oxidação no interior da mistura. A principal diferença entre os dois protocolos é que no método RILEM o envelhecimento de longo prazo é feito na mistura solta e no método **RILEM adaptado** o envelhecimento de **longo prazo é feito na mistura compactada**. As amostras estudadas no **RILEM adaptado** são retiradas do **miolo da placa compactada**. Os resultados desse estudo mostram que no método proposto o ligante asfáltico apresentou-se menos envelhecido que o método RILEM. Por outro lado, o ligante do **RILEM adaptado** apresentou valores de penetração (18 1/10 mm) e de ponto de amolecimento (67°C) próximos aos do ligante do RAP estudado nesse trabalho (18 1/10 mm e 63°C).

A avaliação da mobilização do ligante asfáltico presente no RAP também foi realizada por meio de ensaios mecânicos. Misturas recicladas com 50% de RAP foram fabricadas considerando-se três possibilidades de aproveitamento de ligante do RAP (0%, 50% e 100% de mobilização). Os resultados foram comparados ao da mistura de referência, que é um concreto asfáltico, sem adição de RAP e com a mesma curva granulométrica das misturas recicladas. Concluiu-se que se pode considerar uma remobilização do ligante do RAP igual ou próxima a 100% na dosagem de misturas recicladas, pois ainda possui propriedades viscoelásticas de ligante asfáltico. O RAP é um material que não deve ser considerado um agregado negro (*black rock*), mas uma combinação de agregados e ligante asfáltico.

Para o estudo da durabilidade das misturas quentes e mornas contendo material reciclado, foi considerado que o ligante do RAP era 100% remobilizado; o RAP foi separado em frações e o teor de ligante usado no projeto foi baseado no teor de ligante proveniente de cada fração; e, finalmente, foi usado o protocolo RILEM-adaptado para o envelhecimento das misturas.

Os resultados de dano por umidade mostram que todas as misturas testadas apresentaram alta resistência à ação deletéria da água. A mistura reciclada a quente (HMA_50) apresentou maior resistência ao dano por umidade (0,98), e a mistura a quente de referência envelhecida (HMA_0a) apresentou menor resistência ao dano dentre as misturas testadas (0,82). A mistura morna reciclada após envelhecimento apresentou sensibilidade de 0,89. O valor mínimo de r/R requerido pela norma EN

12697-12 norma é de 0,78. Os resultados de dano por umidade enfatizam a importância da contribuição da reciclagem e da redução da temperatura.

Com relação ao ensaio de afundamento em trilha de roda, a mistura de referência apresentou o maior valor de afundamento (4,7%), dentre as misturas testadas, enquanto que a mistura morna reciclada apresentou o menor afundamento (2,5%). A tendência geral para todas as modalidades ensaiadas, é que as misturas fabricadas com técnica morna apresentam sempre melhores valores de resistência ao afundamento que as misturas a quente.

O ensaio de Módulo Complexo foi realizado nas oito misturas usando as temperaturas de -10, 0, 10, 15, 20, 30 e 40°C e as frequências de 1, 3, 10, 25, 30 e 40 Hz. Os resultados mostraram que as misturas de referência (HMA_0 e WMA_0) se comportaram da mesma maneira ao longo de todo o ensaio e apresentaram os menores valores de módulo à 15°C e 10Hz, quando comparadas às demais misturas. A mistura WMA_50a apresentou maior valor de rigidez (16035 MPa) que a mistura HMA_50a (15847MPa); observou-se que a mistura morna reciclada teve maior ganho de rigidez após o envelhecimento que a mistura quente reciclada. O mesmo aconteceu para as misturas não recicladas. A mistura morna não reciclada apresentou maior rigidez após o envelhecimento que a mistura quente não reciclada. Constata-se que a mistura morna parece ser mais susceptível ao envelhecimento de longo prazo. Estes resultados confirmam o comportamento da mistura morna quanto ao afundamento de trilha de roda, que indicou que as misturas WMA foram mais resistentes à deformação. Conclui-se que as misturas envelhecidas apresentam maior rigidez; e as misturas mornas são mais afetadas pelo envelhecimento. Porém, independente da mistura analisada, todos os valores de módulo obtidos estão acima do requerido pela norma (NF EN 13108-1) para este tipo de material: 7000 MPa a 15°C, 10 Hz.

Finalmente, no que diz respeito à fadiga das misturas, foram tiradas as seguintes conclusões: (i) a adição de RAP melhora a resistência à fadiga das misturas não envelhecidas (HMA_50 é mais resistente que HMA_0) e (WMA_50 é mais resistente que HMA_0); (ii) a adição de RAP não alterou a resistência à fadiga da mistura quente envelhecida (HMA_0a é tão resistente quanto HMA_50a); (iii) a adição de RAP reduz a resistência das misturas mornas envelhecidas (WMA_0a é mais

resistente que WMA_50a). O protocolo de envelhecimento proposto nesse estudo, RILEM-adaptado, melhora a resistência à fadiga das misturas de referência (**HMA_0a** é mais resistente que **HMA_0**) e (**WMA_0a** é mais resistente que **WMA_0**) e reduz a resistência à fadiga das misturas recicladas (HMA_50 e WMA_50). Apesar de serem mais sensíveis à fadiga que as misturas usinadas a quente, todas as misturas asfálticas mornas avaliadas apresentaram valores de ϵ_6 iguais ou superiores ao requeridos por norma ($\epsilon_6 = 100 \mu\text{def}$).

Os resultados principais do estudo da durabilidade mostram que os níveis requeridos pelas normas dos materiais são alcançados na técnica morna, na reciclagem em taxas elevadas ou na combinação dessas duas técnicas. Como conclusão final do estudo mecânico, a técnica de mistura asfáltica morna tem a vantagem de possibilitar a reciclagem em taxas elevadas de RAP (mais de 25%, atingindo até 50%), sem o comprometimento da qualidade da mistura final. Todavia, para ter o controle da temperatura dos componentes, é necessário o uso de usinas adaptadas que prevejam a entrada de agregados fresados longe da chama do secador, de maneira que seu aquecimento se dê pelo contato com os agregados virgens. Somado a isso, um controle rígido do RAP utilizado, separando-o em frações granulares, incluindo um controle dos estoques e de sua procedência podem viabilizar a reciclagem em taxas elevadas e o uso de tecnologias mornas.

Parte II

No presente estudo, pela primeira vez, misturas asfálticas recicladas convencionais (compostas de diversas frações granulares) foram analisadas por meio da microscopia infravermelha, com o uso de um acessório para a técnica de reflectância total atenuada (ATR) com cristal de germânio (Ge). A microscopia é considerada a técnica mais adequada para observar *in loco* a qualidade do recobrimento do RAP por um ligante novo, e mapear a distribuição espacial desses dois componentes na mistura asfáltica. Trata-se de uma técnica de análise da superfície, mas requer rigorosa preparação das amostras. Foi desenvolvido um protocolo experimental para uso do acessório infravermelho que permitiu, devido à identificação prévia de marcadores internos, acompanhar a mobilização parcial do ligante envelhecido do RAP.

A técnica de imagem ATR permitiu identificar e localizar facilmente as regiões mineral e asfáltica na mistura. Também foi possível mapear a distribuição espacial de diferentes componentes, embora tenha sido difícil encontrar diferenças entre o ligante novo e o ligante envelhecido de mesma origem petroquímica. Foram feitas diferentes tentativas variando-se os tipos de aditivos, polímeros e ligante asfáltico, a fim de encontrar a forma mais adequada para diferenciar dois tipos de ligante dentro de uma mesma mistura reciclada. As análises não permitiram exibir a banda relativa ao C=O (1700cm^{-1}) presente no ligante envelhecido, ou a banda referente ao CH presente no ligante SBS (965cm^{-1}), mas foi possível identificar a banda C-O (1740cm^{-1}) presente no ligante EVA. Por este motivo, foi empregada a técnica de modificação com EVA do ligante novo.

O principal resultado desse estudo foi, primeiramente, o melhor controle da técnica de imagem ATR-FTIR e das habilidades potenciais do equipamento na análise de misturas asfálticas. O protocolo para a preparação das amostras e o protocolo usual para a análise dos resultados podem ser, agora, controlados.

As análises realizadas nas amostras mostram que a técnica de imagem ATR-FTIR pode ser aplicada em misturas asfálticas convencionais, e não somente em misturas asfálticas modelos. Em segundo lugar, alguns marcadores interessantes foram escolhidos para diferenciar os materiais novos do RAP em diversas misturas. Isto representa um primeiro passo para o estudo dos efeitos do recobrimento duplo quando se mistura RAP com novo ligante e novos materiais. Apesar destes novos avanços, a pesquisa por novos marcadores ajudaria a generalizar o estudo realizado para outras misturas.

Finalmente, deve-se notar que a imagem ATR-FTIR é uma análise “local”, que representa um desafio para a análise da homogeneidade de materiais betuminosos na escala das amostras ou dos estoques. Como conclusão, foi mostrado que a técnica ATR-FTIR pode ser usada para analisar a distribuição espacial de diferentes compostos químicos presentes no ligante asfáltico. Esta técnica ajudou a observar a mobilização do ligante do RAP em algumas misturas recicladas analisadas. Porém, alguns avanços ainda são necessários para se poder generalizar essas conclusões.

9.1 Recomendações e sugestões para continuidade da pesquisa

- Investigar a influência de outros tipos de aditivos – bem como do teor adicionado – na variação do comportamento mecânico de misturas recicladas mornas
- Investigar o efeito de outras taxas de incorporação de material asfáltico fresado no comportamento mecânico de misturas recicladas mornas
- Estudar misturas recicladas mornas contendo material asfáltico fresado proveniente de múltiplas fontes
- Investigar a influência do tempo e temperatura de usinagem para esse tipo de mistura reciclada
- Estabelecer uma metodologia de dosagem para misturas recicladas mornas
- Estudo reológico da interação entre os asfaltos antigo e novo, dentro da mistura reciclada
- Definir um procedimento de controle da heterogeneidade do material asfáltico fresado
- Medir as emissões de particulados e de gases na usinagem de misturas asfálticas mornas e na execução das camadas asfálticas compactadas
- Avaliar a redução de consumo de combustível nas usinas asfálticas devido ao uso de reciclados e da tecnologia morna
- Acompanhar a execução dos trechos experimentais e analisar os dados de controle tecnológico
- Analisar dados de deflexões e das bacias deflectométricas obtidas de avaliações estruturais em campo para estudar o resultado estrutural do revestimento asfáltico reciclado morno.
- Dar continuidade ao estudo no microscópio infravermelho usando o EVA como marcador do ligante asfáltico envelhecido.
- Utilizar uma ferramenta para polimento da superfície das amostras a serem analisadas no microscópio.

REFERENCIAS

AASHTO T 283-14. Standard Method of Test for Resistance of Compacted Asphalt Mixtures to Moisture-Induced Damage. STANDARD by American Association of State and Highway Transportation Officials, 2014.

ABNT NBR 15617-11. Misturas asfálticas — Determinação do dano por umidade induzida; ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas ; ABNT/ONS-034 Petróleo. 5 páginas. 2011.

AIREY, G.D. State of the Art Report on Ageing Test Methods for Bituminous Pavement Materials. International Journal of Pavement Engineering, Vol. 4 (3), pp 165-176. 2003.

AL-QADI, I.L.; ELSEIFI, M.; CARPENTER, S.H. Reclaimed asphalt pavement—a literature review. 2007.

ANDERSON, E.; DANIEL, J. S. Long-Term Performance of Pavement with High Recycled Asphalt Content: Case Studies, Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board, No. 2371, Transportation Research Board of the National Academies, Washington, D.C., 2013, pp. 1–12. DOI: 10.3141/2371-01.

APEAGYEI, A.; CLARK, T.; RORRER, T. Stiffness of High-RAP Asphalt Mixtures: Virginia's Experience. Journal of Materials in Civil Engineering, 25(6), 747–754. 2013. DOI: 10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0000543.

Asphalt In Figures 2010 – European Asphalt Pavement Association (EAPA). Disponível em : <<http://www.eapa.org/userfiles/2/Asphalt%20in%20Figures/Asphalt%20in%20figures%202010.pdf>>. Acessado em : 10 de janeiro de 2015.

Asphalt In Figures 2013 – European Asphalt Pavement Association (EAPA). Disponível em : <http://www.eapa.org/userfiles/2/Asphalt%20in%20Figures/AIF_2013_Final.pdf>. Acessado em : 10 de janeiro de 2015.

ASSOCIATION FRANÇAISE DE NORMALISATION. NF EN 12591. Bitumes et liants bitumineux. Spécifications des bitumes routiers. La Norme européenne EN 12591:2009 a le statut d'une norme française. Indice de classement : T 65-001. ICS : 93.080.20

_____. **NF 12697 – 24 – Annexe A** : Mélanges bitumineux - Méthodes d'essai pour mélange hydrocarboné à chaud - Partie 24 : résistance à la fatigue. Annexe A (normative) Essai de flexion en deux points sur des éprouvettes de forme trapézoïdale. La Norme européenne EN 12697-24:2012 a le statut d'une norme française. Indice de classement : P 98-818-24. ICS : 75.140 ; 93.080.20.

_____. **NF 12697 - 26 - Annexe A** : Mélanges bitumineux - Méthodes d'essai pour mélange hydrocarboné à chaud - Partie 26 : module de rigidité. Annexe A (normative) Essai de flexion en deux points sur des éprouvettes trapézoïdales (2PB-TR) ou sur des Éprouvettes prismatiques (2PB-PR).

_____. **NF EN 12697 - 22+A1** : Mélanges bitumineux - Méthodes d'essai pour mélange hydrocarboné à chaud - Partie 22: essai d'orniérage. La Norme européenne EN 12697-22:2003+A1:2007 a le statut d'une norme française. Indice de classement : P 98-818-22. ICS : 75.140 ; 93.080.20.

_____. **NF EN 12697-1** : Mélanges bitumineux - Méthodes d'essai pour mélange hydrocarboné à chaud - Partie 1: teneur en liant soluble. La Norme européenne EN 12697-1:2012 a le statut d'une norme française. Indice de classement : P 98-818-1. ICS : 93.080.20.

_____. **NF EN 12697-10** : Mélanges bitumineux - Méthodes d'essai pour mélange hydrocarboné à chaud - Partie 10: compactabilité. La Norme européenne EN 12697-10:2001, avec son corrigendum AC:2007, a le statut d'une norme française. Indice de classement : P 98-818-10. ICS : 75.140 ; 93.080.20.

_____. **NF EN 12697-12** : Mélanges bitumineux. Méthodes d'essai pour mélange hydrocarboné à chaud. Partie 12 : Détermination de la sensibilité à l'eau des éprouvettes bitumineuses. La Norme européenne EN 12697-12:2008 a le statut d'une norme française. Indice de classement : P 98-818-12. ICS : 75.140 ; 93.080.20.

_____. **NF EN 12697-24** : Mélanges bitumineux Méthodes d'essai pour mélange hydrocarboné à chaud Partie 24 : Résistance à la fatigue. La Norme européenne EN 12697-24:2012 a le statut d'une norme française. Indice de classement : P 98-818-24. ICS : 75.140 ; 93.080.20.

_____. **NF EN 12697-28** : Mélanges bitumineux Méthodes d'essai pour enrobés à chaud Partie 28 : Préparation des échantillons pour la détermination de la teneur en liant, de la teneur en eau et de la granularité. La Norme européenne EN 12697-28 : 2000 a le statut d'une norme française. Indice de classement : P 98-818-28. ICS : 75.140 ; 93.080.10.

_____. **NF EN 12697-3** : Mélanges bitumineux — Méthodes d'essai pour mélange hydrocarboné à chaud — Partie 3 : Extraction des bitumes à l'évaporateur rotatif. La Norme européenne EN 12697-3:2013 a le statut d'une norme française. Indice de classement : P 98-818-3. ICS : 75.140 ; 93.080.20

_____. **NF EN 12697-31** : Mélanges bitumineux — Méthodes d'essai pour mélange hydrocarboné à chaud — Partie 31: Confection d'éprouvettes à la presse à compactage giratoire. La Norme européenne EN 12697-31:2007 a le statut d'une norme française. Indice de classement : P 98-818-31. ICS : 75.140 ; 93.080.20

_____. **NF EN 12697-33+A1** : Mélanges bitumineux — Méthodes d'essai pour mélange hydrocarboné à chaud — Partie 33 : Confection d'éprouvettes au compacteur de plaque. La Norme européenne EN 12697-33:2003+A1:2007 a le statut d'une norme française. Indice de classement : P 98-818-33. ICS : 75.140 ; 93.080.20

_____. **NF EN 13108-1** : Mélanges bitumineux Spécifications des matériaux Partie 1 : Enrobés bitumineux. La Norme européenne EN 13108-1:2006, avec son corrigendum AC:2008, a le statut d'une norme française. Indice de classement : P 98-819-1. ICS : 93.080.20.

_____. **NF EN 13108-8** : Mélanges bitumineux Spécifications de matériaux. Partie 8 : Agrégats d'enrobés ; La Norme européenne EN 13108-8:2005 a le statut d'une norme française. Indice de classement : P 98-819-8. ICS : 75.140 ; 93.080.20

_____. **NF EN 1426** : Bitumes et liants bitumineux - Détermination de la pénétrabilité à l'aiguille . Indice de classement : T 66-004. ICS : 75.140

_____. **NF EN 1427** : Bitumes et liants bitumineux. Détermination du point de ramollissement Méthode Bille et Anneau. La Norme européenne EN 1427:2007 a le statut d'une norme française. Indice de classement : T 66-008. ICS : 75.140.

_____. **NF P 98-251-1** : Essais relatifs aux chaussées. Essais statiques sur mélanges hydrocarbonés. Partie1: Essai DURIEZ sur mélanges hydrocarbonés à chaud. Septembre 2002. Indice de classement: P 98-251-1. ISSN 0335-3931.

_____. **NF P98-250-3** : Essais relatifs aux chaussées. Préparation des mélanges hydrocarbonés. Partie 3 : Confection d'éprouvettes dans un bloc de mélange hydrocarboné. Norme française homologuée par décision du Directeur Général de l'afnor le 5 novembre 1992 pour prendre effet le 5 décembre 1992. Indice de classement : P 98-250-3.

ASTM D4124 – 09. Standard Test Method for Separation of Asphalt into Four Fractions. American Society for Testing and Materials (ASTM). DOI: 10.1520/D4124-09.

AURANGZEB, Q.; AL-QADI, I.L.; OZER, H.; YANG, R. Hybrid life cycle assessment for asphalt mixtures with high RAP content. Resources, Conservation and Recycling 83, 77–86. 2014. DOI:10.1016/j.resconrec.2013.12.004.

BABADOPULOS, L. F. A. L. A contribution to couple aging to hot mix asphalt (HMA) mechanical characterization under load-induced damage. M.Sc. Thesis, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Transportes, Centro de Tecnologia, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, Brazil. 2014.

BARTHEL, W., MARCHAND, J.-P., VON DEVIVERE, M. Warm Asphalt Mixes by Adding a Synthetic Zeolite. 3th. Eurasphalt & Eurobitume Congress, Vienna, Paper 354, 2004.

BENNERT, T., DANIEL, J.S., MOGAWER, W. Strategies for Incorporating Higher RAP Percentages: Review of Northeast States Implementation Trials. Presented at the Transportation Research Board 93rd Annual Meeting. 2014.

BERNUCCI, L.B., MOTTA, L.M.G., CERATTI, J.A.P.; SOARES, J.B. Pavimentação Asfáltica – Formação Básica para Engenheiros. 1. ed. Rio de Janeiro: PETROBRAS: ABEDA, 2007.

BEUVING E., SOUTHERN M. Creating Sustainable Asphalt Pavements. Euroasphalt & Eurobitume. 5th E&E Congress. A5EE-128. 2012.

BODIN D.; TERRIER J-P; PERROTEAU C.; HORNYCH P. AND MARSAC P. Effect of Temperature on Fatigue Performances of Asphalt Mixes. 11th International Conference on Asphalt Pavements. ISAP Nagoya, Aichi, Japan. Volume 1 of 3. 2010. ISBN: 978-1-61839-073-8.

BONFIM V. Fresagem de Pavimentos Asfálticos. São Paulo – SP. 2011

BOWERS, B.F.; HUANG, B.; SHU, X.; MILLER, B.C. Investigation of Reclaimed Asphalt Pavement blending efficiency through GPC and FTIR. Construction and Building Materials 50, 517–523. 2014. DOI:10.1016/j.conbuildmat.2013.10.003

BROSSEAUD Y., Reciclagem de misturas asfálticas: evolução após 10 anos e a situação atual na França, 3º Salão de Inovação ABCR – 7º Congresso Brasileiro de Rodovias e Concessões – Foz do Iguaçu – October 2011.

BROSSEAUD, Y. Método francês para dosagem de misturas asfálticas: abordagem, métodos de ensaio, confiabilidade e validade. In: ENCONTRO DO ASFALTO, 16. Rio de Janeiro. IBP, 2002 a. 1 CD-ROM.

BRUNDTLAND REPORT, from the United Nations World Commission on Environment and Development (WCED) was published in 1987. Publisher: Oxford University Press. 383p. ISBN: 019282080X.

COLBERT, B.; YOU, Z. The determination of mechanical performance of laboratory produced hot mix asphalt mixtures using controlled RAP and virgin aggregate size fractions. Construction and Building Materials Volume 26, Issue 1, January 2012, Pages 655–662. DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2011.06.068.

COPELAND, A. Reclaimed Asphalt Pavement in Asphalt Mixtures: State of the Practice. Federal Highway Administration, Report No. FHWA-HRT-11-021. Form DOT F 1700.7 (8-72). 2011.

COPELAND, A.; D'ANGELO, J.; DONGRÉ, R.; BELAGUTTI, S.; SHOLAR, G. Field Evaluation of High Reclaimed Asphalt Pavement-Warm-Mix Asphalt Project in Florida: Case Study. Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board 2179, 93–101. 2010. doi:10.3141/2179-11

DE LA ROCHE C; GABET T; VAN DE VEN M; VAN DEN BERGH W; GRENFELL, J. Results of Interlaboratory Tests on a Laboratory Bituminous Mixtures Ageing Protocol. Proceedings of the 11th International Conference on Asphalt Pavements, France. 2010.

DE LA ROCHE, C. ; VAN DE VEN, M.; PLANCHE, J-P.; VAN DEN BERGH, W. Hot Recycling of Bituminous Mixtures. Advances in Interlaboratory Testing and Evaluation of Bituminous Materials. State-of-the-Art Report of the RILEM Technical Committee 206-ATB. Vol IX., pp 361-428, 2013. Online ISBN: 978-94-007-5104-0. DOI: 10.1007/978-94-007-5104-0_7.

De La Roche. Module de rigidité et comportement en fatigue des enrobés bitumineux : Expérimentation et nouvelles perspectives d'analyse. Thèse de doctorat, Centrale Paris, 1996.

DELORME, J ; DE LA ROCHE, C. ; WENDLING, L. Manuel LPC d'aide à la formulation des enrobés. Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, 2007.

DNIT 005/2003 – TER. Defeitos nos pavimentos flexíveis e semi-rígidos Terminologia; Diretoria de Planejamento e Pesquisa / IPR. Ministério dos Transportes Departamento Nacional de Infraestrutura de Transportes. Rio de Janeiro – RJ. 2003. 12p.

DNIT 159/2011-ES: Pavimentos asfálticos – Fresagem a frio – Especificação de serviço. Instituto de Pesquisas Rodoviárias – IPR. Ministério dos Transportes Departamento Nacional de Infraestrutura de Transportes. Rio de Janeiro – RJ. 2011. 7 p.

DON BROCK J.. RICHMOND JL. Milling and recycling. Technical Paper T-127, ASTEC. INC., Chatanooga, USA; 2007.

DONY, A.. COLIN, J.. BRUNEAU, D.. DROUADINE, I.. NAVARO, J.. Reclaimed asphalt concretes with high recycling rates: Changes in reclaimed binder properties according to rejuvenating agent. Construction and Building Materials 41, 175–181. 2013. DOI:10.1016/j.conbuildmat.2012.11.031

DOYLE, JESSE D.; PHD, HOWARD; L, ISAAC, Compactability and Bitumen Utilization of 100% Warm-Mixed Reclaimed Asphalt Pavement, in: , [s.l.: s.n.], 2010.

EAPIC. Essais d'Aptitude par Inter-Comparaison. Rapport de présentation des résultats N° 1-4-010. 1^{ème} Campagne – 4^{ème} Session – Série n° 10. 2011. Disponível em <http://www.idrim.com/ressources/documents/1/858,EAPIC_Rapport-final-de-presentacion-.pdf> Acessado em 9 de Outubro de 2014

EL BEZE, L. Recyclage à Chaud des Agregats D'enrobes Bitumineux : Identification de traceurs d'homogénéité du mélange entre bitume vieilli et bitume neuf d'apport. Docteur de L'université Paul Cézanne Faculté des Sciences et Techniques, 2008.

EL BEZE, L.; ROSE, J.; MOUILLET, V.; FARCAS, F.; MASION A.; CHAURAND, P. BOTTERO, J-Y. Location and evolution of the speciation of vanadium in bitumen and model of reclaimed bituminous mixes during ageing: Can vanadium serve as a tracer of the aged and fresh parts of the reclaimed asphalt pavement mixture. Fuel 102 (2012) 423–430, 2012.

FARCAS F. Étude d'une Méthode de Simulation du Vieillissement des Bitumes sur Route, Études et Recherches des LPC, Série Chaussées, CR21, Ed. LCPC, 1998.

GLASSFORD, S.E., GOVADA, L., CHAYEN, N.E., BYRNE, B., KAZARIAN, S.G. Micro ATR FTIR imaging of hanging drop protein crystallisation. Vibrational Spectroscopy 63, 492–498. 2012. DOI:10.1016/j.vibspec.2012.07.011

HEUSSEN, P.C.M. et al, The use of ATR-FTIR imaging to study coated oil capsules, Vibrational Spectroscopy, v. 60, p. 118–123, 2012.

HOULT, R.A.; CARTER, R.; TURNER, A.; SPRAGG, R. Using a small linear array to obtain large images with FTIR. Perkinelmer life and analytical sciences, Chalfont Road, seer green, bucks hp9 2fx, uk. Perkinelmer precisely.

HUANG, B.; LI, G.; VUKOSAVLJEVIC, D.; SHU, X.; EGAN, B.K. Laboratory Investigation of Mixing Hot-Mix Asphalt with Reclaimed Asphalt Pavement. Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board No. 1929, Transportation Research Board of the National Academies, Washington, D.C., 2005, pp. 37–45.

HURLEY, G., PROWELL, B., AND KVASNAK, A. Ohio field trial of warm mix asphalt technologies: Construction summary. NCAT Rep. No. 09-04, Federal Highway Administration (FHWA), Washington, DC. 2009.

IFSTTAR (2013) Un grand équipement de l'IFSTTAR: Le manège de fatigue des structures routières. Institut Français des Sciences et Technologies des Transports, de l'Amenagement et des Reseaux. Disponível em: <<http://35ans-manege.ifsttar.fr/docs/Plaquette-manegeV1.pdf>> Accessed 07 October 2014

JUNG, S.H. The Effects of Asphalt Binder Oxidation on Hot Mix Asphalt Concrete Mixture Rheology and Fatigue Performance. Texas A&M University. Doctor of Philosophy. 2006.

KELES, H.; NAYLOR, A.; CLEGG, F.; SAMMON, C. Studying the release of hGH from gamma-irradiated PLGA microparticles using ATR-FTIR imaging. Vibrational Spectroscopy 71, 76–84. 2014. doi:10.1016/j.vibspec.2014.01.012

KENEDY T.; HARRIGAN E., The SHRP Asphalt Research Program Products, Proceedings Association of Asphalt Paving Technologists, 1990, vol. 59, pp. 610-620.

LIANG, R.Y.; LEE, S. Short-Term and Long-Term Aging Behavior of Rubber Modified Asphalt Paving Mixture. Transportation Research Record. vol. 1530, no. 1, pp. 11-17. 1996.

MALLICK, R. B.; KANDHAL, P. S.; BRADBURY, R. L., Using Warm-Mix Asphalt Technology to Incorporate High Percentage of Reclaimed Asphalt Pavement Material in Asphalt Mixtures, Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board, v. 2051, n. -1, p. 71–79, 2008.

MOLENAAR, A., HAGOS, E., AND VAN DE VEN, M. Effects of Aging on the Mechanical Characteristics of Bituminous Binders in PAC. Journal of Materials in Civil Engineering, Vol. 22, No. 8, SPECIAL ISSUE: Asphalt and Modified Asphalt Materials, pp. 779–787. ©ASCE, ISSN (online): 1943-5533, 2010. DOI: 10.1061/_ASCE_MT.1943-5533.0000021.

MONTEIRO, G. M. M. Análise de Revestimentos Orgânicos por Espectroscopia de Infravermelho – Construção de uma Base de Dados de Espectros. Universidade Técnica de Lisboa. Dissertação de Mestrado em Engenharia dos Materiais. 2007.

MOTTA, R. S. Estudo de misturas asfálticas mornas em revestimentos de pavimentos para redução de emissão de poluentes e de consumo energético. 229 p. Tese (Doutorado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2011.

MOUILLET, V. Spectroscopies des liants routiers : nouvelles approches macroscopique et microscopique. Thèse de doctorat, Université de droit, d'économie et des sciences d'Aix Marseille III, 1998.

MOUILLET, V.; FARCAS, F.; BATTAGLIA, V.; BESSON, S.; PETITEAU, P. ; LE CUNFF, F. Identification et dosage des fonctions oxygénées présentes dans les liants bitumineux : Analyse par spectrométrie infrarouge a transformée de Fourier : Methode d'essai. Issue Number: ME 69 Publisher: Laboratoire Central des Ponts et Chaussées (LCPC) 2010. ISSN: 1167-489X

MOGAWER, W.; Bennertb, T.; Danielc, J.S.; Bonaquistd, R.; Austermana, A.; Booshehriana, A. Performance characteristics of plant produced high RAP mixtures, Road Materials and Pavement Design, v. 13, n. sup1, p. 183–208, 2012. DOI: 10.1080/14680629.2012.657070.

MOUTIER, F. Etude statistique de l'effet de la composition des enrobés bitumineux sur leur comportement en fatigue et leur module complexe. Bulletin de Liaison du Laboratoire des Ponts et Chaussées, Numéro 172 :71–79. 1991.

NAHAR, S.N., MOHAJERI, M., SCHMETS, A.J.M., SCARPAS, A., VAN DE VEN, M.F.C., SCHITTER, G. First Observation of Blending-Zone Morphology at Interface of Reclaimed Asphalt Binder and Virgin Bitumen. Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board 2370, 1–9. 2013. DOI: 10.3141/2370-01

NAVARO, J.; BRUNEAU, D.; DROUADAIN I.; COLIN J.; DONY A.; COURNET J. Observation and evaluation of the degree of blending of reclaimed asphalt concretes using microscopy image analysis. Construction and Building Materials 37, 135–143, 2012. DOI:10.1016/j.conbuildmat.2012.07.048

NAVARO, J. Cinétique de mélange des enrobés recyclés et influence sur les performances mécaniques. Thèse Doctorat. Arts et Métiers ParisTech - Centre de Bordeaux Institut de Mécanique et d'Ingénierie École doctorale n° 432 : Sciences des Métiers de l'Ingénieur. pastel-00613982, version 1 - 8 Aug 2011.

NEWCOMB, D. An Introduction to Warm-mix. National Asphalt Pavement Association, Lanham, Maryland, 2006. Disponível em: <http://www.warmmixasphalt.com/submissions/4_20071125_introduction_to_warm-mix_asphalt.pdf> Acessado em: 10 de janeiro de 2015.

NGUYEN, V.H. Effects of Laboratory Mixing Methods and RAP Materials on Performance of Hot Recycled Asphalt Mixtures. PhD. Thesis, University of Nottingham, 2009.

NGUYEN, H.V. Effects of mixing procedures and rap sizes on stiffness distribution of hot recycled asphalt mixtures. Construction and Building Materials 47, 728–742. 2013. DOI:10.1016/j.conbuildmat.2013.05.056

OLIVEIRA JRM; SILVA HMRD; ABREU LPF; GONZALEZ-LEONC JA. The role of a surfactant based additive on the production of recycled warm mix asphalts – Less is more. Construction and Building Materials. Vol. 35, pp. 693–700. 2012. DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2012.04.141.

OLIVEIRA JRM; SILVA HMRD; ABREU LPF; PEREIRA PAA Effect of Different Production Conditions on the Quality of Hot Recycled Asphalt Mixtures. Procedia - Social and Behavioral Sciences. Vol. 53, 3, pp. 266–275. 2012. DOI:10.1016/j.sbspro.2012.09.879

OLIVEIRA, J.A. Avaliação do Desempenho de Misturas Asfálticas Recicladas Mornas em Laboratório e em Campo. 2013. Dissertação (Mestrado em Programa de Mestrado em Engenharia de Transportes) - Universidade Federal do Ceará.

PIERI, N. Étude du vieillissement simulé et in situ des bitumes routiers par IRTF et fluorescence UV en excitation-emission synchrones. Thèse de doctorat, Université d'Aix-Marseille III, 1994.

PROWELL, B., HURLEY, G.C.; Crews, E. "Field Performance of Warm Mix Asphalt at the NCAT Test Track," Proceedings (CD), 86th Annual Meeting of the Transportation Research Board, National Academy of Sciences, Washington, D.C., 2007.

RE-ROAD, Final Report, Deliverable 7.3, 2012. <http://re-road.fehrl.org>. Accessed 06 Mars 2014.

SANTANA-GRECO J.A. E FABBRI G.T.P., Avaliação dos Efeitos do Envelhecimento e da Adição de Modificadores ao Ligante na Deformação Permanente Sofrida por Misturas Asfálticas Densas XVIII ANPET (Congresso) de Pesquisa e Ensino em Transportes, Brasil, 2004.

SARGAND, S., NAZZAL, M., AL-RAWASHDEH, A., AND POWERS, D. Field Evaluation of Warm-Mix Asphalt Technologies. *J. Mater. Civ. Eng.*, 24(11), 1343–1349. 2012. DOI: 10.1061/(ASCE)MT.1943-5333.0000434.

SETRA. Guide technique des enrobés à chaud, Sétra, Janvier 2008. <http://www.setra.equipement.gouv.fr/Utilisation-des-normes-enrobes-a.html>. Accessed 06 Mars 2014.

SHAW, J. (2007) TWG – Warm Mix Asphalt. Sasol reaching frontiers. Hunt Valley, MD – December. 2007. Disponível em: < http://www.warmmixasphalt.com/submissions/53_20080101_John%20Shaw%20-%20Sasobit.pdf > Acessado em: 05 de novembro de 2014.

SHIRODKAR, PRASHANT ET AL, A study to determine the degree of partial blending of reclaimed asphalt pavement (RAP) binder for high RAP hot mix asphalt, *Construction and Building Materials*, v. 25, n. 1, p. 150–155, 2011.

SHU, X. ; HUANG, B ; VUKOSAVLJEVIC, D. Laboratory evaluation of fatigue characteristics of recycled asphalt mixture. *Construction and Building Materials* 22 (2008) 1323–1330. 0950-0618/\$ - see front matter © 2007 Elsevier Ltd. All rights reserved. doi:10.1016/j.conbuildmat.2007.04.019

SMITH, B.C. Fundamentals of Fourier transform infrared spectroscopy / Brian C. Smith. -- 2nd ed. p. cm. Includes bibliographical references and index. ISBN 978-1-4200-6929-7 (hardcover : alk. paper) 1. Fourier transform infrared spectroscopy. I. Title. QD96.I5.S59, 2011.

TARBOX S. AND DANIEL J.S. Effects of Long-Term Oven Aging on Reclaimed Asphalt Pavement Mixture. *Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board*, No. 2294, Transportation Research Board of the National Academies, Washington, D.C., 2012, pp. 1–15. DOI: 10.3141/2294-01.

VALDÉS, G.; PÉREZ-JIMÉNEZ, F.; MIRÓ, R.; MARTÍNEZ, A.; BOTELLA, R. Experimental study of recycled asphalt mixtures with high percentages of reclaimed asphalt pavement (RAP). *Construction and Building Materials* 25 (2011) 1289–1297. Doi:10.1016/j.conbuildmat.2010.09.016.

VECTRA. Formulation des enrobés bitumineux - Matériels mlpc® développés par le LCPC. SYMETRA-FR LCPC/Vectra 12/09. Disponível em: <http://www.vectra.fr/export/sites/default/fr/_data/documents/Symetra_FR.pdf> Acesso em: 05 abr. 2013.

WARGHA FILHO, N.; JORGE, B.S.; CASTELO BRANCO, V.T.F.; SOARES, S.A. Influência da redução das temperaturas de usinagem e de compactação no comportamento mecânico de misturas asfálticas. In: XVIII Congresso de Pesquisa e Ensino em Trnsportes (ANPET). Curitiba, PR. Agência Brasileira do ISBN:978-85-87893-17-8

ZHAO S.; HUANG B.; SHU X.; JIA X. AND WOODS M. Laboratory Performance Evaluation of Warm-Mix Asphalt Containing High Percentages of Reclaimed Asphalt Pavement. *Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board*, No. 2294, Washington, D.C., 2012, pp. 98–105. DOI: 10.3141/2294-11.

ZHAO, D. Evolution de l'Adhérence des Chaussées : Influence des Matériaux, du Vieillissement et du Trafic – Variations Saisonnières, Thèse de l'École Doctorale Science pour l'Ingénieur, Géosciences, Architecture. 2011.

Introduction

Les notions de durabilité et de développement durable sont aujourd'hui des notions clefs dans le domaine de la construction routière. La durabilité est ici définie comme la durée de fonctionnement ou la durée de vie du matériau routier ou de la structure routière, en relation avec sa capacité à résister aux conditions climatiques et au trafic. À titre d'exemple, le vieillissement des bitumes est un des facteurs influant la durabilité des chaussées, en provoquant de la fissuration. Le développement durable est ici défini comme « l'ensemble des actions qui visent à répondre aux besoins actuels des êtres humains, sans compromettre la capacité des générations futures à satisfaire leurs propres besoins (Rapport Brundtland, 1987). Dans notre étude, il se traduit par une volonté d'économiser les ressources naturelles et l'énergie lors de la construction ou de la maintenance des chaussées en fin de vie. Le secteur des transports encourage l'utilisation de techniques durables, à la fois respectueuses de l'environnement et assurant la durabilité des matériaux.

Le recyclage des enrobés est l'une de ces techniques mises en avant. Elle limite l'utilisation de matériaux neufs et permet la gestion des stocks d'agrégats. Le recyclage a certes commencé dans les années 70, mais il reste un sujet non maîtrisé, notamment le recyclage à fort taux et son couplage avec les techniques d'enrobés tièdes, qui est actuellement un sujet très étudié. Ce couplage permet d'une part de ne pas surchauffer les granulats d'apports et donc de ne pas brûler le bitume des agrégats, mais il permet aussi de limiter les émissions de gaz à la fabrication, notamment les gaz à effet de serre. Ce couplage semble être une bonne solution sanitaire et environnementale.

Toutefois, plusieurs questions se posent actuellement sur ce couplage. La première question est relative à la durabilité de tels matériaux. Ont-ils des durées de vie équivalentes aux matériaux à chaud ? Ne sont-ils pas plus sensibles au vieillissement chimique ? D'autres questions se posent sur la remobilisation du liant de l'agrégat dans l'enrobé et sur le mélange effectif ou non du liant de l'agrégat et du bitume d'apport. L'absence de mélange des liants est décrite sous le terme de double-enrobage, qui peut avoir un impact sur la rhéologie du matériau final, pouvant

généraliser des défaillances d'un point de vue mécanique, notamment à long-terme. L'observation de ce phénomène est une avancée scientifique très récente, et encore en développement.

Cette thèse présente une étude sur le couplage de la technique tiède et du recyclage, à l'échelle macroscopique par une analyse mécanique des performances de tels matériaux et à une échelle microscopique par l'étude de la composition et de l'homogénéité des matériaux par le biais de l'imagerie infrarouge en mode de réflexion totale atténuée. L'analyse des performances des matériaux est basée sur les essais de la méthode française de formulation des matériaux de chaussée, l'essai de fatigue étant le plus pertinent des essais pour évaluer la durabilité de tels matériaux. Un protocole de vieillissement oxydatif a été mis en place et appliqué à certains échantillons avant les essais mécaniques afin de mieux évaluer leurs performances en fin de vie. Une étude microscopique, basée sur l'utilisation d'un microscope infrarouge a été développée afin d'étudier le phénomène de double-enrobage. Un protocole d'analyse a ainsi permis d'étudier des mélanges complexes, c'est-à-dire de vrais enrobés ou des enrobés proches de formules réelles.

Ce rapport de thèse est structuré de la façon suivante. La première partie présente une étude bibliographique sur les performances des couplages tièdes-recyclés d'une part et sur l'analyse d'enrobés par imagerie infrarouge d'autre part. Les seconde et troisième parties présentent respectivement les deux campagnes expérimentales. La première campagne expérimentale est une étude exhaustive des performances de quatre enrobés de même composition mais fabriqués avec et sans recyclés selon des techniques tièdes et chaudes. Quatre autres enrobés identiques ont par ailleurs été vieillis pour l'étude des performances à long terme. La seconde campagne expérimentale présente l'analyse en imagerie infrarouge appliquée à de nombreux matériaux bitumineux, composés de différents traceurs. Cette campagne a permis de mettre en place un protocole d'analyse ; elle a montré ses limites dans le choix des traceurs, mais a permis de mettre en évidence le potentiel d'une telle technique dans l'analyse des mélanges bitumineux.

Partie I: bibliographie

1.1- Performances mécaniques des enrobés tièdes avec agrégats

Les routes européennes sont essentiellement construites en enrobés bitumineux, ce qui représente des quantités très importantes de matériaux. Dans ce cadre, le recyclage des enrobés est d'une importance capitale si l'on souhaite économiser les ressources naturelles, c'est-à-dire les agrégats et le bitume. Il est par ailleurs important de limiter l'énergie nécessaire à la fabrication de ces enrobés, notamment par le biais de l'utilisation de techniques dites tièdes, par opposition aux enrobés classiques à chaud. Le recyclage et les techniques tièdes sont les deux sujets évoqués dans la bibliographie suivante.

Les chaussées routières peuvent être recyclées grâce à l'opération de fraisage, qui permet, depuis les années 70, de récupérer les matériaux des couches de chaussée de manière sélective (RE-ROAD 2012; COPELAND 2011). Le matériau fraisé est appelé fraisât, ou de manière plus générique, agrégat d'enrobé. Il est important de noter ici que les agrégats d'enrobés peuvent aussi contenir les refus de fabrication et des morceaux de chaussée issus de la déconstruction des chaussées à la pelleteuse (EN 13108-8). Le taux de recyclage de ces matériaux dépend de plusieurs facteurs, notamment de l'homogénéité des matériaux utilisés. Anderson et Daniel (2013) ont montré, par l'analyse des performances de portions d'autoroutes construites à un taux de recyclage de 20% et plus, que ces sections montraient une moins bonne qualité de roulement, plus de fissuration et une meilleure résistance à l'orniérage que les sections sans agrégats. Cependant, les différences observées n'étaient pas toujours significatives d'un point de vue statistique. Apeageyi et al. (2013) ont montré quant à eux que l'addition de quantités importantes d'agrégats d'enrobés dans les enrobés pouvait être utilisée sans compromettre les performances de la chaussée, notamment du fait d'un gain de raideur des matériaux. Le recyclage à fort taux souffre de quelques limitations. La première limitation est le niveau d'hétérogénéité des agrégats d'enrobés. En effet, un manque de contrôle de l'homogénéité des agrégats génère des incertitudes au niveau des performances des chaussées contenant ces agrégats (SETRA 2008). Colbert et You (2000) ont étudié la séparation des agrégats en classes granulaires sur les performances viscoélastiques des enrobés; Ils en ont conclu que l'ajout d'agrégat augmentait le module tangent des enrobés. Valdés et al. (2010) ont analysé les effets de la variabilité des agrégats

sur les enrobés. Les résultats ont montré qu'une bonne caractérisation des agrégats, couplé à une bonne gestion des stocks permettait de recycler à fort taux, à plus de 60%. Une seconde limitation est le problème de surchauffe des granulats nécessaire pour permettre d'inclure des agrégats à température ambiante et à fort taux dans le tambour. Sur certain tambours, cela limite considérablement le taux maximum de recyclage. L'utilisation des techniques tièdes peut faciliter l'incorporation d'agrégats à fort taux. Zhao et al. (2012) ont étudié les propriétés de résistance, de tenue à l'eau, et de fatigue d'enrobés tièdes, à la mousse, contenant 50% d'agrégats. Les résultats ont montré de meilleurs performances que les enrobés classique à chaud.

Ces études ont montré la possibilité de combiner le recyclage et les techniques tièdes, mais certains aspects de ce couplage doivent encore être analysés, notamment les performances à long terme, principalement basées sur les essais standards de la méthode de formulation française des enrobés bitumineux. Les essais mécaniques actuels, définis dans les normes européennes, ne prennent pas en compte le vieillissement des matériaux, ce qui ne permet pas d'accéder aux performances réelles des matériaux. Dans le cas de matériaux innovants tels que les matériaux tièdes avec agrégats, cela conduit à en limiter leur utilisation. Tarbox et Daniel (2012) ont évalué les effets d'un vieillissement oxydatif sur la réponse viscoélastique d'enrobés contenant des agrégats. Les résultats montrent que les matériaux contenant des agrégats sont moins sensibles au vieillissement, et que d'une manière générale, le vieillissement rend le matériau plus élastique et moins visqueux. Molennar et al. (2012) ont montré que le vieillissement des matériaux sur site fait chuter la résistance en fatigue des enrobés poreux, il limite par ailleurs la capacité du liant à relaxer les contraintes.

1.2- Études physico-chimiques des mélanges bitumineux

Quelques études ont été réalisées afin d'évaluer les conséquences de l'incorporation d'agrégats dans les enrobés sur leurs performances (AL-QADI et al., 2007; AURANGZEB et al., 2014; BENNERT et al., 2014; COPELAND, 2011; COPELAND et al., 2010; DONY et al., 2013). L'étude de l'efficacité du mélange du vieux bitume et du bitume d'apport est très récente. Différentes techniques ont été utilisées pour évaluer la qualité des mélanges : l'analyse par microscopie infrarouge en réflexion totale atténuée (EL BEZE, 2008); la microscopie sous lumière blanche et ultraviolette

(NAVARO et al., 2012); l'analyse par rayons X (EL BEZE et al., 2012); la microscopie à force atomique (NAHAR et al., 2013); l'analyse des performances mécaniques des matériaux (NGUYEN, 2013); la chromatographie par perméation de gel combinée à de la spectrométrie infrarouge afin d'évaluer les différences entre des enrobés sans recyclés, des agrégats et des mélanges d'agrégats (BOWERS et al., 2014).

L'analyse infrarouge est un bon outil de caractérisation qui permet de suivre différents traceurs chimiques de produits caractéristiques, selon Keles et al. (2014). Selon Glassford et al. (2012), cette technique permet de s'affranchir de colorants à ajouter dans les échantillons à étudier. Ainsi, l'imagerie infrarouge en mode de réflexion totale atténuée semble avoir un bon potentiel pour l'analyse des enrobés contenant des agrégats, notamment pour l'étude du mélange des bitumes. EL BEZE (2008) fut la première à utiliser cet outil d'imagerie à la Direction Territoriale Méditerranée du CEREMA, pour l'analyse d'enrobés théoriques, composés de fillers (315-500 μ m) et de 40% de bitume (pour des raisons techniques d'observabilité des espèces chimiques présentes). Ce premier travail a permis de préciser les conditions expérimentales pour la caractérisation des zones de mélange.

Partie II: Étude expérimentale des enrobés tièdes avec agrégats

Cette Cette première partie de thèse propose une méthode qui permettrait de mieux évaluer la durabilité des matériaux innovants, par le biais d'un vieillissement oxydatif appliqué aux échantillons avant les essais mécaniques. Le programme expérimental de la partie I est le suivant : il consiste à évaluer les performances d'un enrobé bitumineux de référence, fabriqué en technique chaude et tiède, avec et sans agrégats d'enrobés. Par ailleurs, un protocole de vieillissement oxydatif des enrobés a été mis au point. Il est basé sur le vieillissement RILEM (DE LA ROCHE et al. 2010). Ce protocole peut être appliqué avant la caractérisation mécanique des matériaux, afin de mieux apprécier les performances à long terme des matériaux. Etant donné que le taux de recyclage dépend fortement du niveau d'homogénéité des agrégats, il a été décidé de séparer nos agrégats en quatre classes granulaires, afin de mieux en contrôler la recomposition.

2.1- Description du programme, nomenclature

Nous essayons ici d'évaluer la durabilité du couplage de la technique tiède (WMA) et des agrégats d'enrobés. Les matériaux sont nommés WMA_RAP. La technique tiède est réalisée à l'aide d'un additif surfactant. Le taux de recyclage est de 50%. A titre d'exemple, un matériau tiède contenant 50% d'agrégats d'enrobés est nommé WMA_50. Dans cette étude, nous comparons ces matériaux à des matériaux tièdes sans agrégats (WMA_0), des enrobés chauds sans agrégats d'enrobés (HMA_0) ou avec agrégats d'enrobés (HMA_50). Le but de cette campagne est d'étudier les influences respectives de la technique de fabrication et de la présence d'agrégats.

Lorsque le protocole de vieillissement est appliqué aux échantillons avant essai, la lettre a est ajoutée au nom du matériau (ex : WMA_50a). Ce protocole de vieillissement est décrit dans l'une des sections suivantes. Tous les matériaux testés sont présentés dans la Table 1. Les enrobés chauds sont fabriqués à 160°C, les enrobés tièdes à 130°C, les agrégats d'enrobés ne sont jamais chauffés à plus de 110°C.

2.2- Caractéristiques du BBSG de référence

Le matériau de référence est un béton bitumineux semigreux (BBSG). Cette formulation est utilisée à la fois en technique chaude et en technique tiède. L'agrégat d'enrobé utilisé dans cette étude est de source unique. Il résulte d'une opération de fraisage sur le manège de fatigue des chaussées, en France, en 2007. La formule originale de l'agrégat est un BBSG 0/10 appliqué en Janvier 2008 et fraisé en Septembre 2009. Lors de la pose, le matériau a été légèrement surchauffé, provoquant une oxydation prématurée pour un matériau assez jeune. Une fois fraisé, l'agrégat a été stocké à l'air libre, exposé aux conditions climatiques. Il a ensuite été concassé, criblé, séparé en classes granulaires et stocké à l'intérieur du hall du laboratoire afin de limiter son évolution durant la thèse. Il est important de noter ici que les nouveaux matériaux sont formulés pour être identiques à la formulation initiale de 2007. Les granulats utilisés ont la même origine que ceux des agrégats.

Pour les formules contenant des agrégats d'enrobés, les quantités de bitume et de granulats neufs ont été ajoutées de telle sorte que l'on retrouve la formule initiale. Nous supposons ici que 100% de l'ancien liant est remobilisé. Les granulats sont en gneiss et proviennent de la carrière Bréfauchet, en France. Pour la formulation, trois

fractions de granulats ont été utilisées : 0-2 mm; 2,5-6,3 mm and 6,3-11,2 mm. Toutes les formules visent la même courbe granulométrique finale.

Le bitume des agrégats a une pénétration de 10 1/10 mm alors que le nouveau bitume a une pénétration de 37 1/10 mm et une température bille-anneau de 52,8°C. Le surfactant utilisé pour la technique tiède est le CECABASE RT®. Il est rappelé ici que le surfactant est supposé aider à l'enrobage des granulats à plus basse température, sans pour autant affecter la viscosité et les propriétés mécaniques de l'enrobé (OLIVEIRA et al. 2012).

Lors de la fabrication, les granulats sont initialement mélangés pendant 30 secondes. Une fois le bitume ajouté, le matériau est mélangé pendant deux minutes. L'enrobé foisonné est ensuite compacté grâce au compacteur de plaque MLPC. Ces plaques sont ensuite utilisées pour réaliser les différents échantillons.

2.3- Protocole de vieillissement avant essais

Le protocole de vieillissement utilisé dans cette étude est basé sur le protocole RILEM TC_ATB TG5. Ce protocole a pour objectif de reproduire le vieillissement oxydatif des enrobés jusqu'à leur fin de vie. Il est composé de deux phases successives : la phase de vieillissement court-terme, qui simule le vieillissement du matériau lors des phases de fabrication, de transport, de pose et de compaction ; et la phase de vieillissement long-terme, qui simule le vieillissement oxydatif du matériau durant sa vie d'enrobé. Le protocole RILEM consiste à placer un enrobé foisonné dans une enceinte climatique à 135°C pendant 4 heures, puis à 85°C pendant 9 jours. Dans notre étude, ce protocole a été adapté afin de permettre le vieillissement d'échantillons compactés. Il a ainsi été décidé d'appliquer le vieillissement court-terme à l'enrobé foisonné, de compacter l'enrobé, puis d'appliquer le vieillissement long-terme à l'enrobé compacté. Cette solution nous a paru la plus représentative de ce qui se passe sur site.

3- Fractionnement des agrégats

3.1- Séparation des agrégats en 4 fractions

Les agrégats sont des matériaux complexes difficiles à caractériser et à réutiliser. Les caractéristiques principales d'un stock d'agrégat sont sa teneur en liant, sa courbe granulométrique et ses caractéristiques rhéologiques. Dans le but d'assurer

une bonne homogénéité du matériau, celui-ci a été séparé en classes granulaires, comme cela est fait pour les granulats naturels. Il a été décidé d'utiliser 4 fractions granulaires : 0-2 mm; 2-4 mm; 4-8 mm and 8-12 mm. La fraction 0-2mm est celle qui passe à travers un crible de 2 mm. La fraction 2-4 mm est celle qui passe le crible de 4 mm mais qui ne passe pas au crible de 2 mm. Il s'agit donc d'un abus de langage, car il est certain que les agrégats de la fraction 2-4 mm contiennent des granulats agglomérés de plus petite taille. C'est la même chose pour les deux autres fractions.

Les teneurs en liants et les courbes granulométriques ont été déterminées pour l'agrégat complet et les quatre fractions. Les extractions de liants ont été effectuées selon la norme EN 12697-1, par le biais de l'Asphalt Analysator. La récupération du liant a été effectuée grâce à l'évaporateur rotatif selon la norme 12697-3. Les caractéristiques des fractions granulaires sont présentées dans la Figura 4.6 et le Tabela 4.2. On peut observer que les fractions les plus fines sont les plus riches en bitume. C'est la raison principale pour laquelle nous avons séparé l'agrégat en fractions granulaires, cela limite fortement les problèmes d'hétérogénéité en terme de teneur en liant, notamment du fait d'une présence potentielle de fines plus importante. Le Tabela 4.2 présente aussi une mesure des indices d'oxydation (teneur en carbonyles et sulfoxydes) de chaque fraction. Il est ici établi que le niveau d'oxydation ne dépend pas de la fraction étudiée. Ces résultats ne sont, bien entendu, pas extrapolables tels quels à l'intégralité des agrégats d'enrobés.

3.2- Homogénéité de l'agrégat recomposé

Une étude statistique des résultats de teneur en liant a été réalisée fin de vérifier que le matériau recomposé présente une meilleure homogénéité qu'un matériau non séparé en fractions granulaires. Pour cette étude, 30kg d'agrégats ont été échantillonnés sur un stock d'agrégats, ce stock étant supposé être déjà relativement homogène. Une partie des 30 kg a été séparée en 4 fractions pour ensuite recomposer 20 échantillons, que l'on a comparés à 8 échantillons issus des 30 kg initiaux. Le Tabela 4.3 résume les résultats de cette étude. La comparaison des coefficients de variations montre que les échantillons recomposés sont deux fois plus homogènes que les échantillons non recomposés. Il est important de noter ici que le coefficient de variation des échantillons recomposés est équivalent à celui trouvé lors d'un essai croisé sur les échantillons parfaitement identiques, mais testé dans

différents laboratoires. Un coefficient de variation de 1.52% représente la répétabilité de la mesure de la teneur en liant. Notre étude nécessiterait d'avoir plus de mesure d'échantillons non recomposés pour être considérée comme parfaitement valable d'un point de vue statistique.

3.3- Liste des essais mécaniques appliqués à nos enrobés

Pour chaque enrobé étudié, les tests suivants ont été effectués, relatifs à la méthode française de formulation des enrobés : l'essai de résistance à l'orniérage (EN 12697-22, annexe A1), l'essai de module complexe (EN 12697-26, annexe A) et l'essai de fatigue (EN 12697-24, annexe A). Bien que le BBSG soit un matériau de couche de surface, ses caractéristiques de surface n'ont pas été étudiées ici, par manque de temps et de disponibilité d'appareillage.

3.4- Résultats des essais mécaniques

3.4-1. Compactibilité (EN 12697-10)

La presse à cisaillement giratoire (PCG) a été utilisée pour déterminer la compactibilité des échantillons. 6 échantillons de chaque formule ont été testés. La Figura 5.4 et la Tabela 5.1 montrent les résultats des essais PCG en termes de teneur en vide et de pente de compaction. (voir l'équation 2 page 7).

Les principaux résultats de cette étude montrent que les matériaux sont assez comparables, excepté le matériau HMA_50 qui est légèrement plus compact. La pente de compaction des enrobés tièdes semble être légèrement plus faible, mais la conclusion générale est que ces matériaux ne peuvent pas être considérés comme statistiquement différent en ce qui concerne leur compactibilité.

3.4-2. Tenue à l'eau (EN 12697-12)

La tenue à l'eau de nos matériaux a été évaluée par le biais de l'essai Duriez. La valeur de résistance à la compression des matériaux immergés dans l'eau (r) est comparée à la valeur de résistance des matériaux secs (R), l'indice de sensibilité $I = r/R$ à l'eau des différents matériaux est présentée dans le Tabela 5.2 et dans la Figura 5.5. À titre indicatif, $I = 0,75$ représente la valeur normative minimum pour de tels matériaux. Les résultats démontrent que les matériaux sont globalement insensibles à l'eau et que la présence d'agréats ou l'utilisation de la technique tiède n'altère pas les propriétés du BBSG.

3.4-3. Tenue à l'orniérage (EN 12697-22+A1)

La tenue à l'orniérage des enrobés est évaluée par le biais de l'orniéreur MLPC selon la norme EN 12697-22, annexe A1. À titre indicatif, les normes relatives aux BBSG préconisent une profondeur d'ornière maximale de 10% à 30000 cycles. Les essais d'orniérage ont été réalisés sur les matériaux vieillis et non vieillis. Les résultats sont présentés sur la Figura 5.6 et le Tabela 5.3.

Les résultats obtenus montrent que les matériaux tièdes contenant des recyclés sont plus résistants à l'orniérage que les matériaux tièdes sans recyclés, eux-mêmes plus résistants que les matériaux chauds. Cet ordre est respecté que les matériaux soient vieillis ou non. Par ailleurs, les matériaux vieillis tiennent mieux à l'orniérage. Ces résultats s'expliquent principalement par le durcissement des enrobés générés par les techniques tièdes, l'incorporation des recyclés et le vieillissement oxydatif des matériaux.

3.4-4. Module complexe (EN 12697-26, annex A)

L'essai de module complexe est réalisé dans une gamme de fréquence allant de 1 Hz à 40 Hz, à des températures allant de -10°C à 40°C. 4 échantillons trapézoïdaux sont testés par matériau. Les essais ont été réalisés sur les matériaux HMA_0, WMA_0, WMA_50, HMA_0a, WMA0a et WMA_50a. Les résultats sont présentés sur la Figura 5.8 en terme de courbes maîtresse, la norme du module complexe étant tracée en fonction de la fréquence. Le principe d'équivalence temps-température est utilisé pour la construction des courbes maîtresses, à une température de référence de 15°C. Les résultats montrent que les enrobés HMA_0 et WMA_0 ont des comportements rhéologiques similaires. Ce sont les matériaux les moins raides. Les matériaux WMA_50 et HMA_50 sont plus raides que les précédents, ce qui est très marqué à basses fréquences. Ceci s'explique par une plus grande raideur des agrégats d'enrobé. À haute fréquence, les matériaux présentent des comportements similaires, ce qui s'explique essentiellement par une structure granulaire commune. La Figura 5.11 présente les résultats de module à 15°C / 10 Hz, sur les matériaux vieillis et non vieillis. Ces résultats confirment les tendances décrites précédemment.

Nous pouvons conclure de ces essais que les matériaux vieillis sont plus raides que les non vieillis, et que les matériaux tièdes sont les plus impactés par le protocole de vieillissement. Cependant, quel que soit le matériau testé, son module est toujours

plus élevé que le minimum requis par la norme pour ce type de matériau (soit 7000 MPa à 15°C, 10 Hz).

3.4-5. Essais de fatigue (EN 12697-24)

3.4-5.1. Description de l'essai

L'essai de fatigue utilisé est un essai de flexion 2 points contrôlé en déformation, selon la norme EN 12697-24. Les échantillons sont testés à différents niveaux de déformation. Les niveaux d'amplitude de déformation sont définis pour atteindre une durée de vie moyenne d'un million de cycles, comme précisé dans la norme. À fréquence fixée et température donnée, les paramètres de la loi de fatigue sont identifiés par régression linéaire sur le diagramme log-log, le nombre de cycle à rupture étant exprimé en fonction de l'amplitude de déformation (voir l'équation 1). La performance du matériau est exprimée grâce au paramètre ϵ_6 , qui représente l'amplitude de déformation menant statistiquement à une rupture à 10^6 cycles. La pente p nous informe aussi sur la sensibilité du mélange bitumineux à l'augmentation de l'amplitude de déformation (BODIN et al., 2010).

Les Tabela 5.4, Figura 5.13, Figura 5.14, Figura 5.15 et Figura 5.16, présentent les résultats des essais de fatigue, réalisés à 10°C et 25Hz, à 3 niveaux de déformation, pour les 8 enrobés testés. Pour chaque enrobé, 12 échantillons trapézoïdaux sont nécessaires, 4 par amplitude de déformation. Figura 5.13 et Figura 5.14 présentent les résultats de façon à comparer principalement les techniques chaudes et tièdes. La Figura 5.15 présente les mêmes résultats avec le taux de recyclage en paramètre principal. Sur la Figura 5.16 le paramètre principal est le niveau de vieillissement. Les résultats sont analysés après correction du niveau de déformation ϵ_6 en fonction du niveau de compaction des échantillons, comme cela a été proposé par Moutier (voir l'équation 8). Dans notre étude, le niveau de compaction de référence est 4,5%.

La Figura 5.12 présente les résultats d'essais de module complexe, réalisés avant les essais de fatigue. Ces essais de module sont moins riches en termes de résultats que les essais standards de module complexe, mais ils ont la particularité d'être parfaitement corrélés aux essais de fatigue car il s'agit des mêmes échantillons.

3.4-5.2. *Analyse des résultats*

Le résultat le plus général est que tous les matériaux testés ont une résistance à la fatigue supérieure au niveau requis par la norme ($\epsilon_6 = 100 \mu\text{def}$). La valeur la plus faible est obtenue pour WMA_0, et ne représente que 6% de moins que la valeur moyenne. La valeur maximale est obtenue pour HMA_50. La Figura 5.14 met en évidence le fait que les enrobés tièdes sont moins performants en fatigue que les enrobés chauds, quels que soient le niveau de vieillissement et le taux de recyclage, et malgré des valeurs de module complexe comparables. La Figura 5.15 montre que pour les matériaux non vieillis, la présence d'agrégats d'enrobés améliore les performances en fatigue (de 115 à 127 μdef pour HMA, de 100 à 119 μdef pour WMA). On observe des tendances contraires pour les matériaux vieillis. La Figura 5.16(b) souligne le fait que le protocole de vieillissement affecte HMA_0 et WMA_0 de manière positive, et HMA_50 et WMA_50 de manière négative. Cette figure montre aussi que le couplage des deux techniques ne conduit pas à des performances moindres que lors de l'usage de ces techniques séparément.

3.4-5.3. *Discussion sur les résultats*

Notre étude de laboratoire sur un matériau BBSG de référence ne montre aucun problème majeur au couplage de la technique tiède et du recyclage. Les résultats sont toujours meilleurs que ceux requis par la norme matériau sur le BBSG, même après un vieillissement oxydatif. D'un point de vue de la norme, toutes ces techniques, couplées ou non, sont convenables. Nous attirons cependant l'attention du lecteur sur la technique tiède, qui présente toujours de moindres performances comparée aux enrobés à chaud.

Nous sommes cependant conscient que cette étude est limitée et difficilement extrapolable à tous les enrobés, toutes les techniques tièdes, tous les niveaux de recyclage. Notre problème initial était de déterminer si un vieillissement oxydatif pouvait mettre en défaut le couplage tiède/recyclage ; quelques doutes subsistent, sans que rien ne soit évident.

3.5- **Conclusions sur la partie mécanique**

Ce travail avait pour objectif d'étudier le couplage de la technique tiède et du recyclage à fort taux. Il a d'abord été décidé de séparer les agrégats en classe

granulaires afin de maîtriser l'homogénéité du matériau lors de la recomposition. Les résultats de teneur en liant ont montré que le niveau d'homogénéité atteint est de l'ordre de grandeur de la répétabilité de l'essai, donc très bon. Un protocole de vieillissement oxydatif, basé sur le protocole RILEM, a été mis au point afin de pouvoir vieillir artificiellement les échantillons avant les essais mécaniques. Grâce à ce protocole, une étude approfondie des performances mécaniques des enrobés tièdes contenant des recyclés a été réalisée. Les résultats principaux de cette étude sont que les niveaux requis par les normes matériaux sont atteints en technique tiède, en recyclage à fort taux ou lors du couplage de ces deux techniques. Quelques doutes subsistent cependant sur l'usage des techniques tièdes, notamment en termes de performances en fatigue..

Partie III: analyse microscopique des enrobés tièdes avec agrégats

Nous rappelons ici que le recyclage à fort taux peut représenter, si les paramètres opératoires sont mal maîtrisés, un risque important avec des conséquences financières considérables pour les parties prenantes. L'un des problèmes majeurs lié au recyclage est l'absence de contrôle du mélange du bitume neuf d'apport et du vieux bitume issu des agrégats d'enrobés. Nous avons aujourd'hui peu de connaissances sur les phénomènes d'enrobage et moins encore sur le phénomène de double enrobage, c'est-à-dire l'enrobage des agrégats par le bitume d'apport, sans mélange du vieux et du nouveau liant. On soupçonne que ce phénomène de double enrobage, sans mélange des liants, pourrait être à l'origine de certains mécanismes d'endommagement des enrobés contenant des recyclés.

Le travail réalisé dans cette thèse a la particularité d'avoir été effectué sur des enrobés réels, composés de plusieurs fractions granulaires et de bitumes selon une composition réaliste, avec des bitumes du marché. L'objectif a été de développer l'utilisation de marqueurs adaptés permettant de distinguer les bitumes d'apport et les bitumes issus des agrégats, pour, *in fine*, évaluer la qualité de mélange de ces bitumes qui sont à des stades de vieillissement différents.

4.1-1. L'imagerie ATR-FTIR pour les enrobés bitumineux

L'utilisation de la technique de l'imagerie ATR-FTIR pour les enrobés bitumineux est une application relativement récente et innovante. Un rappel sur le principe de fonctionnement général de la spectroscopie infrarouge est donné ci-dessous en préambule à la présentation du développement expérimental qui a été nécessaire dans le cadre de cette thèse pour obtenir des images infrarouges des enrobés bitumineux qui soient exploitables.

4.1-1.1. *La spectroscopie Infrarouge par Transformée de Fourier (IRTF)*

La spectroscopie infrarouge est une technique analytique utilisée afin d'identifier des groupes fonctionnels de molécules organiques et certains minéraux. Les molécules sont excitées par des ondes électromagnétiques du domaine infrarouge, entre 400 et 4000 cm^{-1} . Lorsqu'une molécule absorbe une radiation électromagnétique, son niveau d'énergie totale augmente. Selon la théorie quantique, seul un quantum de radiation peut être absorbé par une molécule, élevant ainsi son énergie d'un niveau de base à un niveau excité. Les radiations infrarouges ont une énergie suffisante pour générer des translations, des rotations et des vibrations de la molécule. Chaque mode de vibration correspond à une longueur d'onde. De ce fait, l'analyse d'absorption des ondes infrarouges en fonction de la longueur d'onde correspond à un spectre spécifique d'une molécule ou d'une structure moléculaire, et peut être considérée comme une empreinte digitale de cette molécule. Des exemples de spectres sont présentés dans les sections suivantes.

Lors d'une analyse spectrale, la position d'un pic donne une information sur la structure de la molécule dans l'échantillon. L'intensité de ce pic donne une information sur la concentration de cette molécule dans l'échantillon. La largeur du pic est quant à elle sensible à la matrice de l'échantillon, à son pH, etc.....

Les notions d'absorbance et de transmittance sont mathématiquement liées l'une à l'autre, les spectres sont généralement tracés dans les deux modes. En absorbance, la hauteur d'un pic est proportionnelle à la concentration de la molécule, selon les lois de Beer-Lambert. Le spectre en absorbance peut aussi être utilisé plus qualitativement, pour la détection de la présence de molécules à l'intérieur d'un échantillon, pour l'identification de fonctions inconnues ou pour la comparaison à d'autres spectres.

4.1-1.2. *L'analyse infrarouge en réflexion totale atténuée (ATR-FTIR)*

Il s'agit d'une technique de spectrométrie infrarouge spécifique, grâce à laquelle les échantillons peuvent être analysés en phase solide ou liquide, sans préparation particulière (dissolution, étalement sur plaquette de KBr...). En mode ATR, un faisceau de lumière infrarouge passe par un cristal couvrant la surface de l'échantillon à analyser. Le rayon incident est réfléchi à l'interface crystal/échantillon, formant une onde évanescente qui se propage dans l'échantillon sur une épaisseur de quelques microns. Le rayon réfléchi est alors analysé en spectrométrie infrarouge, voir la Figura 2.13.

4.1-1.3. *Dispositif expérimental d'imagerie infrarouge en mode de Réflexion Totale Atténuée*

L'appareil utilisé dans cette thèse fut initialement utilisé par L. El Bèze (El Bèze, 2008). Toutes les images présentées ici ont été réalisées grâce au microscope infrarouge (Spotlight 400 FTIR Imaging System) de marque PerkinElmer (Figura 10.1). Pour générer les images, le système utilise une table de positionnement combinée à un cristal de réflexion ATR. Cet accessoire ATR est composé d'un cristal de germanium ayant un indice de réfraction de 4,01. Il fournit une surface « utile » de contact avec l'échantillon de 600 μm de diamètre. Ce dispositif permet d'interagir avec les échantillons d'enrobés sur une épaisseur de 2 μm , ce qui nécessite un bon contact entre l'échantillon et le cristal, et donc une bonne planéité de l'échantillon. Dans cette étude, les images ont été collectées avec une résolution spectrale de 16 cm^{-1} . La taille du pixel a été définie à 1.56 x 1.56 μm^2 , le nombre de scans par pixel varie de 2 à 4, les spectres ont été réalisés de 744 à 4000 cm^{-1} . Des surfaces allant de 25 x 25 μm^2 à 200 x 150 μm^2 ont été analysées.

Afin de traiter l'ensemble des spectres collectés et de pouvoir discriminer la présence de différents composants à la surface des échantillons, deux types d'analyses statistiques ont été effectués : l'analyse par composantes principales et l'analyse par corrélation d'images.

4.1-2. Analyse des images

4.1-2.1. *Traceurs chimiques*

Dans cette étude, on entend par traceurs chimiques, des bandes infrarouges caractéristiques d'un composant unique et repérables sur le spectre du mélange bitumineux.

Pour les granulats, le traceur du calcaire se situe autour de la bande à 1400 cm^{-1} , alors que le traceur pour les granulats gneiss, se situe autour de 980 cm^{-1} . Pour les bitumes, le traceur le plus important est celui relatif à la présence des composés aliphatiques CH_2 et CH_3 , autour 2900 cm^{-1} . On peut ajouter, dans le cas des bitumes vieilliss, deux traceurs relatifs à l'oxydation des bitumes, notamment à la présence de carbonyles et sulfoxydes autour des bandes à 1700 et 1030 cm^{-1} . Enfin les liants modifiés peuvent aussi être détectés par le biais des polymères qui sont ajoutés, respectivement les SBS et EVA. Le traceur SBS se situe à 965 cm^{-1} , le traceur EVA se situe à 1740 cm^{-1} .

4.1-2.2. Analyse des bandes spectrales (longueurs d'onde) dans l'échantillon

Cette analyse est la plus basique de toutes. Elle consiste à suivre une bande spectrale sur l'ensemble des spectres de l'image. Par exemple, la bande relative à la présence de CH_2 est analysée sur l'ensemble des spectres de l'image, ce qui peut, dans notre étude, indiquer la présence de bitume ou non à un endroit spécifique de l'échantillon. Il s'agit ici d'évaluer la concentration de certaines molécules à la surface de l'échantillon.

4.1-2.3. Analyse par corrélation d'images (ICA)

Une ICA indique, sur une image, les zones de l'échantillon où le spectre est le plus similaire à un spectre de référence donné. Le protocole consiste à identifier un composant donné par son spectre infrarouge, avant d'analyser sa présence au sein de l'échantillon d'enrobé. Cette méthode est assez simple d'utilisation. Elle est cependant plus évoluée que la précédente car elle se situe plus à l'échelle du composant, comme le bitume ou l'agrégat, qu'à l'échelle de la fonction chimique.

4.1-2.4. Analyse en composantes principales (PCA)

L'analyse en composantes principales est la plus évoluée des analyses présentées ici. À partir de l'ensemble des spectres d'une image donnée, cette technique statistique permet de mettre en évidence les différences majeures entre un nombre donné de composants principaux, à la surface de l'échantillon. La PCA donne généralement une bonne première approximation des différents composants à la surface de l'échantillon. Elle est très pratique en première approche pour évaluer rapidement la composition de la surface de l'échantillon. Cependant, cette analyse ne permet pas de localiser et de suivre un composant bien particulier, car celui-ci peut ne pas faire partie des composants principaux de la zone d'analyse.

4.1-2.5. Protocole d'analyse d'images de cette étude

Tous les composants des échantillons ont d'abord été caractérisés individuellement : les diorites, les granulats calcaires, les liants neufs et vieillis, les polymères et les liants associés, de même que des additifs comme le surfactant CECABASE et des colorants. Ensuite chaque échantillon a fait l'objet d'une étude ICA puis d'une étude PCA. Les derniers échantillons ont été principalement analysés par corrélation d'image.

4.2- Matériaux étudiés

Le matériau de référence nommé BBSG 0/10, utilisé dans la partie mécanique est aussi utilisé ici comme matériau de référence. Pour des raisons techniques relatives à l'analyse d'image, différents traceurs ont été ajoutés dans les mélanges, d'autres ont été enlevés, principalement dû au fait que leur spectre interférerait avec le spectre des agrégats d'enrobés ou des nouveaux bitumes. Comme l'objectif de cette étude est l'analyse du mélange des agrégats d'enrobés avec les matériaux d'apports, deux types de granulats ont été intégrés dans la formule, les granulats initiaux en gneiss et des granulats calcaires. Pour la détection des bitumes, plusieurs bitumes ont été testés : le bitume utilisé pour le matériau de référence, deux bitumes modifiés au polymère, l'un modifié au SBS, l'autre à l'EVA, et un bitume d'origine végétal, un bitume d'algue et un bitume synthétique. Les bandes relatives à la présence de molécules oxydées (carbonyle et sulfoxyde) ont aussi été utilisées comme traceur.

4.2-1. Enrobés et agrégats de référence

L'enrobé de référence est le BBSG 0/10 ou AC10 en anglais, défini dans la partie I. L'agrégat d'enrobé est aussi l'agrégat de référence défini en partie I. À partir du matériau de référence, différents mélanges ont été réalisés. Des traceurs ont été ajoutés, soit dans les matériaux d'apport, soit dans les agrégats.

4.2-2. Variantes d'enrobés

Neuf mélanges ont été analysés, ils sont présentés dans la Tabela 7.1. Les mélanges 1,2, 5,6, 7, 8 et 9 contiennent 50% d'agrégats d'enrobés et 50% de matériaux neufs. Les mélanges 3 et 4 sont différents. Dans le mélange 1, le liant d'apport est modifié au SBS, et l'agrégat d'enrobé contient principalement des gros grains. Dans le mélange 2, c'est le liant de l'agrégat qui est modifié au SBS. Dans le mélange 3, seul un liant modifié au SBS est ajouté dans les agrégats d'enrobés. Dans le mélange 4, le liant d'apport est un liant végétal et l'agrégat d'enrobé ne contient que ses fractions les plus grosses. Dans les mélanges 5 et 6, le liant d'apport est un liant végétal. Deux agrégats d'enrobés artificiels différents ont été utilisés. Ces agrégats artificiels sont fabriqués de la manière suivante (voir la figure Figura 7.4): le liant de l'agrégat est dissolu dans un solvant par le biais de l'Asphalt Analysator, puis récupéré par évaporation selon la norme EN 12697-3. Les fines, entre 0 et 315 μm sont éliminées par nettoyage des agrégats à l'eau et filtration au crible de 315 μm . Les granulats de l'agrégat sont ensuite séparés en deux classes granulaires par le biais d'un crible de 4 mm. Deux agrégats d'enrobés artificiels sont alors recréés : un 0-4 mm sans fines et un 4-8 mm. Le mélange 7 utilise un bitume d'apport modifié à l'EVA. Dans le mélange 8, le bitume d'apport est un bitume végétal et l'agrégat d'enrobé est celui de référence.

Un nombre important d'analyses a été effectué afin d'identifier des traceurs efficaces, notamment pour l'étude et la caractérisation du double enrobage. Nous avons par exemple tenté d'utiliser le SBS comme traceur pertinent, mais comme El Bèze lors de ses travaux de thèse, le traceur SBS s'avère quasi invisible dans un enrobé standard. Dans ce résumé, seules les analyses relatives aux matériaux 2, 7 et 9 sont présentées.

4.2-3. Préparation des échantillons

Les échantillons pour l'analyse infrarouge sont obtenus par un carottage puis un sciage des enrobés. Ils ont une dimension de $2 \times 2 \times 0,5 \text{ cm}^3$ (voir la Figura 7.5), adaptée au dispositif de mesure. La première difficulté est d'obtenir des échantillons de parfaite planéité. La seconde difficulté expérimentale consiste à éviter que les composants à la surface d'échantillon ne se mélangent. Pour cette raison, les échantillons ne sont pas polis, et ils sont refroidis à -10°C avant d'être sciés.

4.3- Résultats et discussions

4.3-1. Quelques éléments bibliographiques

Durant sa thèse, El Bèze a conduit des analyses infrarouges sur des enrobés modèles, fabriqués en mélangeant des fines calcaires ($315 - 500 \mu\text{m}$) avec 20% de bitume vieilli (8 jours en PAV), ré-enrobés avec 20% de bitume d'apport. Trois options de traceurs furent envisagées afin de différencier le bitume de l'agrégat d'enrobé du bitume d'apport: le degré d'oxydation du vanadium, l'utilisation de polymères et les traceurs carbonyles et sulfoxides relatifs à l'oxydation. *In fine*, seuls les traceurs relatifs à l'oxydation ont été sélectionnés pour analyse microscopique infrarouge dans sa thèse.

La première étape de son analyse a été de localiser le calcaire et le bitume grâce au suivi de bandes spectrales caractéristiques des deux composants, ce qui a permis de montrer la distribution spatiale du bitume et du calcaire au sein de l'enrobé « modèle » de laboratoire. La seconde étape a été de localiser les traceurs d'oxydation au sein des zones de bitume. Cette analyse a permis de conclure que le vieux bitume et le bitume d'apport se mélangent, mais pas de manière totalement homogène. Malgré cette absence d'homogénéité à l'échelle de l'analyse, le phénomène de double enrobage n'a été observé que dans un cas isolé.

4.3-2. Localisation du bitume et des granulats dans un enrobé classique

Le matériau 2, dont le bitume d'agrégat d'enrobé est modifié au SBS, a été utilisé pour cette première étude. La Figura 8.8 montre une image (optique) obtenu par microscopie infrarouge d'un échantillon du matériau 2.

La Figura 8.9 présente l'analyse en composantes principales de cette zone. Les trois couleurs bleue, rouge et verte mettent en évidence les 3 grandes familles de spectres. Les trois spectres sont présentés sur la figure de droite. De ces deux

figures, nous pouvons affirmer que dans la zone bleue, la présence de bitume, caractérisée par un pic à 2920 cm^{-1} , est aussi importante que la présence de granulats, caractérisée par un pic à 980 cm^{-1} . Dans la zone rouge, la présence de bitume est nettement plus marquée que la présence de granulats. Dans la zone verte, la présence de granulats est nettement plus marquée que la présence de bitume. Il semble alors possible de distinguer les zones de granulats, de bitume, et de mastic (mélange des deux...)

Les Figura 8.10 (a) et (b) présentent des analyses par corrélation d'image. La zone étudiée sur ces figures est la même que celle étudiée sur la Figura 8.9. Dans la Figura 8.10 (a), le spectre d'un granulat de gneiss est utilisé comme référence, alors que dans la Figura 8.10 (b), le spectre d'un bitume modifié au SBS est utilisé comme référence. Le rouge correspond à une corrélation de 1, le bleu à une corrélation proche de 0. Il est donc possible de localiser spatialement les granulats de gneiss et le bitume sur cette zone.

L'analyse de cet échantillon n'a pas permis de faire la distinction entre le liant de l'agrégat et le liant d'apport. Le vieux bitume, que l'on aurait théoriquement pu distinguer par la présence de carbonyles et de SBS, n'a ici pas pu être détecté. En effet, ces deux traceurs sont visibles en trop faible intensité comparés à l'ensemble des composants de l'échantillon. L'absorption due à la présence de gneiss occulte complètement la possible absorption du SBS.

De cette analyse, il semble possible d'identifier et de localiser spatialement des zones minérales et des zones plus organiques à la surface d'un échantillon. La distinction des différents bitumes à des stades de vieillissement différents est plus complexe.

4.3-3. Localisation d'un bitume modifié au SBS dans un échantillon

Le marqueur SBS est impossible à localiser en présence de gneiss, du fait de la forte absorption du gneiss à 980 cm^{-1} située dans la zone de la bande caractéristique du SBS à 982 cm^{-1} . La Figura 8.10 illustre bien ce phénomène. La forte absorption du gneiss masque donc le traceur SBS. En présence de granulats « standard » en gneiss, il est ainsi impossible de localiser un bitume modifié au SBS. Ces conclusions confirment les résultats d'El Bèze.

4.3-4. Localisation d'un bitume modifié à l'EVA dans un échantillon

L'échantillon utilisé pour cette étude est un enrobé recyclé à chaud, contenant des agrégats (matériau 7). Le traceur carbonyle, dont la bande infrarouge caractéristique est à 1700 cm^{-1} est utilisé comme traceur des agrégats. Le bitume d'apport est localisé grâce aux bandes du polymère EVA situées à 1240 et 1725 cm^{-1} .

Figura 8.11 présente une première analyse en composantes principales. La zone bleue est liée à une présence forte de granulats, la zone rouge à une présence forte de bitume et la zone verte à la présence de bitume et de granulats, que l'on définit comme une zone de mastic. Dans la Figura 8.12, une corrélation d'image est effectuée. Le spectre de référence est celui d'un bitume d'agrégat extrait de l'agrégat et récupéré. Une zone de présence de ce bitume dans l'échantillon est validée par un coefficient de corrélation de 0,867 (zone rouge). Deux spectres représentatifs des zones bleues et verts mettent bien en évidence une absence de bitume, confirmant les résultats d'analyse en composantes principales. Les spectres présentés en Figura 8.13 présentent des pics à 1725 et 1240 cm^{-1} , liés à la présence d'EVA et donc de bitume d'apport. Il semble donc sur cette image que le bitume d'apport se soit mélangé avec le bitume de l'agrégat.

Ces premiers résultats ne représentent qu'une partie des analyses effectuées sur ce matériau. Ils ne peuvent pas être généralisés, ni au reste de l'échantillon, ni à d'autres matériaux. Le résultat principal est que le traceur EVA peut être observé à l'intérieur d'un enrobé qui pourrait être utilisé sur une chaussée réelle.

4.3-5. Identification et localisation des agrégats d'enrobés dans un échantillon

Cette identification est réalisée grâce à un enrobé dont la formulation est plus théorique. Cet enrobé est fabriqué à partir de 50% d'agrégats et de 50% de matériaux d'apport. Les matériaux d'apport sont constitués de granulats calcaires et de bitume synthétique. L'agrégat est composé de granulats en gneiss et d'un bitume conventionnel. Chaque composant de cet enrobé particulier (enrobé 9) est présenté sur Figura 8.1. La Figura 8.2 présente six différentes zones d'analyse en imagerie infrarouge, à savoir au sein de: chaque type de granulat, aux interfaces granulat/mastic et dans le mastic.

4.3-5.1. *Spectre ATR du granulat calcaire*

La Figura 8.3(a) présente une image optique obtenue d'un granulat calcaire de référence. La Figura 8.3(b) présente une analyse par corrélation d'image dans le matériau n°9, le spectre du granulat calcaire étant le spectre de référence. On peut noter que le niveau de corrélation le plus bas est de 0,7 entre le spectre de référence et le granulat du matériau n°9. Les valeurs de PCA (voir Figura 8.3(c)) confirment que seul le calcaire est présent toutes les valeurs sont relativement proche de zéro.

La Figura 8.3(e) présente une analyse de bande spectrale, relative à la bande d'absorption caractéristique du calcaire. Cette figure met en évidence différentes intensités d'absorption. Ceci est dû, à notre avis, à l'imperfection de la planéité de surface. Les différents analyses réalisées (et non présentées ici !) ont montré que ces imperfections de surface étaient encore plus marquées dans les zones d'interface entre les granulats et le mastic.

4.3-5.2. *Étude de l'interface calcaire/bitume*

La Figura 8.4(a) présente une telle interface observée en mode optique. La Figura 8.4(b) présente une analyse par corrélation d'image, le spectre du calcaire étant la référence. Le calcaire semble présent à la gauche de l'image ainsi qu'en certains points de la partie droite. Au centre de l'image aucune absorbance n'est observée, comme le confirme le spectre de la Figura 8.4(c). Nous pensons que cela est aussi dû aux imperfections de surface, conduisant à une perte du signal infrarouge. Les parties gauche et droite de l'image restent cependant analysables. Sur la partie droite de l'image, on peut observer sur les spectres la présence des bandes du bitume, du gneiss et du calcaire. On peut donc penser qu'à cet endroit les matériaux sont mélangés ; le matériau est localement homogène.

La présence de bitume synthétique dans le mélange (bande à 720 cm^{-1}) est intéressante car elle met en évidence le mélange local de gneiss, de calcaire et de bitume d'apport, ce qui tend à prouver que les matériaux se sont localement bien mélangés. Cependant, pour confirmer avec certitude ce mélange du bitume d'apport et du bitume d'agrégat, il aurait été judicieux d'avoir un marqueur « spécifique » à l'ancien bitume repérable sur le spectre du mélange final. C'est une des limitations de notre étude. Dans le cas contraire, en l'absence de la bande relative au bitume

synthétique (bitume d'apport), nous aurions pu affirmer l'absence de mélange, et la présence du bitume d'apport uniquement.

La Figura 8.4(d) présente une analyse en composantes principales, confirmant la présence des composants principaux que sont le calcaire à gauche, le vide au milieu (absence d'absorbance) et le mélange homogène à droite. La Figura 8.4(e) présente une analyse par bande spectrale, relative à la bande caractéristique du calcaire à 1390 cm^{-1} . Le calcaire est clairement présent en haut à droite de l'image. L'intensité du signal qui diminue vers la gauche est un résultat pouvant traduire l'imperfection locale de la surface : le point 20 correspond à l'absence totale de calcaire. La Figura 8.5, représente le spectre du point 21 de la Figura 8.4(b), localisé sur la partie droite de l'échantillon. La présence en ce point des bandes du calcaire, du bitume et du gneiss semble confirmer que cette zone est une zone de mélange des constituants.

Cette analyse semble montrer le potentiel de l'outil d'imagerie infrarouge en mode de réflexion totale atténuée; toutes les figures semblent cohérentes et apportent chacune un élément supplémentaire à l'analyse de cette zone de l'échantillon.

4.3-5.3. *Étude d'une zone de mastic*

Le cristal est placé ici au milieu d'une zone de mastic. Des analyses en composante principales, en corrélation d'image et par bande ont été effectuées, ces dernières étant basées sur les bandes du gneiss (1058 cm^{-1}), du calcaire (1409 cm^{-1}) et des bitumes (2924 cm^{-1}).

La Figura 8.6(a) présente une image obtenue en mode visible qui est a priori une zone de mastic et donc de mélange. La Figura 8.6(d) présente une analyse en composantes principales montrant la présence de deux zones majeures. La Figura 8.6(b), qui présente une analyse en corrélation d'images utilisant le spectre du calcaire comme référence, présente ces deux grandes zones, représentées en rouge pour le calcaire et bleu pour le gneiss, la zone verte étant transitoire. Sur cette figure, le bitume est présent partout, on est donc bien dans une zone de mastic. La Figura 8.6(e) présente une analyse de bande relative à la bande du calcaire. La valeur maximum de corrélation de 0,552 indique la présence d'autres composants en plus du calcaire, justifiant les analyses suivantes.

Les Figura 8.7(a), (b) et (c) présentent trois images d'analyse par bande issues de la même zone d'échantillon. Ces images présentent respectivement les endroits où se situent le gneiss, le calcaire et le bitume. Elles confirment que la zone est une zone de mastic, et de mélange. En effet la Figura 8.7(c) montre qu'au point 4, les trois composants sont présents.

Dans l'état actuel des choses, le bitume synthétique ne semble pas être présent (absence de pic à 745 cm⁻¹). Le gneiss de l'agrégat pourrait s'être mélangé avec le bitume synthétique (bitume d'apport), ce qui confirmerait de nouveau un bon mélange des composants. Ce phénomène a pu être observé plusieurs fois déjà, même si des analyses supplémentaires sont nécessaires.

4.4- Conclusions sur la caractérisation par imagerie infrarouge

Cette étude est une première étude exploratoire a permis de franchir une étape supplémentaire par rapport aux travaux précédents, à savoir analyser un enrobé ayant une formule réaliste conforme à ce qui est appliqué sur les chantiers routiers. Différents traceurs pour les granulats (gneiss et calcaire) et pour les liants (SBS, EVA, bitume synthétique) ont été étudiés. Un protocole d'analyse et de traitement des spectres infrarouges obtenus a été mis au point, basé sur les analyses par bande, par corrélation d'image et par composantes principales. Ceci nous a permis de visualiser la répartition spatiale des zones minérales, des zones de bitumes et des zones de mélanges (mastic).

Dans le cadre de l'étude des enrobés contenant des recyclés, il est difficile de distinguer les granulats de l'agrégat des granulats d'apport si ceux-ci sont de même nature pétrographique. En ce qui concerne la distinction des bitumes d'apport et de l'agrégat, le traceur relatif au vieillissement oxydatif n'a pas donné de résultat probant, lorsque les bitumes sont de même nature pétrochimique.

Un enrobé particulier, contenant l'agrégat de référence (gneiss + bitume classique), des granulats d'apport en calcaire, et un bitume d'apport synthétique, a permis de réaliser une première étude sur l'homogénéisation des matériaux d'apport avec l'agrégat. Les premiers résultats ont montré que les matériaux pouvaient être distingués les uns des autres, et que dans certaines zones d'études, tous ces matériaux étaient parfaitement mélangés. D'une manière générale, le gneiss et le

calcaire sont facilement localisables. Le traceur relatif aux bitumes synthétiques se situe à la limite de la zone de mesure spectrale et peut donc poser des problèmes d'interprétation. Le traceur de l'EVA, d'après l'ensemble des études réalisées ici, semble être un bon traceur.

Différents problèmes techniques doivent encore être solutionnés. En ce qui concerne la fabrication des échantillons à destination de l'analyse en imagerie infrarouge, un mauvais état de surface diminue fortement les valeurs d'absorption dans certaines régions, ce qui peut fausser l'interprétation. Par ailleurs, lors de la phase de sciage, il est fort probable que le bitume soit étalé sur la surface de sciage, ce qui pourrait être interprété faussement comme une zone de mélange des matériaux. Un polissage adéquat nécessite d'être mis au point pour éviter cet artefact relatif à la fabrication des échantillons pour analyse infrarouge et non pas à la fabrication du matériau bitumineux lui-même.

À cette étape de l'étude, il est important de multiplier les mesures afin de s'approprier cette méthode d'analyse, qui nécessite encore d'être optimisée.

Enfin, il faudra mettre au point une méthode d'analyse et traitement des données qui permettra, à partir des résultats locaux, de quantifier le niveau d'homogénéité global de l'échantillon et le niveau de double enrobage des agrégats d'enrobés.

5- Conclusion générale

Ce travail visait à évaluer l'apport et les problèmes potentiels du couplage de la technique d'enrobage tiède avec ajout de surfactant et du recyclage à fort taux, soit 50% d'ajout d'agrégats. Cette thèse était principalement basée d'une part sur une étude macroscopique performantielle d'un enrobé bitumineux de référence et d'autre part sur l'analyse microscopique infrarouge de différents types de mélanges basée sur le suivi de la répartition spatiale de différents traceurs chimiques au sein des matériaux étudiés.

Dans le cadre de la campagne d'essais mécaniques sur un enrobé bitumineux fabriqué en laboratoire, une étude préliminaire a été réalisée afin de déterminer la quantité de bitume d'apport à considérer en fonction du bitume de l'agrégat, dans le cas du recyclage à 50% d'agrégats. Les résultats d'essais mécaniques ont montré que le fait de considérer le bitume d'agrégat comme un bitume à part entière, en n'ajoutant que 50% de bitume d'apport, était la formulation qui donnait les performances les plus proches de celles de l'enrobé de référence initial, sans agrégats. Ensuite, une méthode d'homogénéisation des agrégats a été mise en place. Cette méthode consiste à séparer les agrégats en classes granulaires. Cette méthode a montré que l'on atteignait un niveau d'homogénéité élevé, pérennisant l'utilisation d'agrégats à fort taux. Par ailleurs, un protocole de vieillissement oxydatif basé sur le protocole RILEM a été mis en place, afin de tester mécaniquement des matériaux préalablement vieillis. Les résultats ont d'abord montré que le couplage tiède/recyclés permettait d'atteindre les niveaux de performances requis pour ce type de matériaux, en accord avec la norme française pour la formulation des bétons bitumineux semi-grenus. Cependant les résultats ont aussi montré que la technique tiède donnait, dans le cadre de notre étude bien entendu, des niveaux de performance légèrement moins élevés en terme de fatigue.

La seconde campagne expérimentale, relative à l'analyse d'échantillons d'enrobés par microscopie infrarouge, en réflexion totale atténuée, a permis de cartographier localement les composants d'enrobés fabriqué avec une formulation classique en termes de teneur en bitume et composition granulaires. Grâce à la définition et à la sélection de différents traceurs pour les bitumes et les granulats, cette technique a permis de suivre la répartition spatiale du bitume et des granulats, ainsi que les

zones de mastic. Par ailleurs, un protocole d'analyse a été développé pour cartographier les échantillons et traiter statistiquement l'ensemble des spectres obtenus. Il est basé sur l'analyse des bandes de spectre, l'analyse par corrélation d'image et l'analyse en composantes principales des zones d'étude. Les premiers résultats de cette étude exploratoire sont difficiles d'interprétation tels quels pour l'étude des matériaux contenant des recyclés. En effet, il est expérimentalement difficile de distinguer les granulats d'apport des granulats de l'agrégat si ceux-ci ont la même composition pétrographique, telle que le gneiss (car ils donnent la même réponse spectrale). De même le bitume de l'agrégat et le bitume d'apport restent difficile à différencier s'ils sont de même nature pétrochimique, et ceci reste vrai même si le traceur relatif à l'oxydation du bitume d'agrégat est utilisé car la réponse spectrale est trop faible pour être suivie. Parmi les nombreux matériaux testés, celui qui a conduit aux résultats les plus exploitables a été un enrobé dont les agrégats (granulats en gneiss et bitume classique) étaient de composition chimique très différente des matériaux d'apport (granulats en calcaire et bitume synthétique). Les premiers résultats nous ont permis de distinguer in situ la répartition spatiale des différents granulats et des différents bitumes ; ils semblent montrer qu'il existe des zones où le mélange se fait correctement. En ce qui concerne le choix des traceurs, ceux relatifs au polymère EVA et au bitume synthétique semblent être des traceurs très efficaces pour localiser la présence des bitumes. Des études supplémentaires permettront de valider ces premiers résultats. Un meilleur contrôle de l'état de surface des échantillons ainsi que des analyses plus nombreuses permettront certainement d'aborder plus finement le phénomène de double enrobage. Le défi suivant consistera certainement à proposer une méthode de traitement des données efficace pour quantifier le niveau d'homogénéité global de l'échantillon, à partir d'un ensemble des mesures locales obtenues en imagerie infrarouge..

ANEXO A

Planilhas resultantes do ensaio de Módulo Complexo

HMA_0					
Température (°C)	Fréquence (Hz)	E1 (MPa)	E2 (MPa)	E* (MPa)	f (°)
-10	40	27141	1016	27160	2,1
-10	30	26976	1050	26996	2,2
-10	25	26883	1100	26906	2,4
-10	10	26192	1205	26220	2,7
-10	3	25240	1410	25280	3,2
-10	1	24232	1582	24283	3,8
0	40	23772	1689	23832	4,1
0	30	23467	1723	23530	4,2
0	25	23292	1770	23360	4,3
0	10	22183	1955	22269	5,1
0	3	20651	2195	20767	6,1
0	1	19066	2361	19212	7,1
10	40	18213	2632	18403	8,2
10	30	17769	2660	17967	8,5
10	25	17457	2720	17667	8,9
10	10	15829	2895	16092	10,4
10	3	13545	3073	13889	12,8
10	1	11371	3117	11790	15,3
15	40	14867	3069	15181	11,7
15	30	14307	3081	14635	12,2
15	25	13941	3148	14292	12,7
15	10	12070	3241	12497	15,0
15	3	9554	3258	10095	18,8
15	1	7302	3072	7922	22,8
20	40	11446	3354	11927	16,3
20	30	10837	3332	11337	17,1
20	25	10417	3368	10948	17,9
20	10	8422	3296	9044	21,4
20	3	5971	3030	6696	26,9
20	1	4013	2537	4748	32,3
30	40	5332	3072	6154	30,0
30	30	4783	2920	5604	31,4
30	25	4418	2849	5257	32,8
30	10	2909	2320	3721	38,6
30	3	1512	1554	2168	45,8
30	1	779	937	1219	50,3
40	40	1356	1568	2073	49,2
40	30	1127	1372	1775	50,6
40	25	989	1260	1602	51,9
40	10	527	779	941	56,0
40	3	241	380	450	57,6
40	1	138	187	232	53,6

Rappel du pourcentage de vide du lot d'éprouvettes: 3,1 %

WMA_0					
Température (°C)	Fréquence (Hz)	E1 (MPa)	E2 (MPa)	E* (MPa)	f (°)
-10	40	26355	942	26372	2,1
-10	30	26190	974	26208	2,1
-10	25	26069	966	26087	2,1
-10	10	25507	1106	25531	2,5
-10	3	24652	1290	24685	3,0
-10	1	23721	1453	23765	3,5
0	40	23226	1558	23278	3,9
0	30	22960	1592	23015	4,0
0	25	22787	1640	22846	4,2
0	10	21797	1812	21872	4,8
0	3	20366	2051	20469	5,8
0	1	18905	2229	19036	6,7
10	40	18036	2494	18207	7,9
10	30	17604	2526	17785	8,2
10	25	17316	2580	17507	8,5
10	10	15767	2766	16008	10,0
10	3	13587	2968	13907	12,3
10	1	11479	3046	11877	14,9
15	40	14796	2956	15088	11,3
15	30	14270	2979	14578	11,8
15	25	13913	3034	14240	12,3
15	10	12094	3152	12498	14,6
15	3	9645	3212	10166	18,4
15	1	7410	3070	8021	22,5
20	40	11377	3285	11842	16,1
20	30	10776	3278	11264	16,9
20	25	10372	3307	10886	17,7
20	10	8418	3278	9034	21,3
20	3	5951	3031	6678	27,0
20	1	3973	2548	4720	32,7
30	40	5262	3071	6093	30,3
30	30	4709	2924	5543	31,8
30	25	4348	2854	5201	33,3
30	10	2836	2324	3667	39,4
30	3	1436	1545	2109	47,1
30	1	716	918	1164	52,1
40	40	1372	1609	2115	49,6
40	30	1138	1410	1812	51,1
40	25	1001	1295	1637	52,3
40	10	524	798	955	56,7
40	3	239	386	454	58,3
40	1	134	185	229	54,1

Rappel du pourcentage de vide du lot d'éprouvettes: 4,0 %

HMA_50					
Température (°C)	Fréquence (Hz)	E1 (MPa)	E2 (MPa)	E* (MPa)	φ (°)
-10	40	28462	1079	28482	2,2
-10	30	28265	1108	28287	2,3
-10	25	28128	1110	28150	2,3
-10	10	27456	1264	27485	2,6
-10	3	26462	1455	26502	3,1
-10	1	25431	1611	25482	3,6
0	40	24984	1724	25043	3,9
0	30	24688	1754	24750	4,1
0	25	24501	1802	24567	4,2
0	10	23425	1959	23506	4,8
0	3	21868	2174	21976	5,7
0	1	20338	2319	20470	6,5
10	40	19955	2524	20114	7,2
10	30	19521	2547	19686	7,4
10	25	19224	2607	19399	7,7
10	10	17674	2750	17887	8,8
10	3	15530	2919	15802	10,6
10	1	13479	2979	13805	12,5
15	40	16899	2920	17149	9,8
15	30	16379	2930	16639	10,1
15	25	16028	2987	16304	10,6
15	10	14258	3093	14590	12,2
15	3	11872	3172	12289	15,0
15	1	9662	3097	10146	17,8
20	40	13685	3222	14059	13,3
20	30	13102	3218	13491	13,8
20	25	12720	3271	13134	14,5
20	10	10806	3282	11294	16,9
20	3	8306	3170	8890	20,9
20	1	6176	2865	6808	24,9
30	40	7264	3288	7974	24,4
30	30	6666	3174	7383	25,5
30	25	6271	3144	7015	26,6
30	10	4547	2753	5315	31,2
30	3	2730	2094	3440	37,5
30	1	1594	1445	2152	42,2
40	40	2867	2305	3679	38,8
40	30	2455	2094	3227	40,5
40	25	2199	1983	2962	42,0
40	10	1307	1405	1919	47,1
40	3	624	799	1014	52,0
40	1	335	441	554	52,8

Rappel du pourcentage de vide du lot d'éprouvettes: 2,6 %

WMA_50					
Température (°C)	Fréquence (Hz)	E1 (MPa)	E2 (MPa)	E* (MPa)	f (°)
-10	40	27068	1055	27088	2,3
-10	30	26882	1081	26904	2,3
-10	25	26773	1132	26797	2,4
-10	10	26121	1231	26150	2,7
-10	3	25164	1419	25204	3,3
-10	1	24177	1570	24228	3,7
0	40	23534	1714	23597	4,2
0	30	23235	1738	23300	4,3
0	25	23042	1800	23112	4,5
0	10	21988	1946	22074	5,1
0	3	20466	2157	20580	6,0
0	1	18934	2298	19073	6,9
10	40	18784	2477	18947	7,5
10	30	18342	2499	18512	7,7
10	25	18046	2543	18224	8,0
10	10	16524	2693	16742	9,3
10	3	14444	2859	14724	11,2
10	1	12430	2908	12765	13,2
15	40	15948	2837	16199	10,1
15	30	15450	2858	15712	10,5
15	25	15108	2905	15385	10,9
15	10	13388	3007	13721	12,7
15	3	11074	3078	11494	15,5
15	1	8936	2985	9422	18,5
20	40	13018	3127	13389	13,5
20	30	12453	3120	12838	14,1
20	25	12074	3160	12481	14,7
20	10	10219	3173	10700	17,3
20	3	7815	3057	8391	21,4
20	1	5764	2747	6385	25,5
30	40	7058	3172	7738	24,2
30	30	6485	3073	7176	25,4
30	25	6100	3040	6815	26,5
30	10	4424	2670	5167	31,1
30	3	2648	2039	3342	37,6
30	1	1524	1408	2075	42,8
40	40	2462	2109	3242	40,6
40	30	2124	1913	2859	42,0
40	25	1909	1806	2627	43,4
40	10	1114	1258	1680	48,5
40	3	524	698	873	53,2
40	1	270	372	459	54,1

Rappel du pourcentage de vide du lot d'éprouvettes: 3,1 %

HMA_0a					
Température (°C)	Fréquence (Hz)	E1 (MPa)	E2 (MPa)	E* (MPa)	f (°)
-10	40	26937	992	26955	2,1
-10	30	26749	1002	26768	2,1
-10	25	26620	1036	26640	2,2
-10	10	26000	1153	26025	2,6
-10	3	25069	1312	25104	3
-10	1	24128	1447	24171	3,4
0	40	23568	1567	23620	3,8
0	30	23297	1582	23350	3,9
0	25	23101	1616	23157	4
0	10	22112	1753	22181	4,6
0	3	20733	1917	20821	5,3
0	1	19387	2018	19492	6
10	40	18890	2231	19021	6,7
10	30	18505	2243	18641	6,9
10	25	18237	2283	18379	7,2
10	10	16899	2395	17067	8,1
10	3	15018	2507	15226	9,5
10	1	13255	2550	13498	10,9
15	40	16172	2534	16370	8,9
15	30	15716	2546	15921	9,2
15	25	15422	2571	15634	9,5
15	10	13905	2654	14156	10,8
15	3	11853	2711	12159	12,9
15	1	9972	2660	10321	14,9
20	40	13524	2759	13802	11,6
20	30	13019	2745	13305	11,9
20	25	12686	2776	12986	12,4
20	10	11086	2810	11437	14,2
20	3	8936	2753	9351	17,1
20	1	7079	2573	7533	20
30	40	7719	2872	8236	20,4
30	30	7197	2798	7722	21,3
30	25	6857	2791	7403	22,2
30	10	5293	2540	5871	25,7
30	3	3550	2105	4128	30,7
30	1	2312	1615	2821	35
40	40	3215	2163	3875	33,9
40	30	2855	2008	3491	35,1
40	25	2623	1929	3256	36,3
40	10	1705	1472	2252	40,8
40	3	915	936	1309	45,7
40	1	509	563	759	47,9

Rappel du pourcentage de vide du lot d'éprouvettes: 5,2 %

WMA_0a					
Température (°C)	Fréquence (Hz)	E1 (MPa)	E2 (MPa)	E* (MPa)	φ (°)
-10	40	29361	1060	29380	2,1
-10	30	29150	1077	29170	2,1
-10	25	29074	1124	29096	2,2
-10	10	28340	1233	28366	2,5
-10	3	27369	1409	27405	3,0
-10	1	26333	1548	26378	3,4
0	40	25753	1680	25808	3,7
0	30	25447	1697	25503	3,8
0	25	25278	1751	25338	4,0
0	10	24212	1888	24285	4,5
0	3	22694	2068	22788	5,2
0	1	21223	2176	21334	5,9
10	40	20668	2403	20807	6,6
10	30	20243	2425	20388	6,9
10	25	19960	2468	20112	7,0
10	10	18508	2591	18688	8,0
10	3	16474	2721	16697	9,4
10	1	14552	2771	14814	10,8
15	40	17684	2744	17895	8,8
15	30	17182	2747	17401	9,1
15	25	16864	2793	17094	9,4
15	10	15221	2883	15492	10,7
15	3	12988	2951	13319	12,8
15	1	10939	2912	11320	14,9
20	40	14801	2989	15100	11,4
20	30	14255	2983	14564	11,8
20	25	13911	3031	14237	12,3
20	10	12130	3057	12510	14,1
20	3	9803	3014	10256	17,1
20	1	7754	2826	8253	20,0
30	40	8474	3144	9038	20,4
30	30	7899	3072	8475	21,3
30	25	7510	3055	8108	22,2
30	10	5799	2797	6439	25,8
30	3	3872	2319	4513	31,0
30	1	2507	1778	3073	35,4
40	40	3420	2357	4154	34,6
40	30	3026	2185	3733	35,9
40	25	2771	2097	3476	37,1
40	10	1777	1588	2383	41,8
40	3	933	994	1363	46,8
40	1	509	586	777	49,0

Rappel du pourcentage de vide du lot d'éprouvettes: 3,3 %

WMA_50a					
Température (°C)	Fréquence (Hz)	E1 (MPa)	E2 (MPa)	E* (MPa)	φ (°)
-10	40	30358	1123	30379	2,1
-10	30	30142	1122	30163	2,2
-10	25	30048	1188	30072	2,3
-10	10	29320	1309	29349	2,6
-10	3	28275	1507	28315	3,1
-10	1	27158	1659	27208	3,5
0	40	26518	1817	26581	3,9
0	30	26186	1855	26251	4,1
0	25	25987	1897	26056	4,2
0	10	24841	2042	24925	4,7
0	3	23223	2233	23330	5,5
0	1	21618	2361	21746	6,2
10	40	21344	2569	21498	6,9
10	30	20891	2591	21051	7,1
10	25	20580	2628	20748	7,3
10	10	19021	2765	19221	8,3
10	3	16873	2912	17122	9,8
10	1	14823	2956	15115	11,3
15	40	18361	2909	18590	9,0
15	30	17837	2913	18073	9,3
15	25	17489	2970	17740	9,6
15	10	15740	3059	16035	11,0
15	3	13380	3134	13742	13,2
15	1	11204	3079	11620	15,4
20	40	15389	3171	15713	11,7
20	30	14814	3168	15149	12,1
20	25	14441	3213	14794	12,6
20	10	12574	3243	12985	14,5
20	3	10095	3182	10585	17,5
20	1	7936	2964	8472	20,5
30	40	9049	3330	9642	20,2
30	30	8441	3249	9045	21,1
30	25	8029	3234	8656	22,0
30	10	6215	2966	6887	25,5
30	3	4166	2462	4839	30,6
30	1	2712	1891	3307	34,9
40	40	3904	2570	4674	33,4
40	30	3469	2391	4214	34,6
40	25	3185	2301	3929	35,9
40	10	2077	1765	2725	40,4
40	3	1113	1129	1586	45,5
40	1	612	676	912	47,9

Rappel du pourcentage de vide du lot d'éprouvettes: 2,7 %

HMA50_a					
Température (°C)	Fréquence (Hz)	E1 (MPa)	E2 (MPa)	E* (MPa)	φ (°)
-10	40	30270	1133	30291	2,2
-10	30	30076	1180	30099	2,3
-10	25	29935	1201	29959	2,3
-10	10	29210	1337	29241	2,6
-10	3	28143	1536	28185	3,2
-10	1	27028	1694	27081	3,6
0	40	26557	1819	26619	3,9
0	30	26226	1848	26291	4,0
0	25	26016	1889	26084	4,2
0	10	24877	2049	24961	4,7
0	3	23250	2248	23358	5,5
0	1	21638	2379	21769	6,3
10	40	21314	2590	21471	6,9
10	30	20862	2613	21025	7,1
10	25	20559	2647	20729	7,3
10	10	19000	2790	19203	8,4
10	3	16800	2927	17053	9,9
10	1	14740	2967	15036	11,4
15	40	18195	2950	18433	9,2
15	30	17642	2951	17887	9,5
15	25	17298	2990	17554	9,8
15	10	15541	3095	15847	11,3
15	3	13137	3153	13510	13,5
15	1	10939	3080	11364	15,8
20	40	14975	3219	15318	12,1
20	30	14389	3202	14741	12,5
20	25	14003	3248	14375	13,1
20	10	12099	3257	12530	15,1
20	3	9619	3173	10129	18,3
20	1	7478	2923	8029	21,4
30	40	8929	3326	9528	20,4
30	30	8327	3239	8935	21,3
30	25	7918	3222	8548	22,2
30	10	6111	2945	6784	25,7
30	3	4069	2434	4742	30,9
30	1	2641	1856	3228	35,1
40	40	3818	2533	4582	33,6
40	30	3386	2351	4122	34,8
40	25	3103	2257	3837	36,1
40	10	2014	1724	2651	40,6
40	3	1072	1096	1534	45,7
40	1	596	661	891	48,0

Rappel du pourcentage de vide du lot d'éprouvettes: 2,6 %

Durability of hot and warm asphalt mixtures containing high rates of reclaimed asphalt at laboratory scale

Manuela Lopes · Thomas Gabet ·
Liedi Bernucci · Virginie Mouillet

Received: 6 March 2014 / Accepted: 15 October 2014
© RILEM 2014

Abstract Within the framework of a sustainable development, manufacturing bituminous mixtures while reducing energy and using less new aggregates and new bitumen may be considered as an important topic, according to the quantities of asphalts mixtures produced for creating and maintaining road networks. This work aims to study the interest and the potential problems when coupling the warm mix asphalt technology (WMA) and the use of high ratio of reclaimed asphalt pavement (RAP) in the mixture. Initially, a study on managing RAP is performed, aiming to show that separating RAP aggregates in several fractions leads to a higher control of RAP in terms of homogeneity. Homogeneity of RAP is a key point for increasing recycling rates. The present study coupling WMA and RAP is based on the French design method for manufacturing asphalt concretes, which includes gyratory compaction tests, French wheel tracking tests,

complex modulus tests and fatigue tests. However, the French design method does not take into account the physical and chemical aging of bituminous mixtures with time. As we consider that coupling WMA and RAP may lead to aging problems, it was decided to use an aging process before performing the standard tests. The results show that a WMA containing a high ratio of RAP has good performances according to the standard relative to this material, whatever the test. However, this material tends to be more sensitive to fatigue than hot and warm mixes without RAP.

Keywords Bituminous mixture · Reclaimed asphalt · Warm mix asphalt · French method design for bituminous mixtures · Aging protocol · Managing RAP

1 Introduction

European roads are mainly built with asphalt materials. Within the framework of a sustainable development, recycling road materials is of a high importance for the economy and to save natural resources, i.e., aggregates and bitumen [5, 13]. It is also important to decrease the energy used for manufacturing roads, for example by using warm mix techniques. Here are the two topics evoked in this paper.

Pavement materials can be recycled by means of the milling operation, which is used to remove one (or more) layers of the pavement to a given depth [5, 13]. The milled

M. Lopes (✉) · L. Bernucci
Department of Transportation Engineering, Polytechnic
School of the University of São Paulo (EPUSP),
São Paulo, SP, Brazil
e-mail: mmlengenharia@gmail.com

T. Gabet
IFSTTAR, MAST, LUNAM University,
44341 Bouguenais, France

V. Mouillet
Centre for Studies and Expertise on Risks, Environment,
Mobility, and Urban and Country Planning, CEREMA,
Aix-en-Provence, France

asphalt material named reclaimed asphalt pavement (RAP; according to the European norm EN 13108-8) can then be reused by incorporation into a new asphalt mixture, providing possible economic and environmental benefits, as important as the rate of RAP in new asphalt mixtures is high. Anderson and Daniel [1] reported the long-term performance of roadway sections with a high amount of RAP (20 % or more) compared with virgin sections. The results indicated that the sections with high RAP content mainly tended to exhibit a “lower ride quality, more cracking, and better rutting resistance than the virgin sections, but the differences were not always statistically significant”. Apeagyei et al. [2] showed that “the addition of higher amounts of RAP to asphalt mixtures could be used without compromising pavement performance due to excessive mixture stiffness”.

However, recycling using high rates of RAP is limited due to several factors. One is the heterogeneity of reclaimed asphalts [14]; a lack of control of the homogeneity of RAP may lead to uncertainties of performances of roads including RAP. Colbert and You [4] investigated the influence of fractionating RAP on both resilient and dynamic modulus performances of RAP mixtures; they conclude that the addition of RAP increased resilient modulus. Valdés et al. [16] analysed the effect of RAP variability on the recycled mixtures. Results showed that high rates of RAP (up to 60 %) can generally be incorporated in mix preparation, considering a proper characterisation and handling of stockpiles. This is fundamental to avoid excessive mix heterogeneity.

Another limit is related to overheating aggregates. Indeed, in the recycling procedure, the heating of RAP is done by heat transfer from natural aggregates to RAP. Then, the incorporation of high percentages of RAP leads to strongly overheat aggregates, which is sometimes technically infeasible in terms of energy.

The use of warm mix techniques (WMA) for manufacturing asphalts may facilitate the incorporation of higher percentages of RAP through the reduction of temperature (from 30 to 50 °C) during the production of mixtures. Zhao et al. [17] investigated the rutting resistance, moisture susceptibility, and fatigue resistance of warm mix asphalt (WMA) containing high percentages of RAP (0 % up to 50 %), produced with a foaming technology. Results showed that WMA mixtures with high amount of RAP exhibited higher resistance to rutting, better resistance to moisture damage, and better fatigue performance than hot mix asphalt (HMA) mixtures.

As seen previously, several studies have shown the technical feasibility of combining the techniques WMA and RAP (WMA_RAP), *but* some aspects of this combination still need to be explored, such as the durability of the materials manufactured according to this technique. The durability is defined here as the service lifetime of a material. It is typically based on the characterisation of materials in terms of rutting, water sensitivity, complex modulus and fatigue resistance.

Presently, the mechanical tests on asphalt mixes, defined in the European standards, do not consider the aging of asphalt mixtures. Ignoring aging effects in mechanical tests on asphalt mixtures might lead not to assess the durability of materials well; in the case of innovative materials like WMA_RAP, not knowing the durability may limit their use. Tarbox and Daniel [15] evaluated the effect of long-term oven aging on the dynamic modulus of RAP mixtures, containing 0 % up to 40 % RAP. Results showed that the hardening effect of long-term oven aging on RAP mixtures is less than that of virgin mixtures; and that long-term oven aging reduces the phase angle of asphalt mixtures, making them behave more elastically. Molenaar et al. [10] reported that long-term aging occurring in the field (more than 7 years) results in a significant decrease of the fatigue resistance of porous asphalt concrete. They also showed that aging reduces the stress relaxation capacity of the binder.

This work proposes a method that may give a better access to the durability of innovative materials, by artificially aging mixtures prior to mechanical tests.

Firstly, the experimental program of the study is presented: it consists in assessing the performances of a reference asphalt concrete material manufactured by means of the WMA technique and/or the use of reclaimed asphalt. As it was considered that chemical aging of asphalt mixtures should be taken into account when testing these materials, an aging protocol, based on the RILEM aging protocol [6], was set up. Thus mechanical tests can be performed on test materials, which may help to better assess the durability of tested materials. As the use of RAP strongly depends on its homogeneity, it was decided to split the RAP in four granular classes, as it is typically done for the natural aggregates. It is shown that the level of homogeneity of RAP is strongly more controlled by this way. Finally, the results of all the tests performed in this study are presented: rutting tests, water resistance, complex modulus and fatigue resistance.

Table 1 Description of the tested mixtures

Specifications	Hot mix asphalt		Warm mix asphalt	
	RAP 0 %	RAP 50 %	RAP 0 %	RAP 50 %
Unaged mixtures	HMA_0	HMA_50	WMA_0	WMA_50
Aged mixtures	HMA_0a	HMA_50a	WMA_0a	WMA_50a
Added aggregates temperature (°C)	160	210	130	150
RAP temperature (°C)	–	110	–	110
Production temperature (°C)	160	160	130	130

2 Experimental program

2.1 Description of the experimental program

The purpose of this study is to assess the durability of a WMA_RAP material. In this study, the warm mix technique uses surfactant additive. The ratio of RAP reaches 50 %. The material manufactured using a warm mix technique and using 50 % of RAP is named WMA_50. In this study, it is compared to materials not using RAP (WMA_0) and to materials using hot mix techniques without RAP (HMA_0) or with 50 % of RAP (HMA_50). The purpose of this comparison is to identify the respective influences of using a warm mix technique and using a RAP on the performances of the new asphalt mixture.

For assessing the durability of these materials, an aging procedure was applied on the material before performing mechanical tests. The letter “a” is added at the end of the name for an aged material (ex: WMA_50a). The mechanical tests related to the French method design for asphalt mixtures were applied. The tested materials, the tests performed and the protocol used to age the material artificially are described in the following subsections.

All the mixtures tested are presented in Table 1. It can be noted that the asphalt mixtures were produced at 160 °C for HMA (HMA_0 and HMA_50) and 130 °C for WMA (WMA_0 and WMA_50). The added binder was always heated to 160 °C and the RAP heated to 110 °C (see Table 1).

2.2 Materials characteristics

The material design used to manufacture the new materials is a typical French asphalt concrete of type AC10 (BBSG 0/10) for both HMA and WMA techniques. The reclaimed asphalt used in this study comes from a milling operation, on the fatigue

Fig. 1 Particle size distribution of the mixtures without RAP and with RAP

Carousel at IFSTTAR, France [9]. The original asphalt mixture was an AC10 applied in January 2008 and milled in September 2009. The mixture was overheated (it arrived on site at 180 °C instead of 160 °C). This led to generate premature oxidation. Once milled, it was stored in a stockpile outside the laboratory μ . Then it was exposed to outside weather conditions for a few months (mild climate, but rainy). The recovered binder from the milled BBSG corresponds to 10/20 penetration class bitumen, which originally was a 35/50 (according to EN 12591).

New materials were manufactured according to the design used for building the initial road on the fatigue Carousel. The aggregates used in this study are those used for manufacturing the initial road for most of them or have, at least, the same origin. The bitumen content of the AC10 is 5.39 % by asphalt mixture weight.

For mixtures containing RAP, the amount of binder required was added to achieve the design binder content of the initial mixture. Thus, it was assumed that 100 % of the RAP binder is remobilized. The aggregates used are gneiss from the *Bréfauchet* quarry, in France. For the production of asphalt mixtures, three size fractions of these aggregates were used: 0–2, 2–6.3

Fig. 2 Particle size distribution of RAP after bitumen extraction

and 5.6–11.2 mm. All the mixtures tested have the same target grading. Figure 1 presents the particle size distribution of the mixtures without RAP (HMA_0, WMA_0, HMA_0a and WMA_0a) and with RAP (HMA_50, WMA_50, HMA_50a, WMA_50a). It is noticed that the two curves are similar.

The bitumen used has a penetration grade of 37 (1/10 mm; according to European norm EN 1426) and a softening point of 52.8 °C (according to European norm EN 1427). To produce the warm mixtures a chemical additive, a surfactant CECABASE RT[®], was used. It is reminded here that the surfactant helps the bitumen to coat the aggregates at lower temperature, and it is supposed not to affect the viscosity and mechanical properties of the conventional asphalt binder [12].

The time to mix the virgins aggregates within the laboratory mixer was 30 s. For the recycled mixture, the mixing time of the virgin aggregate with RAP was also 30 s. After addition of the binder in the mixer, the mixing time lasted 2 min.

The mixtures were compacted using the French slab compactor, according to the French standard NF P 98-250-2 (1991). The plates were then used to perform the mechanical tests related to permanent deformation, complex modulus and fatigue resistance tests. The mechanical properties of the aged samples were compared to those of the unaged samples.

2.3 Aging protocol before mechanical tests

The aging protocol used in our study is mainly based on the aging procedure proposed in the RILEM Technical Committee—ATB (Advances in testing Bituminous

Mixtures), task group TG5 [6]. This aging protocol aims at reproducing in laboratory the thermal aging of asphalt mixtures until the end of their service life, when the mixture should be milled. This procedure was developed to assess the recycling potential of mixtures through the production of artificial RAP in the laboratory [7, 8].

The RILEM aging protocol [6] is made of two successive phases: the short-term aging and the long-term aging. The short-term aging aims at simulating the aging of the mixture during storage, transport, laying and compaction of the asphalt mixture. The long-term aging aims at simulating the oxidative process happening during the service life of the road. The RILEM protocol consists in placing the loose mixture in an air-drafted ventilated oven firstly at a temperature of 135 °C for 4 h (short-term aging), and then at 85 °C for 9 days (long-term aging) [6].

In our study, the RILEM protocol was modified and adapted to our experimental constraints: the mechanical tests are performed on compacted materials, not on loose mixes. It was considered that re-heating the material after 9 days of long-term aging, in order to compact the material was not representative of what really happens on site. Thus, it was decided to compact the material after the short-term aging, and to perform the long-term aging on this compacted samples, which is more relevant compared to what happens on site.

2.4 Mechanical tests for characterising asphalt mixtures

The experimental study was specifically planned in order to determine the effect of high rates of RAP in HMA and WMAs, on aged and unaged compacted materials. For each studied mixture, the following tests were performed, based on the French method for designing asphalt mixtures:

- Determination of the rutting resistance of asphalt mixtures, according to the European standard EN 12697-22, annex A1;
- Dynamic test for complex modulus determination, at different temperatures and loading frequency, according to the European standard EN 12697-26, annex A;
- Dynamic test for fatigue resistance, via repeated bending force applied at 10 °C and with a loading frequency of 25 Hz, according to the European standard EN 12697-24, annex A.

Despite this material can be used as a wearing course, its surface characteristics were not analysed in this study. This may however represent a complementary study on the durability of coupling WMA and RAP.

3 Reclaimed asphalt separation in granular classes

3.1 Splitting the initial RAP in four granular fractions

Reclaimed asphalts (RAP) are complex materials that are difficult to characterise, to control and to reuse. Before re-using a RAP, it is important to know its characteristics to design the new mix, mainly in terms of binder content, grading curve and rheological characteristics of the binder. Re-using RAP at a high content, above 25 %, requires a high level of homogeneity. In order to ensure a good homogeneity, a better management of the RAP material was set up. The procedure consists in splitting the RAP in granular fractions, as it is typically done for natural aggregates. In this section, the separation of the RAP in granular fractions was studied.

It was decided to split RAP in four granular fractions (0–2, 2–4, 4–8 and 8–12 mm). From a practical point of view, the RAP was split using a screener. The fraction 0–2 mm is the fraction passing through the grid made of holes of 2 mm. From the rest of the RAP, the fraction named 2–4 mm is the fraction passing through the grid made of holes of 4 mm, etc. However; it is an abuse of language to call the fraction 2–4 mm, because in RAP aggregates of this fraction, natural aggregates between 0 and 2 mm can be found. Despite this fact, it was decided that this manner to name the fractions remains the best one.

Binder contents and grading curves were determined for the whole RAP and its four fractions. Binder extractions were performed according to the European standard EN 12697-1, using the asphalt analyser equipment. Recovery tests were performed using the rotary evaporator apparatus according to the European standard EN 12697-3.

Figure 2 and Table 2 present the characteristics of the granular fractions in terms of particle size distribution and binder content. The fine fractions are richer in binder than the coarse fractions: 8.5 % of binder in fraction 0–2 mm and 3.2 % of binder in fraction

8–12 mm. In practice, if these fractions are stored in the same stockpile, segregation may happen, which results in problems of heterogeneity when sampling, not only in the particle size distribution of the resulting mixture, but also in the final binder content. This segregation can be reduced when particles of a stockpile have uniform size. So, it is important to divide the stockpile of RAP into at least two fractions, mainly for re-using RAP in high percentages, to produce a uniform gradation, binder content, and other properties.

Table 2 also shows the characteristics of the recovered binder from RAP: penetrability at 25 °C (EN 1426), softening point (EN 1427), asphaltene content (determined according to an internal procedure of IFSTTAR) and oxygenated species (carbonyl and sulfoxide groups), which characterise the aging of the binder. These species were determined by Fourier transform infra-red spectroscopy. It was observed that the binder properties may be considered as independent from the granular fraction. This homogeneity of the binder properties of RAP fractions can be due to the fact that the RAP used in this study comes from a single-source. A stockpile composed of multiple-source of RAP would probably show more variability.

3.2 A recomposed RAP less heterogeneous

A statistical analysis of the results in terms of binder content was performed. This analysis is related to a previous study performed in the framework of a project named Re-road, founded by the European Commission [13]. The objective is to prove that the homogeneity of RAP recomposed from four granular fractions is better.

For this study, 30 kg of RAP were sampled from a stockpile. Then, the material was separated into four granular fractions, using sieves of 2, 4 and 8 mm. Finally, 20 samples of the material were recomposed. The binder content of each sample was determined. These results were compared with those of eight samples of the initial RAP, which was initially homogenized as well as possible. The purpose was to show that the standard deviation (SD) determined from the recomposed samples is smaller than the one of the initial RAP, despite having an equivalent mean (Eq. 1):

$$m_{\text{rec}} \approx m_{\text{RA}}, \quad \sigma_{\text{rec}}^2 < \sigma_{\text{RA}}^2. \quad (1)$$

Table 2 Binder content of the four RAP fractions

	New binder 35/50	Extract binder RAP	RAP fraction			
			#0–2	#2–4	#4–8	#8–12
Binder content (%)		4.8	8.5	6.2	4.5	3.2
Penetration grade (1/10 mm)	36	18	19	19	15	17
<i>Confidence interval of ± 3</i> (1/10 mm)						
Softening point (°C)	53.0	63.0	61.8	62.8	64.4	64.6
<i>Confidence interval of ± 2.5</i> (°C)						
Asphaltene content ($I_h - I_t$)	12.1	20.2	17.8	19.0	20.0	19.4
<i>Confidence interval of ± 2.5 %</i>						
Sulfoxides indices (%)	2.5	11.6	11.9	13.2	14.5	13.4
Carbonyl indices (%)	0.0	8.6	9.6	9.6	9.1	9.5

Table 3 Results obtained for the binder content of the RAP

	Asphalt binder content	
	Initial RAP	Recomposed RAP
Mean	4.84	5.45
Standard deviation	0.22	0.13
CV (%)	4.54	2.31
Range (maximum–minimum)	0.67	0.47
Relative range (%)	13.83	8.63

Table 3 presents a summary of results of binder content performed on initial RAP and on recomposed RAP. Binder content results were analysed in terms of relative SD and range (maximum–minimum). It is assumed that the obtained SD is mainly due to the fact that the bitumen content varies with the size of aggregates. It is also assumed that the error of bitumen content is mainly due to sampling. Thus, the separation of the stockpile into granular fractions is the best way to ensure consistency of the granular skeleton between each sample.

Comparison of coefficients of variation (CV) shows that the CV of the recomposed RAP is two times lower than the initial RA, indicating that the separation of granular classes seem to work efficiently. The CV obtained for the recomposed RAP is similar to the one obtained in a round robin test named the EAPIC study, which was performed on strictly identical samples [8]. The EAPIC study showed that the CV cannot be lower

than 1.52 %, which strictly represents the repeatability of the binder content method. The recomposed RAP is closer to this value than the CV of the initial RAP. In the present study, it is shown that recomposing the RAP works better experimentally. More samples of the initial RAP should be tested in the future to validate this statistical study.

4 Results

4.1 Compactibility (according to EN 12697-10)

The compactibility of the studied materials was assessed according to the European standard EN 12697-10, using the French gyratory shear press (PCG; the gyratory compactor is described in the standard EN 12697-31). Six specimens of each mixture were performed; however for the mixture HMA_50 only three specimens were tested. Figure 3 presents the results of the PCG tests performed on the four materials HMA_0, HMA_50, WMA_0 and WMA_50. The results are described in Table 4, as the void contents (in %) at 10 and 60 gyrations. The coefficient of compactibility is also presented. It has to be noted that K is defined as following (Eq. 2):

$$v(ng) = v(1) - K \cdot \ln(ng), \quad (2)$$

where $v(1)$ and $v(ng)$ are the void contents at gyrations 1 and ng , $\ln$ the neperian logarithm. K represents the slope in Fig. 3.

Fig. 3 Results of PCG test

The main result of these tests is that HMA_0, WMA_0 and WMA_50 have the same air void contents at 10 and 60 gyrations, meanwhile HMA_50 presents a lower air void content. According to the standard EN 12697-31 and the level of repeatability defined at 0.95 %, the HMA_50 seems statistically different from the WMA materials. The results were also analysed in terms of repeatability of the coefficient of compactibility “K”. The slopes for WMA materials tend to be slightly lower, but the difference is less important than the repeatability of the test. As a main conclusion, the four materials are not statistically different.

4.2 Moisture resistance (according to EN 12697-12)

The water sensitivity of bituminous specimens was assessed by means of the *Duriez* test, according to the European standard EN 12697-12. Static compaction procedure was used to prepare two batches of six cylindrical specimens, with a diameter of 80 ± 2 mm and a thickness of 90 ± 2 mm. The first batch of specimens was kept during 7 days in air at 18 °C and 50 % of humidity. The second batch was kept in water

at 18 °C during 7 days. Then, a compressive strength test was performed on each batch. The strength value of the immersed specimens (r) is divided by the strength value of the dry specimens (R), obtaining the water sensitivity of bituminous specimens (r/R). As an order of magnitude, it must be at least equal to 0.75, according to the standard EN 13108-1, for this kind of material. Table 5 summarizes the results of *Duriez* tests. For technical reasons, the tests on WMA_0 were not performed. Results show that HMA_0 and WMA_50 have similar sensitivity to water (around 92 %), which is very low, meanwhile HMA_50 was found insignificantly sensitive to water (98 %). According to the results and the repeatability of test (0.078), the use of RAP or the warm technique do not increase the water sensitivity.

4.3 Wheel tracking test (according to EN 12697-22+A1)

To evaluate the rutting performance of the mixtures, the specimens were submitted to wheel tracking tests, by means of the French apparatus, according to the European standard EN 12697-22+A1. The test consists in applying repeated loadings of a wheel on a rectangular specimen at 60 °C. The deformation depth is measured in function of the number of cycles. For such kind of bituminous materials, the deformation depth at 30,000 cycles must be lower than 10 %. The wheel tracking tests were performed on aged and unaged mixtures. For each mixture, two rectangular plates of 10 kg each were tested. Results are shown in Table 6 and Fig. 4. Firstly, it can be observed that the warm material with RAP (WMA_50) has lower permanent deformation level than the warm material without RAP, which has a lower permanent deformation level than the hot material. This is the case for both aged and unaged materials. Then, the results also highlight that aged material are more resistant to

Table 4 Results of PCG test

	HMA_0	HMA_50	WMA_0	WMA_50
PCG test (EN 12697-31)				
Air void content at 10 gyrations (%)	15.6	14.8	15.7	15.6
Air void content at 60 gyrations (%)	8.4	7.6	8.8	8.6
Air void content at 100 gyrations (%)	6.6	5.8	7.0	6.8
Repeatability at 60 gyrations (%)	0.95			
Coefficient of compactibility K	3.96	3.96	3.88	3.87
K repeatability (EN 12697-10)	0.14			

Table 5 Results of Duriez test

	HMA_0	HMA_50	WMA_50	HMA_0a
Duriez test (EN 12697-12)				
Air void content (%)	10.7	9.3	9.3	10.7
Compressive strength dry, R (MPa)	10.96	13.25	13.16	12.10
Compressive strength wet, r (MPa)	10.26	12.94	11.98	9.96
Water sensitivity r/R (18 °C)	0.94	0.98	0.91	0.82
r/R repeatability (EN 12697-12)	0.078			

Table 6 Wheel tracking test results

	Cycles						
	30	100	300	1,000	3,000	10,000	30,000
Unaged mixtures							
HMA_0	1.7	2.1	2.7	3.0	3.5	4.0	4.7
HMA_50	1.6	2.2	2.6	3.0	3.3	3.6	4.0
WMA_0	1.7	2.2	2.8	2.9	3.3	4.1	4.4
WMA_50	1.6	1.9	2.3	2.5	3.0	3.3	3.5
Aged mixtures							
HMA_0a	1.3	1.5	1.9	2.0	2.4	2.8	3.0
WMA_0a	1.0	1.4	1.5	2.0	2.1	2.4	2.7
WMA_50a	0.9	1.1	1.5	1.8	2.1	2.4	2.5

Fig. 4 Results of wheel tracking test

rutting. This can be explained by a hardening of the material due to thermal aging. As a conclusion, the use of the warm mix technique and/or RAP leads to a better behaviour in terms of rutting characteristics.

4.4 Complex modulus tests (according to EN 12697-26, annex A)

There are many different tests that can be applied for testing viscoelastic materials. These tests can be static or dynamic. The dynamic test of the complex modulus

E^* enables to test the bituminous mixtures in the range of frequencies from 1 to 40 Hz. In this study, the dynamic tests on HMA_0, WMA_0, WMA_50 and the aged materials HMA_0a, WMA_0a, and WMA_50a were performed at temperatures of -10 , 0 , 10 , 15 , 20 , 30 and 40 °C and the frequencies of 1 , 3 , 10 , 25 , 30 and 40 Hz. For each mixture, four trapezoidal samples were tested. The results are presented in Fig. 5 in terms of master curves, with the norm of the complex modulus as a function of the frequency. The time temperature superposition principle was used to build the master curve, using a reference temperature of 15 °C.

The master curves in Fig. 5 show that mixtures HMA_0 and WMA_0 have similar rheological behaviour evolutions. They have the lower stiffness of all the material tested. WMA_50 and HMA_50 are stiffer than the previous ones. These results are clearly visible at low frequency (high temperature). This behaviour may be explained by an increased stiffness of the aged binder of the material containing RAP. At high frequency, materials have a similar stiffness. This is shown by Fig. 5. This can be explained by a common aggregate structure.

Fig. 5 Comparison of the master curves of the unaged materials HMA_0, WMA_0, HMA_50 and WMA_50 and aged materials HMA_0a, WMA_0a, HMA_50a and WMA_50a ($T_{ref} = 15\text{ }^{\circ}\text{C}$)

Fig. 6 Complex modulus at temperature of 15 °C and frequency of 10 Hz

Figure 6 shows the results of complex modulus at temperatures of 15 °C and at frequency of 10 Hz, on unaged and aged materials. In Fig. 6, it can be seen that WMA_0 and HMA_0 present the same modulus; HMA_50 higher modulus than WMA_50. However, after aging, it is observed that the warm mixture becomes stiffer than the hot mixture; and WMA_50a and HMA_50a have a similar stiffness. As conclusions, the aged mixtures are the stiffer; the WMAs seem to be the most impacted by the aging process. But whatever the material, the modulus is always higher than the one requested by the standards (NF EN 13108-1) for this kind of materials (7,000 MPa at 15 °C, 10 Hz).

4.5 Fatigue tests (according to EN 12697-24)

4.5.1 Tests description

The fatigue tests were performed by flexion with controlled deformation according to the standard EN

12697-24. Specimens are tested at different strain levels (i.e., the maximal value of the strain amplitude in the tested specimen). “According to the beam theory this value is proportional to the displacement amplitude through a geometrical factor. For each tested specimen, the fatigue life is taken as the number of loading cycles needed to decrease the specimen’s stiffness by 50%” [3]. The strain amplitude range was fixed to reach fatigue life between 10^4 and 10^6 loading cycles (as described in the EN 12697-24).

At a fixed frequency f and a given temperature θ , fatigue laws are fitted by linear regression in a log–log diagram on fatigue life versus the loading amplitude expressed as the maximal strain amplitude applied to the material (Eq. 3).

$$N_F(50\%, \theta, f) = 10^6 \left(\frac{\varepsilon}{\varepsilon_6(\theta, f)} \right)^{p(\theta, f)} \quad (3)$$

“Then the performance of the material is expressed by the parameter ε_6 , which represents the loading level leading to a fatigue life of 10^6 cycles (statistically). The slope p also informs us on the sensitivity of the asphaltic mix to the increase of strain amplitude” [3].

Table 7 and Figs. 7a, b and 9a, b present the results obtained from fatigue tests, performed at 10 °C and 25 Hz, at three strain levels, for the eight mixtures of the study. For each mixture, 12 trapezoidal samples (four per strain level) were tested. In Fig. 7a, b, the main parameter studied is the manufacture temperature (hot or warm). In Fig. 9a, the same results are presented, but the main parameter studied is the recycling rate (0 or 50 % of RA). In Fig. 9b, the main parameter is the aging level (aged or unaged).

The authors have decided to analyse the ε_6 values after correction. The correction is related to the compaction degree. A relationship (Eq. 4), proposed by Moutier [11], allows to estimate the ε_6 values for a given compaction degree of 4.5 %, function of the ε_6 values obtained from samples with different compaction degrees. As an indication, the ε_6 uncorrected results are presented in Table 7.

$$\Delta\varepsilon_6 (\mu_{def}) = 3.3\Delta C (\%). \quad (4)$$

Figure 8 presents the results of complex modulus at 10 °C, 25 Hz, obtained at the beginning of each fatigue tests. These results are less complete than standard complex modulus results obtained by means of a dedicated apparatus (one frequency and one

Table 7 ε_6 at 10 °C and 25 Hz, for an air voids content of 4.5 %

Mixtures	Voids (%)	ε_6 ($\times 10^{-6}$)	r at the 95 % (EN 12697-24) ($\times 10^{-6}$)	Target voids (%)	Corrected ε_6 ($\times 10^{-6}$)	Specification EN 13108-1 ($\times 10^{-6}$)
HMA_0	3.6	118	4.2	4.5	115	100
WMA_0	4.0	102	4.2	4.5	100	100
HMA_50	3.0	132	4.2	4.5	127	100
WMA_50	4.2	120	4.2	4.5	119	100
HMA_0a	4.5	123	4.2	4.5	123	100
WMA_0a	3.2	127	4.2	4.5	123	100
HMA_50a	2.6	128	4.2	4.5	122	100
WMA_50a	2.8	114	4.2	4.5	108	100
Mean		117				
SD		9.1				
CV (%)		7.7				
Max–mean		10 (8 %)				
Mean–min		17 (15 %)

Fig. 7 ε_6 at 10 °C, 25 Hz—fabrication temperature in evidence **a** before correction and **b** after correction using Eq. 4 to a void volume of 4.5 %

temperature only). But they are fully correlated with the fatigue results because the samples are the same for both modulus and fatigue results.

4.5.2 Analysis of results

The first noticeable result is that all the materials remains over the minimum level required in the standard ($\varepsilon_6 = 100 \mu_{\text{def}}$). As seen in Table 7, the relative SD is 7 %. The minimum value, $\varepsilon_6 = 100 \mu_{\text{def}}$, is obtained for the WMA_0, this represents only 6 % less than the mean value. The maximum value is obtained for the HMA containing 50 % of RA.

Fatigue results (ε_6) in Fig. 7b show that warm mixtures have always a lower fatigue resistance than hot mixtures, whatever the aging level or the recycling rate. When comparing the modulus ($|E^*|$) in Fig. 8 and fatigue (ε_6) results in Fig. 7b, it can be observed that WMA show similar $|E^*|$ results to HMA, but lower ε_6 values.

In Fig. 9a, it is observed that for the unaged mixtures (HMA and WMA), the presence of RAP improves the fatigue life (from 115 to 127 for HMA, from 100 to 119 for WMA). On the contrary, the presence of RAP does not improve the characteristics of aged HMA; and decreases those of aged WMA. Figure 9b highlights these results: the aging protocol seems to affect the HMA_0 and WMA_0 positively and HMA_50 and WMA_50 negatively. Figure 9b also shows that coupling the warm technique and the use of RAP does not lead to worse results than using these techniques separately.

Fig. 8 Complex modulus at 10 °C, 25 Hz, obtained before fatigue test

Fig. 9 Corrected ε_6 at 10 °C, 25 Hz **a** presence of RAP in evidence and **b** artificial aging in evidence

4.5.3 Summary and discussions on results

In the framework of materials prepared, manufactured and tested in laboratory, no noticeable problem can be observed when using RAP or the warm technique, neither when coupling these two techniques. The results given by the different tests are all better than the limits required by the European standards for these tests and these materials: in terms

of mix design, all these techniques are suitable. However, the warm technique tends to show lower results than the hot technique, whatever the age and the recycling rate.

However, it has to be noted that, in this study, the number of tested materials, warm mix techniques and nature of RAP is limited. But the main conclusion of this study is that a good control of the materials (including RAP) and well-prepared materials when using RAP and warm techniques would lead to acceptable material lifetimes.

The initial key point was to determine if WMAs would be more affected by a thermal aging than typical HMA, but no trend was highlighted. In the same manner, the questioning was to know if coupling RAP and warm mix techniques would lead to lower performances and it does neither seem obvious.

5 Conclusions

This work aimed at studying the interest and the potential problems when coupling in laboratory the WMA technology and the use of high ratio of RAP in the mixture.

Firstly, it was decided to separate RAP in several granular classes, with the aim to better control the level of homogeneity of the RAP. The separation in four classes has shown that binder content was strongly varying according to the granular class, as well as the grading curve. The binder characteristics were the same whatever the class; so, it is good for the level of homogeneity.

It was also decided to set up an aging protocol in order to better simulate what could be the response of the tested materials after several years of lifetime. This protocol is based on the RILEM aging protocol supposed to accelerate the oxidation process inside the material.

As the main objective was to study coupling WMA and RAP, a performance analysis was carried out to compare WMA with RAP to WMA and HMA without RAP. This comparison clearly shows that the warm technique, the use of RAP and these coupled techniques have similar performances as the HMA. Even if the use of the warm technique tends to slightly decrease the fatigue resistance.

Acknowledgments The authors would like to thank the financial support of Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior—CAPES (Sandwich Doctoral Program (PDSE/CAPES))

and Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico—CNPq (Science without Borders (SwB) program - Doctorate Sandwich Abroad (SWE)).

References

- Anderson E, Daniel JS (2013) Long-term performance of pavement with high recycled asphalt content: case studies. Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board, No. 2371. Transportation Research Board of the National Academies, Washington, DC, pp 1–12. doi:[10.3141/2371-01](https://doi.org/10.3141/2371-01)
- Apeagyei A, Clark T, Rorrer T (2013) Stiffness of high-RAP asphalt mixtures: Virginia's experience. J Mater Civ Eng 25(6):747–754. doi:[10.1061/\(ASCE\)MT.1943-5533.0000543](https://doi.org/10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0000543)
- Bodin D, Terrier J-P, Perroteau C, Hornych P, Marsac P (2010) Effect of temperature on fatigue performances of asphalt mixes. In: 11th International conference on asphalt pavements, volume 1 of 3. ISAP, Nagoya. ISBN 978-1-61839-073-8
- Colbert B, You Z (2012) The determination of mechanical performance of laboratory produced hot mix asphalt mixtures using controlled RAP and virgin aggregate size fractions. Constr Build Mater 26(1):655–662. doi:[10.1016/j.conbuildmat.2011.06.068](https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2011.06.068)
- Copeland A (2011) Reclaimed asphalt pavement in asphalt mixtures: state of the practice. Federal Highway Administration, Report No. FHWA-HRT-11-021. Form DOT F 1700.7 (8-72)
- De la Roche C, Gabet T, Van de Ven M, Van den Bergh W, Grenfell J (2010) Results of interlaboratory tests on a laboratory bituminous mixtures ageing protocol. In: Proceedings of the 11th international conference on asphalt pavements, France
- De la Roche C, Van de Ven M, Planche J-P, Van den Bergh W (2013) Hot recycling of bituminous mixtures. Advances in interlaboratory testing and evaluation of bituminous materials. State-of-the-art report of the RILEM Technical Committee 206-ATB, vol IX, pp 361–428, online. ISBN 978-94-007-5104-0. doi:[10.1007/978-94-007-5104-0_7](https://doi.org/10.1007/978-94-007-5104-0_7)
- EAPIC (2011) Essais d'Aptitude par Inter-Comparaison. Rapport de présentation des résultats N° 1-4-010. 1ème Campagne – 4ere Session – Série n° 10. http://www.idrrim.com/ressources/documents/1/858,EAPIC_Rapport-final-de-presentacion.pdf. Accessed 9 Oct 2014
- IFSTTAR (2013) Un grand équipement de l'IFSTTAR: Le manège de fatigue des structures routières. Institut Français des Sciences et Technologies des Transports, de l'Aménagement et des Réseaux. <http://35ans-manege.ifsttar.fr/docs/Plaquette-manegeV1.pdf>. Accessed 7 Oct 2014
- Molenaar A, Hagos E, Van de Ven M (2010) Effects of aging on the mechanical characteristics of bituminous binders in PAC. J Mater Civ Eng 22(8, SPECIAL ISSUE: Asphalt and Modified Asphalt Materials):779–787. ©ASCE, ISSN (online) 1943-5533. doi:[10.1061/_ASCE_MT.1943-5533.0000021](https://doi.org/10.1061/_ASCE_MT.1943-5533.0000021)
- Moutier F (1991) Etude statistique de l'effet de la composition des enrobés bitumineux sur leur comportement en fatigue et leur module complexe. Bull Liaison Lab Ponts Chaussées, Numéro 172:71–79
- Oliveira JRM, Silva HMRD, Abreu LPF, Gonzalez-Leonc JA (2012) The role of a surfactant based additive on the production of recycled warm mix asphalts—less is more. Constr Build Mater 35:693–700. doi:[10.1016/j.conbuildmat.2012.04.141](https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2012.04.141)
- Kalman B et al (2013) Re-Road—end of life strategies of asphalt pavements. Deliverable 7.3, Project Final Report. European Commission DG Research. A FP7 Collaborative Project. Grant SCP7-GA-2008-218747. <http://re-road.fehrl.org/index.php?m=64>. Accessed 20 oct 2014
- CFTR-info N°17 (2008) Enrobés Bitumineux à Chaud - Mise en Application des Nouvelles Normes NFEN. Comité Français pour les Techniques Routières. Référence du document: RI 0802. <http://dtrf.setra.fr/pdf/pj/Dtrf/0005/Dtrf-0005497/DT5497.pdf>. Accessed 20 Oct 2014
- Tarbox S, Daniel JS (2012) Effects of long-term oven aging on reclaimed asphalt pavement mixture. Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board, No. 2294. Transportation Research Board of the National Academies, Washington, DC, pp 1–15. doi:[10.3141/2294-01](https://doi.org/10.3141/2294-01)
- Valdés G, Pérez-Jiménez F, Miró R, Martínez A, Botella R (2011) Experimental study of recycled asphalt mixtures with high percentages of reclaimed asphalt pavement (RAP). Constr Build Mater 25(2011):1289–1297. doi:[10.1016/j.conbuildmat.2010.09.016](https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2010.09.016)
- Zhao S, Huang B, Shu X, Jia X, Woods M (2012) Laboratory performance evaluation of warm-mix asphalt containing high percentages of reclaimed asphalt pavement. Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board, No. 2294. Transportation Research Board of the National Academies, Washington, DC, pp 98–105. doi:[10.3141/2294-11](https://doi.org/10.3141/2294-11)