



AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES REOLÓGICA E MECÂNICA DE LIGANTES
E MISTURAS ASFÁLTICAS IRRADIADAS

Marco Saulo Mello

Tese de Doutorado apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Nuclear, COPPE, da Universidade Federal do Rio de Janeiro, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Doutor em Engenharia Nuclear.

Orientador(es): Delson Braz

Laura Maria Goretti da Motta

Rio de Janeiro

Novembro de 2014

AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES REOLÓGICA E MECÂNICA DE LIGANTES
E MISTURAS ASFÁLTICAS IRRADIADAS

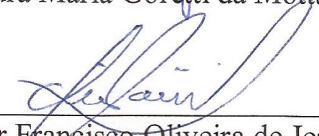
Marco Saulo Mello

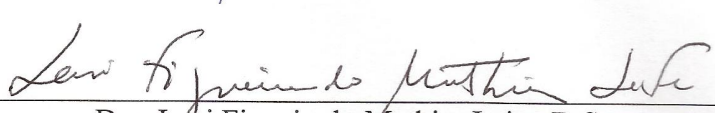
TESE SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DO INSTITUTO ALBERTO LUIZ
COIMBRA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA DE ENGENHARIA (COPPE) DA
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE DOS
REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE DOUTOR EM
CIÊNCIAS EM ENGENHARIA NUCLEAR.

Examinada por:

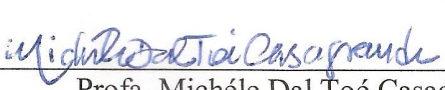

Prof. Delson Braz, D.Sc.


Prof. Laura Maria Goretti da Motta, D.Sc.


Prof. Edgar Francisco Oliveira de Jesus, D.Sc.


Dra. Leni Figueiredo Mathias Leite, D.Sc.


Prof. Silvana Moreira, D.Sc.


Prof. Michéle Dal Toé Casagrande, D.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ - BRASIL

NOVEMBRO DE 2014

Mello, Marco Saulo

Avaliação das Propriedades Reológica e Mecânica de Ligantes e Misturas Asfálticas Irradiadas / Marco Saulo Mello. – Rio de Janeiro: UFRJ/COPPE, 2014.

XI, 140p.: il.; 29,7 cm.

Orientador(es): Delson Braz

Laura Maria Goretti da Motta

Tese (doutorado) – UFRJ / COPPE / Programa de Engenharia Nuclear, 2014.

Referências Bibliográficas: p. 115-132

1. Propriedades Mecânicas. 2. Mistura Asfáltica. 3. Ligante Asfáltico. 4. Irradiação Gama. I. Braz, Delson *et al.*
II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE, Programa de Engenharia Nuclear. III. Título

Esse trabalho é dedicado à minha mãe Maria, ao meu pai Amaury e a minha esposa Valéria

AGRADECIMENTOS

A Jesus Cristo, por me guiar por caminhos que culminaram com a realização de mais um propósito que busquei alcançar;

A minha mãe Maria, que sempre esteve comigo sem medir esforços para que eu chegasse a finalizar essa outra conquista, dentre tantas que conquistamos. Ao meu pai Amaury que me ajudou a enfrentar as dificuldades;

Às minhas tias Celeste e Solange, e ao primo Átila, porém, em especial às tias que foram primordiais durante todo esse período em que não só me acolheram, mas que acima de tudo me deram amor, carinho e atenção como se dá a um filho;

A minha amada esposa Valéria que sempre me apoiou e ajudou a encarar os desafios enfrentados. Aos meus cunhados, Telmo, Vanessa e Vanilda, em especial a última que me ajudou na finalização dessa etapa. E ao meu sobrinho Inácio que me deu tanta alegria para que pudesse terminar esse trabalho. A minha sogra Ivanete, pelo apoio que me deu na conclusão desse trabalho

Ao meu orientador e amigo Delson, que tanto me auxiliou orientou, aconselhou e acreditou na minha competência para o processo de desenvolvimento e conclusão dessa Tese. A você meu sincero agradecimento. A minha orientadora prof Laura, pela oportunidade, orientação e amizade na realização deste trabalho.

Aos amigos do Programa Engenharia Civil (COPPE/UFRJ/PEC), e em especial ao Washington, Allan, Leandro, Roberto e Thiago que me proporcionaram todos os mecanismos e subsídios para a minha pesquisa.

Aos amigos do Laboratório de Instrumentação Nuclear (COPPE/UFRJ/LIN), e em especial ao Sandro, Osmar e Carlos Augusto pela cooperação na realização dessa pesquisa.

Aos meus amigos (as) Luiz (Juca), Dalton, Leornado, Wemerson, Léo e Thaís que com seus jeitos de serem irreverentes combinaram com o meu e que resultou para nós em uma amizade saudável;

A todos que fazem parte da coordenação da pós-graduação engenharia nuclear

E, por fim, a todos que de uma maneira ou de outra me apoiaram, por isso, só cabe nesse momento dizer “muito obrigado!”.

Resumo da Tese apresentada à COPPE/UFRJ como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Doutor em Ciências (D.Sc.)

AValiação DAS PROPRIEDADES REOLÓGICA E MECÂNICA DE LIGANTES E MISTURAS ASFÁLTICAS IRRADIADAS

Marco Saulo Mello

Novembro/2014

Orientadores: Delson Braz

Laura Maria Goretti da Motta

Programa: Engenharia Nuclear

Este trabalho teve o objetivo de investigar o efeito da radiação gama sobre as propriedades físicas, químicas, reológicas e mecânicas de dois ligantes asfálticos (CAP 50 - 70) e das misturas asfálticas irradiados. As amostras de mistura asfáltica e de ligante asfáltico foram irradiadas com doses gama de 0 a 300kGy. Analisando os resultados do ensaio de módulo de resiliência pode-se notar que o processo de irradiação provoca oxidação e o aumento na rigidez do ligante, resultando assim, no aumento do módulo de resiliência. Este comportamento está de acordo com o processo de envelhecimento observado em campo para mistura asfáltica. O resultado das modificações reológicas no ligante asfáltico irradiado pode ser notado no ensaio de penetração e no ponto de amolecimento e podem ser associados ao processo de envelhecimento do ligante asfáltico. Pode-se concluir que o aumento da dose da irradiação gama aumenta a rigidez do ligante, diminuindo a penetração e aumentando o ponto de amolecimento. No entanto, os resultados de viscosidade do ligante irradiado não concordam com o processo de envelhecimento. Analisando os resultados de microscopia de força atômica pode-se perceber que o processo de irradiação gama provoca alterações na morfologia do ligante asfáltico irradiado.

Abstract of Thesis presented to COPPE/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Doctor of Science (D.Sc.)

INVESTIGATIONS OF PHYSICAL AND RHEOLOGICAL PROPERTIES OF
BITUMEN AND ASPHALT MIXTURE GAMMA IRRADIATED

Marco Saulo Mello

November /2014

Advisors: Delson Braz

Laura Maria Goretti da Motta

Department: Nuclear Engineering

The objective of this work was to investigate the effect of gamma irradiation on the physical, chemical, rheological and mechanical properties of the irradiated asphaltic mixture and irradiated bitumen 50/70. The bitumen and asphaltic mixture samples were irradiated with doses range of 0 to 300kGy. Analyzing the results of Resilient Modulus test it could be noticed that the irradiation process causes oxidation and increased the hardening rate increase of the bitumen, thus resulting in the increasing resilient modulus. This behavior agrees with the ones observed in the ageing phenomena of the asphalt mixture. The result of the rheological changes in the bitumen irradiated could be noticed in the penetration and softening point tests. The gamma irradiation in the bitumen can be linked to ageing phenomena. It could be concluded that the increasing of the radiation dose increases the bitumen hardness, thereby decreasing the penetration and increasing the binder softening point. However the results of viscosity of irradiated bitumen do not agree with the ageing phenomena. Analyzing the results of atomic force microscopy it could be noticed that the irradiation process causes change on the morphology of irradiation bitumen.

SUMÁRIO

CAPÍTULO 1	1
1. Introdução.....	1
CAPÍTULO 2	5
2. Fundamentos Teóricos	5
2.1. Ligante Asfáltico.....	5
2.2. Composição Química.....	9
2.3. Caracterização dos Ligantes Asfálticos	13
2.3.1 Convencional	13
2.3.2. A Especificação SUPERPAVE	15
2.3.3. Curva Mestre	23
2.4. Envelhecimento.....	25
2.5. Mistura Asfáltica.....	29
2.5.1. Concreto Asfáltico (CA).....	33
2.6. Dosagem de Mistura Asfáltica.....	35
2.6.1. Dosagem SUPERPAVE	36
2.7. Definições de Massas Específicas para Mistura Asfáltica.....	38
2.7.1. Massa Específica, Densidade e Absorção	39
2.7.2. Densidade Real (G_{sa})	40
2.7.3. Densidade Aparente (G_{sb}).....	40
2.7.4. Massa Específica Efetiva.....	41
2.8. Parâmetros Volumétricos.....	41
2.8.1 Determinação da Densidade Aparente de Mistura Asfáltica Compactada (G_{mb}).....	42
2.8.2. Determinação da Densidade Máxima da Mistura (G_{mm}).....	43
2.8.3. O volume de vazios (V_v).....	44
2.8.4. O volume de vazios nos agregados minerais (VAM).....	44
2.8.5. A relação entre betume (asfalto) e vazios (RBV).....	45
2.9. Módulo de Resiliência (MR)	45
2.10. Microscopia de Força Atômica (AFM).....	46
2.11. Radiação.....	50
2.11.1. Aplicações da Irradiação Gama	52
2.11.2. Irradiação Gama nos Polímeros.....	55

2.11.3. Imobilização de Rejeitos de Usinas Nucleares por Betume	57
CAPÍTULO 3	61
3. Materiais e Métodos	61
3.1. Irradiação	61
3.2. Misturas Asfálticas.....	62
3.2.1. Ensaio de Módulo de Resiliência (MR).....	64
3.2.2. Mistura Asfáltica (LUBNOR)	65
3.2.3. Mistura Asfáltica (REPAR).....	66
3.3. Ligantes Asfálticos.....	67
3.3.1. Ensaio de Penetração	68
3.3.2. Ensaio de Viscosidade	69
3.3.3 Ensaio SARA (Saturado, Aromático, Resina e Asfalto)	70
3.3.4 Microscopia de Força Atômica (AFM)	71
3.3.4 Determinação das Especificações SUPERPAVE e Brasileira para as Amostras de Ligantes Asfálticos desta Pesquisa	72
3.3.4 Curva Mestre	73
CAPÍTULO 4	75
4. Resultados e Discussões.....	75
4.1. Misturas Asfálticas.....	75
4.1.1. Misturas Asfálticas (LUBNOR)	75
4.1.2. Misturas Asfálticas (REPAR).....	80
4.2 Ligantes Asfálticos.....	86
4.2.1. Ligante Asfáltico (LUBNOR)	86
4.2.1.1. Ensaio De Penetração	86
4.2.1.2. Ensaio de Viscosidade.....	90
4.2.1.3. Ensaio SARA (Saturado, Aromático, Resina e Asfalto)	93
4.2.1.3. Microscopia de Força Atômica (AFM).....	95
4.2.1.4. Especificações Superpave e Brasileira para as Amostras dos Ligantes Asfálticos desta Pesquisa	100
4.2.2 Ligante Asfáltico (REPAR).....	104
4.2.2.1. Ensaio de Penetração.....	104
4.2.2.2. Ensaio de Viscosidade.....	108
4.2.2.3. Ensaio SARA (Saturado, Aromático, Resina e Asfalto)	109
4.2.2.4. Curva Mestre	110

CAPÍTULO 5	112
5. Conclusões	112
5.1. Sugestões para Estudos Futuros	114
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	115
ANEXOS	133

LISTA DE SIGLA

AASHTO - American Association of State Highway and Transportation Officials	Gmb - Densidade Aparente da Mistura
ABPv - Associação Brasileira de Pavimentação	Gsa – Densidade Real
AFM – Microscopia de Força Atômica	Gsb – Densidade Aparente
ANP – Agencia Nacional de Petróleo	Gse – Densidade Efetiva dos Agregados
API – American Petroleum Institute	IAEA - International Atomic Energy Agency
ASTM - American Society for Testing and Materials	IPEN - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares
BBR – Reômetro de Fluência em Viga	IST – Índice de Susceptibilidade Térmica
CA – Concreto Asfáltico	LUBNOR - Refinaria Lubrificantes e Derivados do Nordeste
CAP - Cimento Asfáltico de Petróleo	MSCR - Multiple Stress Creep Recovery
CBUQ - Concreto Betuminoso Usinado a Quente	MR – Módulo Resiliência
CP – Corpo de Prova	RBV – Relação Betume Vazio
CENPES – Centro de Pesquisa e Desenvolvimento Américo Leopoldo Miguez de Mello	RCRT - Repeated Creep and Recovery Test
CDTN - Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear	REPAR - Refinaria Presidente Getúlio Vargas
CGS - Compactador Giratório <i>Superpave</i>	RTFOT - Rolling Thin Film Oven Test
CNEN - Comissão Nacional de Energia Nuclear	RV - Viscosímetro Rotacional
DDT – Prensa de Tração Direta	PAV - Pressure aging vessel
DNIT – Departamento Nacional de Infraestrutura de Transporte	PG – Performance Grade
DSR – Reômetro de Cisalhamento Dinâmico	RNM - Ressonância Nuclear Magnética
EVA - Etileno-Acetato de Vinila	SARA – Saturados Aromáticos Resinas Asfaltenos
END – Ensaios Não Destrutivos	SBS – Estireno-butadieno-estireno
Gmm - Densidade Máxima da Mistura	SHRP - Strategic Highway Research Program
	VAM – Vazios do Agregado Mineral
	VCB – Vazios Cheios de Betume
	Vv – Volume

CAPÍTULO 1

1. Introdução

O Brasil é um país de dimensões continentais com um território de 8.514.876 km², ocupando a classificação do 5º maior país do mundo. Portanto, é necessária a utilização de meios de transporte que possibilitem a locomoção de cargas e pessoas com eficiência e segurança sendo que o principal modal de transporte no Brasil é o transporte rodoviário, embora atualmente sendo questionável esta opção (VIANNA, 2007).

Segundo o relatório de Sistema de Gerência de Pavimentos (SGP) feito pelo Departamento Nacional Infraestrutura de Transporte - DNIT, no ano de 2011, a malha rodoviária brasileira pavimentada era de 214.413,5 quilômetros. O sistema rodoviário brasileiro consiste em rodovias federais, estaduais e municipais, tendo rodovias pavimentadas e não pavimentadas, as pavimentadas são 12% da extensão total. Esta malha rodoviária é responsável por 61,1% do transporte de carga e de 96,0% do transporte de passageiros (DNIT, 2011).

Assim, devido à importância que a malha rodoviária apresenta na infraestrutura do país e a sua inevitável deterioração por efeitos ambientais e de carga, é necessário o desenvolvimento de novas tecnologias que possam caracterizar e/ou proporcionar o aumento da vida útil do pavimento, começando pelas misturas asfálticas e principalmente pelo ligante asfáltico, elemento que sofre influência direta do clima. Com isto poderá haver uma redução nos custos de operação dos veículos e minimização dos investimentos cada vez mais substanciais para recuperação da malha rodoviária.

Uma das questões relevantes para um bom dimensionamento de um pavimento é obter o conhecimento completo de todos os componentes (materiais) da estrutura como um todo. Particularmente, é essencial um bom conhecimento do comportamento do ligante asfáltico, em geral o único elemento industrializado que é utilizado, especialmente em relação aos fenômenos que ocorrem no mesmo durante a vida útil do pavimento. A interação deste ligante com os agregados que compõem a mistura asfáltica também deve ser incluída nesta análise.

Uma das alternativas de ensaios não destrutivos (END) que pode auxiliar neste entendimento do comportamento do ligante e da mistura asfáltica é o uso da radiação

ionizante. Como exemplo, pode-se citar a técnica da tomografia computadorizada com o intuito de obter imagens com informação em 2D e 3D da mistura asfáltica como foi feito por BRAZ (1997) e COLERI *et al.* (2012), entre outros. A tomografia é o processo de se obter pontualmente a distribuição do coeficiente de atenuação linear da estrutura interna de uma seção transversal de um elemento. No caso, destes estudos foram realizados em corpos de prova de mistura asfáltica.

As aplicações da radiação gama não se limitam somente à medicina, têm também utilização na engenharia, na agricultura e na área industrial.

Referência às aplicações da radiação ionizante para ligante asfáltico e mistura asfáltica citam o uso de técnicas como tomografia computadorizada e difração de raios X entre outras (BRAZ *et al.*, 2000; SIDDIQUI *et al.*, 2002; YOU *et al.*, 2009; ZHANPING *et al.* 2009, AZEREDO, 2011; MOUAZEN *et al.* 2011; ZHANG *et al.* 2011; COLERI *et al.* 2012), visando a caracterização do ligante (puro ou modificado) ou das misturas asfáltica antes ou após o seu uso na pavimentação e também verificar os efeitos do processo de envelhecimento.

No entanto, nenhuma dessas técnicas se propõe a efetuar mudanças nas propriedades reológicas, químicas e mecânicas do ligante asfáltico e da mistura asfáltica visando alguma melhoria. Contudo, existem vários métodos que realizam mudanças nas propriedades reológicas do ligante asfáltico com adição de polímero, borracha, fibra de coco, entre outros (BRINGEL, 2007, LIMA, 2008, ALENCAR *et al.*, 2008).

Além da prática da utilização dos polímeros na pavimentação, também, existem outras áreas industriais que apreciam o uso de polímeros devido as suas características mecânicas, térmicas e elétricas.

Em algumas aplicações na área industrial, faz-se o uso da irradiação gama como agente para esterilização ou para modificação das propriedades mecânicas por alteração de uma ou mais propriedades desses materiais de interesse para as indústrias. Assim houve aumento no uso de procedimentos de irradiação de alguns polímeros como, por exemplo, o polietileno, o policloreto de vinila (PVC), a poliamida 6,6, o poli-3-Hidroxiburito (PHB), o poli(etileno-propileno-dieno), o politetrafluoretileno – PTFE, o policarbonato e outros, com a finalidade de mudar suas propriedades físicas e químicas, como se pode verificar em vários trabalhos, tais como: SINGH (2001); ALVES *et al.* (2004); COLOMBO (2004); RIBEIRO (2006); MACHADO (2008); MACHADO *et al.*

(2010), NANDA *et al.*, (2011); LIMA *et al.* (2012); FORSTER *et al.* (2013); KARSLI *et al.*, (2013), entre outros.

Existem alguns polímeros que são constituídos por hidrocarbonetos (Policloreto de Vinila (PVC), Polietileno, Policarbonato e outros) e, neste caso, os polímeros têm a sua composição química parecida com o ligante asfáltico (cimento asfáltico de petróleo - CAP) que são constituídos de 90 a 95% de hidrocarbonetos e de 5 a 10% de heteroátomos (BERNUCCI *et al.*, 2010). As propriedades macroscópicas e a estrutura macromolecular dos materiais poliméricos são afetadas drasticamente pela radiação ionizante ou de alta energia (COSTA *et al.*, 2002).

Existem hoje vários irradiadores de porte industrial e de pesquisa que são usados em procedimentos de irradiação em frutas e alimentos. Mas para a finalidade de irradiação de ligantes asfálticos visando o seu uso em pavimentação algumas modificações precisarão ser implementadas para possibilitar a irradiação de um tanque ou uma carreta de ligante que seriam utilizados em pavimentação.

Neste contexto a presente pesquisa visa aplicar a radiação gama em amostras de ligante asfáltico para fazer um estudo exploratório das possíveis modificações benéficas que possam ser obtidas visando a melhoria do asfalto para uso na pavimentação.

O objetivo principal desta tese é observar os efeitos da irradiação gama nas propriedades reológicas, químicas e mecânicas de duas amostras de ligantes asfálticos brasileiros utilizados comumente para pavimentação e de duas misturas asfálticas preparadas com estes ligantes, submetidos a diferentes doses de radiação. Pretende-se avaliar se é possível obter alguma melhoria ou se há degradação nas suas características ou propriedades para o seu uso em pavimentação.

Como objetivos específicos esta tese pretende aplicar as seguintes técnicas e análises:

- Como na pavimentação os ligantes asfálticos são aplicados com temperaturas elevadas será feito também o estudo das possíveis modificações que ciclos de aquecimento provocam após o procedimento de irradiação gama dos ligantes asfálticos estudados.
- Serão avaliadas as propriedades e características das amostras não irradiadas (padrão) e irradiadas através dos ensaios: módulo de resiliência (MR), SARA, microscopia de força atômica (AFM), ponto de amolecimento,

penetração, viscosidade Brookfield, classificação *superpave* com MSCR e curva mestre.

Para chegar a este objetivo esta tese está estruturada em cinco capítulos incluindo esta introdução.

No capítulo II são feitas descrições dos aspectos teóricos e conhecimentos básicos sobre os ligantes asfálticos (cimento asfáltico de petróleo - CAP), mistura asfáltica e a irradiação gama.

No capítulo III mostra-se a instrumentação utilizada para realizar as irradiações das amostras, ensaios químicos e reológicos realizados nos CAPs, o método para confecção dos corpos de provas (mistura asfáltica) e os procedimentos dos ensaios mecânicos.

No capítulo IV são apresentados e analisados os resultados obtidos dos ensaios químicos, reológicos e mecânicos dos CAPs e dos corpos de prova de mistura asfáltica.

No capítulo V são apresentados os comentários e conclusões desta pesquisa, e sugestões de continuidade desta linha de pesquisa.

CAPÍTULO 2

2. Fundamentos Teóricos

A seguir são apresentados alguns conceitos relacionados à pesquisa para o entendimento deste trabalho: a irradiação gama e suas aplicações, o ligante asfáltico e as misturas asfálticas, e os ensaios para caracterizar as mudanças das propriedades reológicas, mecânicas e químicas devido ao processo de irradiação gama. Enfatizam-se as ferramentas necessárias para realizar esta pesquisa multidisciplinar.

2.1. Ligante Asfáltico

Existem relatos na literatura que o asfalto é um dos mais antigos e versáteis materiais de construção utilizado pelo homem. O Manual de Asfalto lista mais de 100 das principais aplicações desse material, desde a agricultura até a indústria (BERNUCCI *et al.*, 2010).

Segundo a ASTM Designação 8 (apud Manual de Asfalto, 2002, p.12) o asfalto é o material cimentante marrom escuro ou negro, cujos constituintes principais são betumes que ocorrem na natureza ou se obtêm do processamento do petróleo, como mostrado na figura 2.1.(a). Os asfaltos naturais ocorrem pelo processo de evaporação natural dos depósitos de petróleo encontrados na superfície terrestre. Porém, é mais usual e coerente na pavimentação o asfalto obtido pela destilação do petróleo bruto em refinarias, no qual as frações leves como gasolina, querosene e diesel são separadas do asfalto por vaporização, fracionamento e condensação em torres de fracionamento seguindo a ordem da faixa de ebulição dos compostos, conforme mostra a tabela 2.1 e a figura 2.1.(a).

Já o ligante asfáltico ou asfalto é um líquido denso derivado do petróleo que tem a consistência quase sólida à temperatura ambiente e líquida quando aquecido a mais de 100°C (veja a figura 2.1.(b)), condição necessária para que tenha a possibilidade de envolver os agregados.

Tabela 2.1: Frações Típicas do Petróleo (THOMAS, 2001)

Fração	Temperatura de Ebulição (° C)	Composição Química	Usos
Gás residual GLP	Até 40	$C_1 - C_3$ $C_3 - C_4$	Gás combustível, Combustível engarrafado Uso doméstico e Industrial
Gasolina	40 - 175	$C_5 - C_{10}$	Combustível automotivo e solvente
Querosene	175 - 235	$C_{11} - C_{12}$	Iluminação, combustível de aviões a jato, diluyente para asfalto
Gasóleo leve	235 - 305	$C_{13} - C_{17}$	Diesel e fornos
Gasóleo pesado	305 - 400	$C_{18} - C_{25}$	Combustível, matéria prima para lubrificantes
Lubrificantes	400 - 510	$C_{26} - C_{38}$	Óleos lubrificantes
Resíduos	Acima de 510	C_{39}	Asfalto, piche, impermeabilizante

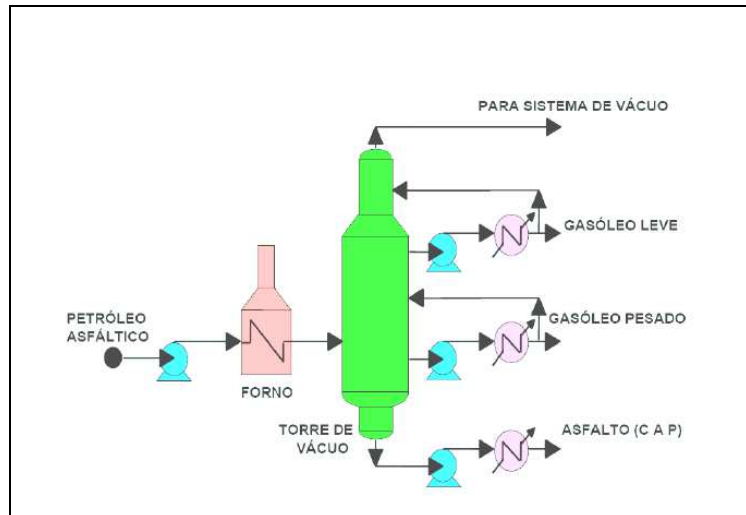


Figura 2.1.(a): Representação simplificada do processo de destilação do petróleo (BERNUCCI *et al.*, 2010)

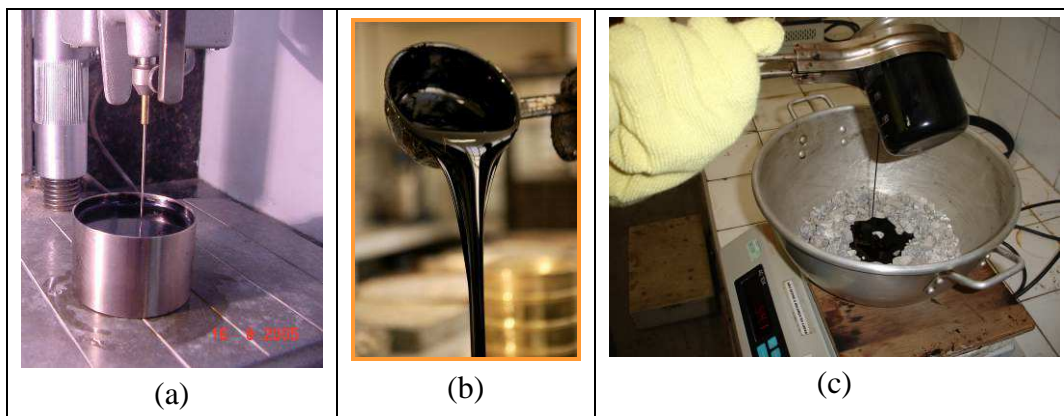


Figura 2.1.(b): Amostra de ligante asfáltico na condição de temperatura ambiente (a) aquecido a cerca de 140°C (b) e misturando aos agregados (BERNUCCI *et al.*, 2010).

No Brasil, o asfalto resultante da destilação do petróleo é chamado de Cimento Asfáltico Petróleo – CAP e obedece a uma série de características específicas que visam garantir seu adequado desempenho na pavimentação. É um produto termoviscoelástico, semi-sólido na temperatura ambiente, que promove a aglutinação, a flexibilidade da mistura e a impermeabilização à água, sendo pouco reativos aos ácidos dos agregados inorgânicos, sais e álcalis. Pode-se observar a característica de termoviscoelasticidade desse material no seu comportamento mecânico suscetível à velocidade, ao tempo e à intensidade de carregamento e à temperatura de serviço (BERNUCCI *et al.*, 2010).

No Brasil a Petrobras possui nove conjuntos produtores e distribuidores de asfalto de petróleo: Amazonas, Ceará, Bahia, Minas Gerais, Rio de Janeiro, São Paulo (dois), Paraná e Rio Grande do Sul e uma unidade de exploração de xisto betuminoso localizada no Paraná, que produz insumos para pavimentação. Possui ainda fábricas de emulsões asfálticas pertencentes à Petrobras Distribuidora e laboratórios de análise em todas as suas refinarias. Conta também com o Centro de Pesquisas e Desenvolvimento Américo Leopoldo Miguez de Mello – CENPES-RJ (veja a figura 2.2) que tem como objetivo o desenvolvimento de produtos, acompanhamento da qualidade dos asfaltos comercializados e pesquisas conjuntas com universidades e outras instituições de pesquisa (BERNUCCI *et al*, 2010).



Figura 2.2: Produtores e Distribuidores de CAP da Petrobras (CEASF, 2009 apud MOTHÉ, 2009).

2.2. Composição Química

Segundo BERNUCCI *et al.* (2010) os petróleos ou óleos crus diferem em suas propriedades físicas e químicas, variando de líquidos negros viscosos até líquidos castanhos bastante fluidos, com composição química predominante parafínica, naftênica ou aromática. Existem perto de 1500 tipos de petróleo explorados no mundo, porém somente uma pequena porção deles é considerada apropriada para produzir asfalto (SHELL, 2003). Por causa dos diferentes tipos de petróleos o processamento de destilação e a composição química do ligante asfáltico pode ser diferente entre as refinarias. De acordo com BRULÉ e LAVAL (1974), quimicamente o asfalto é definido como sistema coloidal constituído por micelas de asfaltenos dispersados em um meio intermicelar oleoso, formado pela mistura de óleos aromáticos e saturados, chamados maltenos. Anos depois, esse modelo seria melhor explicado por Yen em 1991.

Os CAPs são constituídos de 90 a 95% de hidrocarbonetos e de 5 a 10% de heteroátomos (oxigênio, enxofre, nitrogênio e metais – vanádio, níquel, ferro, magnésio e cálcio) unidos por ligações covalentes. Os cimentos asfálticos de petróleos brasileiros têm baixo teor de enxofre e de metais, mas um alto teor de nitrogênio, enquanto os procedentes de petróleos árabes e venezuelanos têm alto teor de enxofre (LEITE, 1999, BERNUCCI *et al.* 2010).

A separação das frações do asfalto não é trivial e vários métodos têm sido utilizados ao longo dos anos. O método americano ASTM D 4124-01 permite separar as seguintes frações: saturados, nafteno-aromáticos, polar-aromáticos e asfaltenos usando a precipitação em n-heptano que faz separar os asfaltenos dos demais constituintes, denominados de maltenos, que por sua vez são solúveis em n-heptano e separados por cromatografia de absorção. Entretanto, na Europa utiliza-se um método similar a este da ASTM conhecido como SARA (S de saturado, A de aromático, R de resinas e A de asfaltenos), sendo a separação dos constituintes realizada por cromatografia em camada fina com detecção por ionização de chama (LEITE, 1999, SHELL, 2003). A figura 2.3 apresenta as estruturas químicas correspondentes a estas frações do CAP.

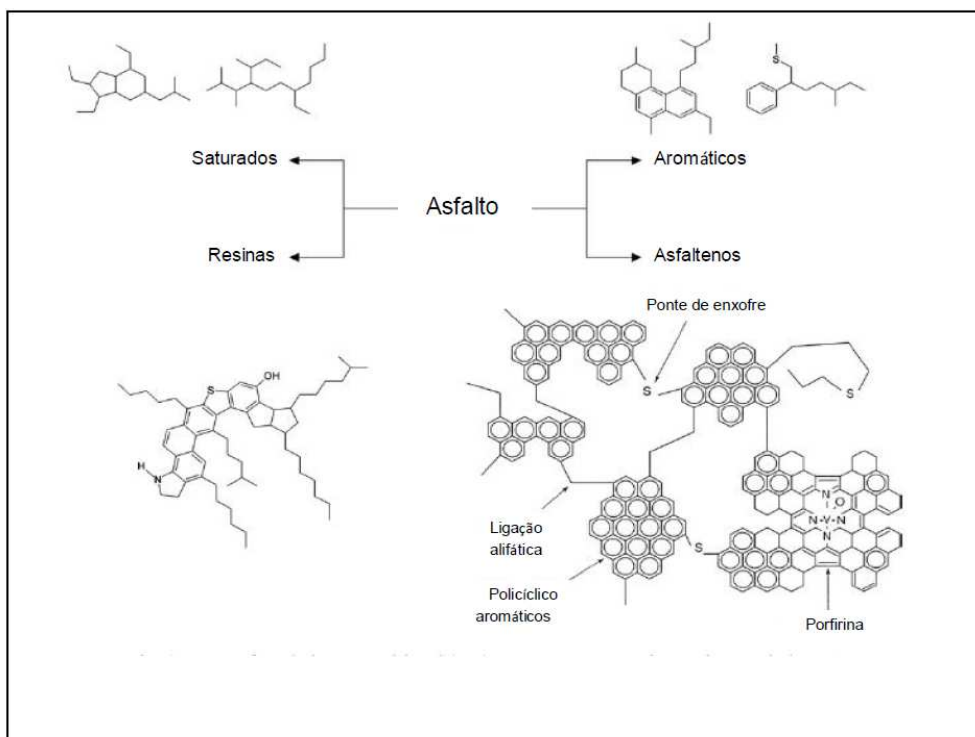


Figura 2.3: Estruturas químicas presentes do CAP (GODÓI, 2011).

Os principais grupos químicos que compõem o petróleo são os hidrocarbonetos saturados, hidrocarbonetos aromáticos, resinas e asfaltenos, cujas composições estão descritas como (CORBETT, 1978, THOMAS, 2001, BERNUCCI *et al.*, 2010):

- a) **Hidrocarbonetos Saturados:** São compostos formados por alcanos com cadeias normais e ramificadas que contém de 1 a 45 átomos de carbono, compondo 5 a 20% dos asfaltos. É um óleo transparente, viscoso e não-polar, tendo influência negativa na suscetibilidade térmica. Em maior concentração amolecem o produto.
- b) **Hidrocarbonetos Aromáticos:** São compostos formados por pelo menos um anel aromático em estrutura com baixa massa molar, sendo o meio de dispersão e peptização dos asfaltenos. Esses componentes formam um líquido viscoso amarelo polar, com cadeias não-saturadas de carbono, constituindo de 40 a 60% do total do asfalto. Agem como plastificantes contribuindo para a melhoria de suas propriedades físicas.
- c) **Resinas:** São compostos solúveis em n-heptano de estrutura química semelhante a dos asfaltenos, entretanto, com algumas diferenças. Apresentam na sua estrutura carbono e hidrogênio com pequena proporção de oxigênio, enxofre e

nitrogênio. São sólidos ou semi-sólidos marrom-escuros, sendo de natureza polar e fortemente adesiva. As proporções dos compostos de resinas e asfaltenos controlam o comportamento Sol e Gel que será explicado a mais adiante. E tem influência negativa na suscetibilidade térmica, mas contribuem na melhoria da ductilidade e dispersão dos asfaltenos.

- d) **Asfaltenos:** São constituídos por hidrocarbonetos naftênicos condensados e de cadeias saturadas curtas que apresentam aglomerados de compostos polares e polarizáveis formados por associações intermoleculares. E dispersos nos óleos maltenos sob a forma coloidal. Tem como característica ser sólido amorfo preto ou marrom. A quantidade de asfaltenos tem grande efeito nas características reológicas do CAP: quanto maior o percentual de asfaltenos, mais duro e mais viscoso será o ligante asfáltico. Considerando ainda a forma do asfaleno, será maior o efeito sobre a reologia quanto mais esférica for a partícula. Em geral os asfaltenos constituem de 5 a 25% do CAP (SHELL, 2003 apud BERNUCCI *et al.*, 2010).

Existem dois modelos estruturais propostos para o CAP: o modelo elaborado pelo corpo de pesquisadores do SHRP (*Strategic Highway Research Program*) e o modelo de micelas de Yen que é o modelo mais antigo.

Segundo YEN (1991), o CAP pode ser considerado uma dispersão coloidal de asfaltenos em saturados e aromáticos (agrupados como maltenos), circundados por resinas que agem como agentes peptizantes, sendo o modelo representado pela figura 2.4. As micelas encontradas no ligante asfáltico consistem em um aglomerado de moléculas em uma solução coloidal (NEGRÃO 2006, BERNUCCI *et al.*, 2010). Para LEITE (1999), a vantagem deste esquema é introduzir a característica suplementar de interação dos asfaltenos que conduz à formação de aglomerados responsáveis pelo caráter gel.

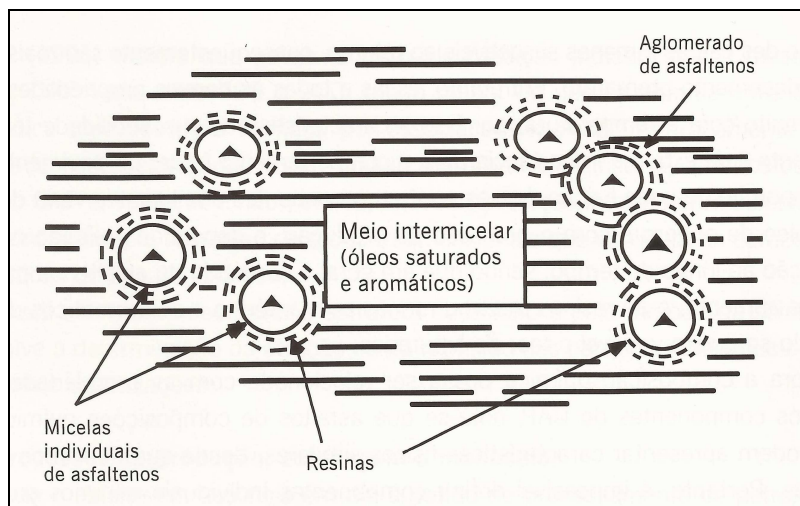


Figura 2.4: Modelo de micelas de Yen (BERNUCCI *et al.*, 2010).

Na presença de quantidade suficiente de resinas e aromáticos, os asfaltenos formam micelas com boa mobilidade e resultam em ligantes conhecidos como Sol. Porém, se as frações não estão bem balanceadas, há formação de estruturas de pacotes de micelas com vazios internos que resultam em ligantes de comportamento conhecido como Gel, sendo um exemplo desse tipo os asfaltos oxidados utilizados em impermeabilizações (BERNUCCI *et al.*, 2010). Esse comportamento Gel pode ser minimizado com o aumento de temperatura (LEITE, 1999, SHELL, 2003). A figura 2.5 apresenta a representação esquemática dos comportamentos Sol e Gel.

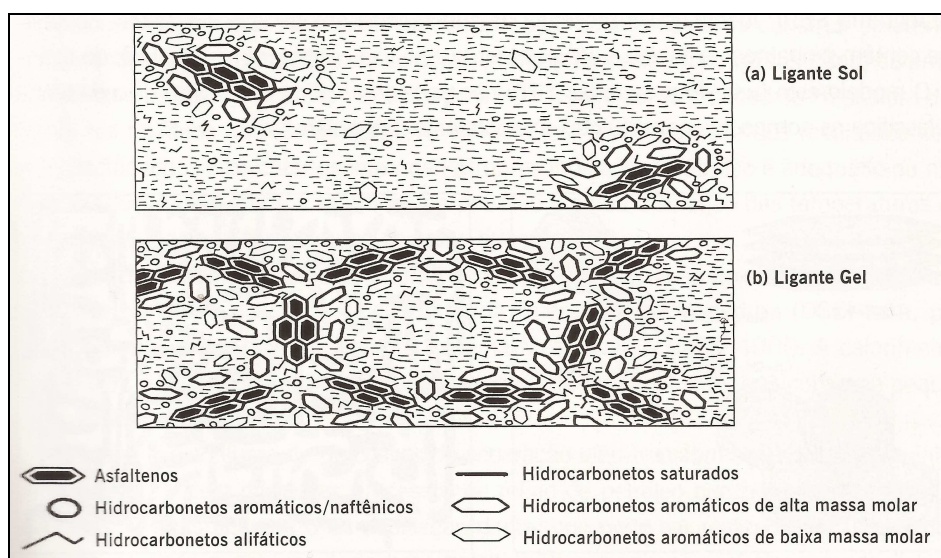


Figura 2.5: Representação esquemática do ligante asfáltico de comportamento Sol e Gel (SHELL, 2003).

De acordo com RAMOS *et al.*, (1995) os asfaltos tipo Sol apresentam maior suscetibilidade térmica por terem óleos intermicelares muito aromáticos que os torna mais mole, menos resistentes à aplicação direta das cargas, porém mais suscetíveis a um pleno retorno à posição original após a aplicação da carga. Já os asfaltos tipos Gel são mais resistentes à aplicação das cargas e menos suscetível ao retorno, consequentemente são mais propensos ao trincamento prematuro. Entretanto, todas as propriedades do CAP variam muito com a temperatura, por isso avaliar a característica de suscetibilidade térmica do ligante asfáltico é essencial para prever o desempenho futuro do pavimento.

2.3. Caracterização dos Ligantes Asfálticos

Existem dois processos para a caracterização física e reológica dos ligantes asfálticos. O primeiro chamado de convencional consiste na realização de ensaios de penetração, índice de suscetibilidade térmica, viscosidade e ponto de amolecimento, basicamente e, o segundo é chamado de *SUPERPAVE*, baseado em ensaios que melhor se relacionam com o desempenho do material.

2.3.1 Convencional

- O ensaio de penetração consiste em verificar a consistência do CAP, através da penetração de uma agulha padronizada de massa 100 g que penetra num volume padronizado do ligante por 5 segundos na temperatura de 25°C, de acordo com ASTM D5 e NBR 6576/07. Quanto maior a consistência do CAP menor é a penetração da agulha. O ensaio de penetração faz parte da especificação brasileira (veja anexo 1) que está em vigor desde julho de 2005 e, classifica o CAP pela sua penetração em quatro classes: CAP 30-45, CAP 50-70, CAP 85-100 e CAP 150-200.
- O índice de suscetibilidade térmica (IST) expressa à variação da consistência do CAP com a variação da temperatura. Trata-se de uma característica importante dos ligantes asfálticos: quando são muito suscetíveis a

temperatura ocorre à variação nas suas propriedades mecânicas que não são desejadas para os pavimentos. O índice de suscetibilidade térmica usada na especificação brasileira vigente (veja anexo 1) é um procedimento proposto em 1936 por Pfeiffer e Vann Doormaal que ainda é usado na especificação brasileira vigente; e pode variar de (-1,5) a (+0,7), esse é o intervalo admissível. Os valores maiores que (+1) indicam asfaltos oxidados, ou seja, pouco sensíveis a elevadas temperaturas e quebradiços quando a temperatura é baixa e os valores menores que (-2) indicam asfaltos muito sensíveis a altas temperaturas, ou seja, amolecem rapidamente (BERNUCCI *et al.*, 2010, WINTER *et al.*, 2004).

O IST é calculado pela a equação (1) indicada a seguir:

$$IST = \frac{500 \log(P) + 20PA - 1951}{120 - 50 \log(P) + PA} \quad (1)$$

onde:

P = Penetração a 25°C, 100g, 5 seg;

PA = Ponto de amolecimento.

- O ensaio de viscosidade permite avaliar a capacidade do fluido (CAP) de resistir ao escoamento, devido ao atrito formado entre suas camadas. A medida da viscosidade serve para determinar a consistência (temperatura) adequada para realizar a confecção da mistura. O procedimento de viscosidade utilizado nesta pesquisa foi a viscosidade Brookfield que está padronizado pela norma ASTM D 4402/02 e NBR 15184/04 (veja anexo 1).
- O ensaio de ponto de amolecimento é uma medida empírica que correlaciona à temperatura na qual o ligante asfáltico amolece quando aquecido sob certas condições particulares e atinge uma determinada condição escoamento sob peso definido. O ensaio é classificatório em especificações brasileira e europeia, e o uso é importante para determinar a suscetibilidade térmica do ligante (BERNUCCI *et al.*, 2010). O procedimento é conhecido como “anel e bola” que está padronizado pela norma da ASTM D36 e NBR 6560/00 (veja anexo 1).

2.3.2. A Especificação SUPERPAVE

Em 1987 foi estabelecido por um conjunto de órgãos governamentais e universidades americanas, o Programa Estratégico de Pesquisa Rodoviária – Strategic Highway Research Program – SHRP (LEITE, 1999). Um dos principais objetivos deste programa foi o desenvolvimento de um novo sistema de especificações de ligantes asfálticos. As especificações americanas de cimentos asfálticos (ASTM) eram baseadas nos ensaios de penetração a 25°C ou na viscosidade a 60°C. Os pesquisadores do SHRP desenvolveram novos requisitos, baseados em ensaios reológicos com critérios relacionados ao desempenho em serviço (MCGENNIS *et al.*, 1994).

O programa SHRP foi concebido para estudar propriedades dos ligantes e das misturas betuminosas (asfálticas) que se relacionam a problemas de deformação permanente, fadiga, envelhecimento, adesão e trincas a baixa temperatura em pavimentos, levando em conta tanto os ligantes convencionais como os modificados (LEITE, 1999).

A especificação de ligantes *SUPERPAVE* se baseia na rigidez do material virgem e envelhecido, medidas numa combinação de propriedades viscoelásticas, influenciadas por temperatura e tempo de carregamento (MCGENNIS *et al.*, 1994). Assim, estabeleceram-se as classes pelo grau de desempenho dos ligantes (PG - *Performance Grade*) ligado à temperatura de campo, por exemplo, PG 64-22, onde o primeiro número, 64, chamado de "grau a alta temperatura", significa que o mesmo possui propriedades físicas adequadas até 64°C (temperatura mais elevada do pavimento que se espera que o ligante resista). Do mesmo modo, o número (-22), chamado de "grau a baixa temperatura", significa que o ligante possui propriedades físicas compatíveis com a temperatura do pavimento até -22°C. Também são feitas algumas considerações relativas ao volume de tráfego e ao tempo de aplicação de cargas para especificar o ligante. As especificações da *superpave* incluindo MSCR está no anexo 2 (MOTTA *et al.*, 1996 apud LIMA, 2003).

As propriedades físicas dos ligantes são medidas por ensaios reológicos, feitas com os seguintes equipamentos:

- Reômetro de Cisalhamento Dinâmico - DSR (*Dynamic Shear Rheometer*) ASTM D 7175/04.

- Viscosímetro Rotacional - RV (*Rotational Viscometer*) ASTM D 4402/2002 e NBR 15184/04.
- Reômetro de Fluência em Viga - BBR (*Bending Beam Rheometer*) ASTM D 6648/01.
- Prensa de Tração Direta - DDT (*Direct Tension Tester*) ASTM D 6723/02.
- Estufa de Película Delgada Rotacional – RTFOT (*Rolling Thin Film Oven Test*) ASTM 2872/04. ABNT 15235/09.
- Vaso de Pressão de Envelhecimento – PAV (*Pressure Aging Vessel*) ASTM 6521/00.

O reômetro de cisalhamento dinâmico (DSR) é usado na determinação de parâmetros viscoelásticos do ligante a temperaturas elevadas e intermediárias. O equipamento mede o módulo complexo de cisalhamento (G^*) e o ângulo de fase (δ) a temperaturas e frequências de carregamentos desejados. O parâmetro G^* tem uma componente elástica recuperável (G') e uma componente viscosa não recuperável (G''). A componente elástica é relacionada à energia total armazenada durante o carregamento, ou seja, a cada ciclo de ensaio, enquanto que a componente viscosa é relacionada à energia perdida através da fluência ou deformação. Portanto, o módulo G^* pode ser relacionado com a resistência do material em diferentes velocidades de cisalhamento e o ângulo δ fornece informações sobre a razão entre a resposta elástica e viscosa durante o processo de cisalhamento (MOTTA *et al.* 1996, LIMA, 2003).

O procedimento DSR baseia-se na prensagem de uma amostra de ligante entre uma placa fixa e outra giratória. Um torque é aplicado girando a placa de um ponto A para um ponto B, em seguida para um ponto C, enfim retornando para o ponto A. A figura 2.6 mostra um esquema do reômetro utilizado nas especificações da SHRP. Que usa o parâmetro $|G^*|/\text{sen } \delta$ para temperaturas altas ($>46^\circ\text{C}$) e $|G^*|\text{sen } \delta$ para temperaturas intermediárias (entre 7°C e 34°C) como forma de avaliar a rigidez do asfalto (BERNUCCI *et al.*, 2010).

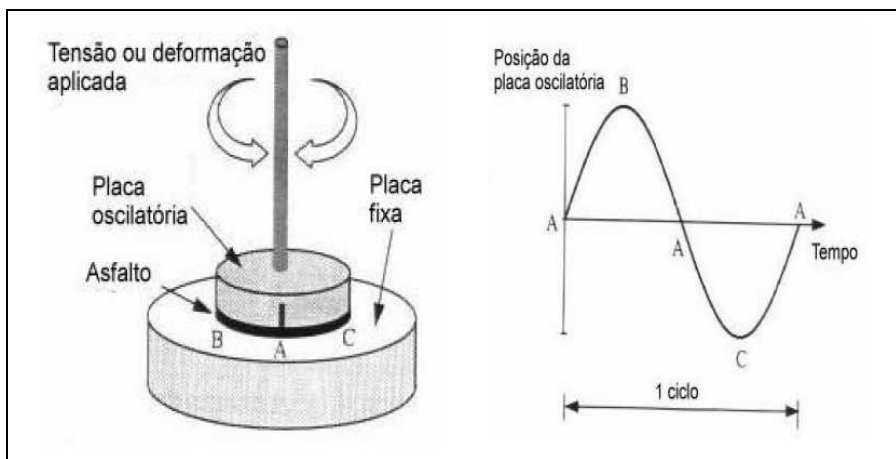


Figura 2.6: Esquema do Reômetro de Cisalhamento Dinâmico (BERNUCCI *et al.*, 2010).

O viscosímetro rotacional (RV) ou viscosímetro Brookfield permite medir as propriedades de consistência relacionadas ao bombeamento e à estocagem do ligante asfáltico. E, permite ainda obter gráfico de temperatura x viscosidade para projeto de mistura asfáltica, por meio de medida do comportamento do fluido a diferentes taxas de cisalhamento e a diferentes tensões de cisalhamento, obtida por rotação de cilindros coaxiais que ficam mergulhados na amostra teste. A unidade utilizada no sistema internacional (SI) é o Pascal-segundo (Pa.s). O centipoise (cP) é equivalente ao milipascal-segundo (mPa.s). A figura 2.7 mostra um esquema do viscosímetro Brookfield (BERNUCCI *et al.*, 2010 e SILVA, 2011).

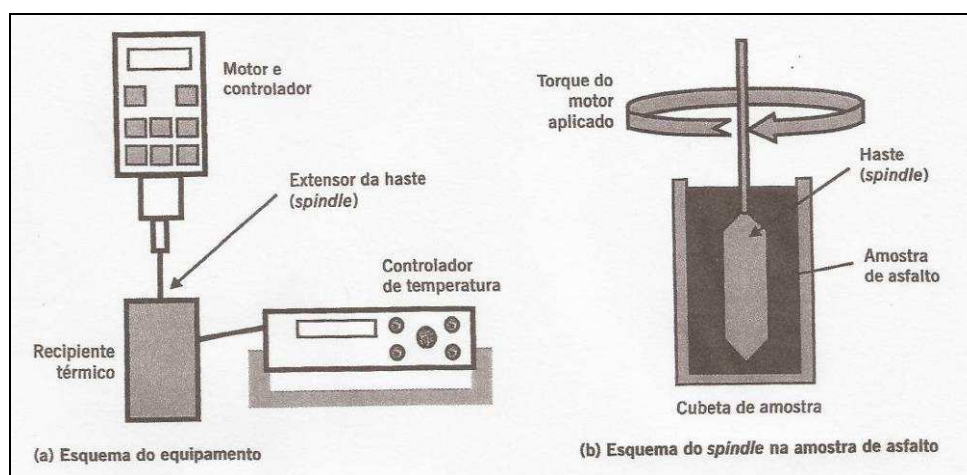


Figura 2.7: Equipamento Brookfield para medida de viscosidade de asfalto e esquema associados ao extensor (BERNUCCI *et al.*, 2010).

O reômetro de fluência de viga (BBR) é utilizado na verificação da susceptibilidade do ligante asfáltico ao trincamento térmico às baixas temperaturas de serviço (negativas). O ensaio consiste em carregar uma viga de CAP em dimensões padronizadas, mantida em banho com uma mistura de etilenoglicol, metanol e água. Mede-se a deflexão da viga através de um sistema de aquisição de dados e, calculam-se dois parâmetros: rigidez em função do tempo e a taxa da variação da rigidez com o tempo (LIMA, 2003).

O ensaio de tração direta (DDT) serve para avaliar a mesma característica do BBR e é indicado para ligante asfáltico duro e dúctil. Uma viga em formato de osso de cachorro é submetida a carregamentos nas suas extremidades a uma taxa constante de 1 mm/min. A amostra de CAP é submetida antes aos ensaios de simulação de envelhecimento (RTFOT e PAV). A resposta desse ensaio é a tensão na fratura, medida a partir do estiramento da amostra de ligante, a baixa temperatura, até que a mesma se rompa (MOTTA *et al.*, 1996 apud LIMA, 2003).

Os dois ensaios restantes do método *SUPERPAVE* simulam o envelhecimento do ligante asfáltico que corresponde à usinagem (curto prazo) e a vida útil em serviço (longo prazo). O primeiro ensaio chama-se ensaio de estufa de película delgada rotacional (RTFOT) que simula o envelhecimento por oxidação e evaporação durante a produção e execução da mistura asfáltica. O procedimento do ensaio consiste em colocar uma quantidade específica do ligante (35g) num cilindro, que gira dentro de uma estufa a 163°C. Por intermédio de um orifício do cilindro, uma corrente de ar atinge a amostra a cada rotação da placa rotativa onde estão os cilindros, sendo a duração do ensaio de 75 minutos (veja a figura 2.8). O segundo ensaio é denominado de Vaso de Pressão de Envelhecimento (PAV) que simula o envelhecimento do ligante durante a vida em serviço da mistura (5 a 10 anos), este ensaio consiste em colocar o resíduo proveniente do RTFOT à alta pressão e temperatura por 20 horas no vaso de pressão (MIGLIORE e CORTE, 1998). O vaso de pressão opera com a pressão de 2.070 kPa e nas temperaturas de 90°, 100° e 110°C. A figura 2.9 mostra o equipamento Vaso de Pressão de Envelhecimento.



Figura 2.8: Foto da estufa de película delgada rotacional (RTFOT) da PEC/COPPE/UFRJ.



Figura 2.9: Foto do equipamento Vaso de Pressão de Envelhecimento – PAV da PEC/COPPE/UFRJ.

A American Association of State Highway and Transportation Officials (AASHTO) utiliza DSR para um ensaio conhecido como Repeated Creep and Recovery Test (RCRT), para a caracterização da resistência dos ligantes asfálticos (principalmente nos ligantes modificados) à deformação permanente e recentemente foi proposto um aperfeiçoamento deste ensaio que passou a ser conhecido como: ensaio de Fluência e Recuperação Sob Tensão Múltipla (*Multiple Stress Creep Recovery - MSCR*).

A execução do MSCR é feita com a amostra submetida ao envelhecimento de curto prazo no RTFOT. No ensaio é utilizado o reômetro de cisalhamento (DSR) para aplicar uma carga constante que é estabelecida pela norma ASTM D7405, cujos valores

admitidos são de 100 e 3200 Pa, o tempo de execução dessa carga é determinado em 1s e 9s de repouso, sendo assim, formando um (1) ciclo que é repetido por 10 vezes.

O percentual de recuperação (R) e a compliância não-recuperável (J_{nr}) são duas propriedades avaliadas no MSCR e ambas são obtidas nas três leituras de deformação feitas na amostra de ligante asfáltico em cada um dos 10 ciclos de fluência e recuperação, sendo elas: (1) no início do ciclo de fluência (ϵ_0), medida no tempo de 0s; (2) no final do ciclo de fluência (ϵ_c), medida no tempo de 1s; e (3) no final do ciclo de recuperação (ϵ_r), medida no tempo de 10s (DOMINGOS, 2011). A figura 2.10 ilustra a localização destas deformações em um ciclo de fluência e recuperação.

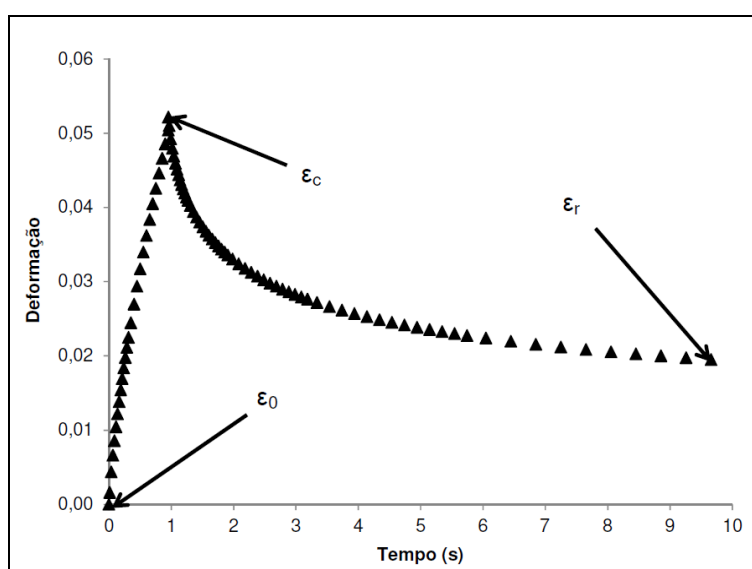


Figura 2.10: Localização das deformações ϵ_0 , ϵ_c , e ϵ_r em um ciclo de fluência e recuperação do ensaio MSRC (DOMINGOS, 2011).

Os cálculos para obter o percentual de recuperação e da compliância não-recuperável são executadas através das equações prescritas na norma ASTM D7405. De posse de todos os valores individuais de percentual de recuperação (R) e a compliância não-recuperável (J_{nr}) nos 10 ciclos de fluência e recuperação, os resultados finais são calculados por meio da média aritmética simples dos valores obtidos nestes 10 ciclos (ANDERSON *et al.*, 2010), em cada uma das temperaturas de realização do ensaio MSCR.

Quando são determinados todos os valores individuais e os médios dos percentuais de recuperação e das compliâncias não-recuperáveis do ligante asfáltico pesquisado pode-se avaliar e determinar o comportamento fluência-recuperação do material. A

avaliação deste tipo de comportamento permite, como observado por Bahia *et al.* (2001) em seus estudos com o RCRT, uma diferenciação mais adequada do comportamento dos ligantes asfálticos modificados por meio dos valores de deformação acumulada com o tempo.

Para ligantes asfálticos modificados com polímeros e submetidos a níveis elevados de tensão e de deformação, visualiza-se que estes modificadores apresentam um comportamento do tipo não-linear, o que pode ser explicado pela formação de regiões vítreas e cristalinas em seu interior e pelo emaranhamento de suas cadeias internas (D'ANGELO *et al.*, 2007). Como consequência destes fenômenos, alterações na morfologia e nas propriedades físicas dos polímeros são verificadas (DOMINGOS, 2011). Foi observado também que os ligantes asfálticos puros possuem comportamento próximo ao Newtoniano, uma vez que os parâmetros de modelagem variaram pouco com o incremento do nível de tensão (D'ANGELO *et al.*, 2007).

Devido aos estudos mais aprofundados sobre o MSCR notou-se a necessidade da criação de uma nova classificação que abrangesse os parâmetros do MSCR para os ligantes asfálticos. Nessa classificação os ligantes asfálticos são divididos em quatro níveis diferentes de acordo com o valor obtido do parâmetro J_{nr} , considerando materiais em sua condição envelhecida a curto prazo (RTFOT). Cada nível corresponde a um tipo de carregamento do tráfego (volume e/ou velocidade) apropriado ao material e as designações são feitas pelas letras S (padrão), H (pesado), V (muito pesado) e E (extremamente pesado), conforme visto na tabela 2.2. Como exemplo da importância do MSCR verifica-se que um ligante asfáltico envelhecido a curto prazo e de classificação PG 64-22 poderia ser classificado como PG 64S-22, PG 64H-22, PG 64V-22 ou mesmo PG 64E-22, dependendo do seu valor de J_{nr} a 3.200 Pa na temperatura de 64°C.

Para situações de tráfego mais pesado como carregamentos de velocidade baixa ou volume de tráfego elevado, a consideração é feita por meio da redução do valor máximo de J_{nr} do ligante asfáltico, resultando em um material mais rígido e, por consequência, menos suscetível à deformação permanente (DOMINGOS, 2011).

Embora a compliância não-recuperável (J_{nr}) seja a propriedade representativa da suscetibilidade do ligante asfáltico à deformação permanente, valores mínimos do percentual de recuperação (R) são recomendados para os ligantes asfálticos. De acordo com a norma que está no anexo 2, o valor máximo para percentual de recuperação mínimo para os ligantes é de 75% ($J_{nr\text{diff}}$). De acordo com ANDERSON *et al.* (2010) e

com ASPHALT INSTITUTE (2010), o percentual de recuperação fornece uma indicação da resposta elástica retardada do ligante asfáltico, de modo que valores elevados para esta propriedade sinalizam uma componente elástica significativa no material na temperatura de realização do ensaio MSCR.

Tabela 2.2: Classificação dos ligantes asfálticos para MSCR de acordo com os valores das propriedades J_{nr} e $J_{nr\text{diff}}$ (adaptada de DOMINGOS, 2011).

Variação máxima da massa do ligante em percentual após RTFOT de 1%			
Para valor de $J_{nr\text{diff}}$ menor que 75%			
Propriedades	Valor máximo (em kPa^{-1})	Tipos de tráfego	Número de passada de um eixo padrão (ESAL)
J_{nr} a 3.200 Pa e na temperatura máxima do PG	4,0	Padrão (S)	< 10 milhões
	2,0	Pesado (H)	> 10 milhões
	1,0	Muito Pesado (V)	> 30 milhões
	0,5	Extremamente Pesado (E)	> 100 milhões

Na figura 2.11 ilustra-se a relação dos valores mínimos de recuperação com a compliância não-recuperável a 3.200 Pa para um determinado padrão de comportamento.

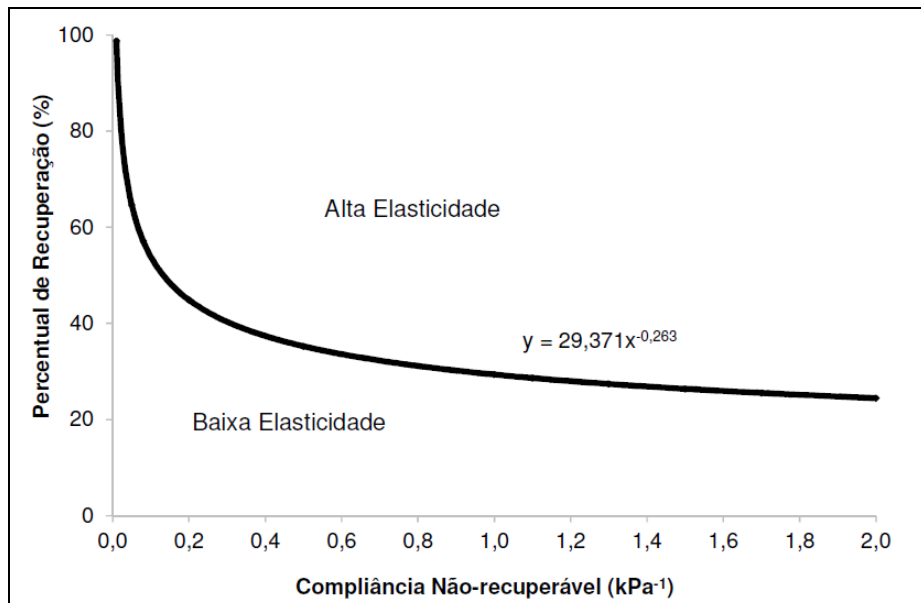


Figura 2.11: Relação entre as compliâncias não-recuperáveis e os percentuais de recuperação a 3.200 Pa (Adaptado de ANDERSON, 2010 apud DOMINGOS, 2011).

2.3.3. Curva Mestre

A curva mestra tem como finalidade expressar uma propriedade reológica qualquer do ligante asfáltico em função da frequência ou do tempo de aplicação do carregamento, descrevendo seu comportamento reológico para uma única temperatura em um espectro amplo de tempos ou frequência de carregamento.

Com base nos fatores de deslocamento obtidos na geração das curva mestre, é possível deslocar horizontalmente a curva mestre gerada na temperatura de referência e obter uma nova curva, capaz de descrever o comportamento reológico do material ao longo do mesmo espectro de frequências ou tempos de carregamento, na temperatura desejada. Em função das suas potencialidades, a curva mestre representa uma ferramenta importantíssima na caracterização de materiais asfálticos ao longo de uma faixa ampla de temperaturas e tempos ou frequências de carregamento.

A separação dos efeitos da temperatura e da frequência de carregamento é feita por meio de curvas de deslocamento horizontal da temperatura e de curvas mestre. Na obtenção destas curvas, admite-se a validade do princípio de superposição tempo-temperatura ou princípio de variáveis reduzidas que, fundamentalmente, descreve a equivalência entre estes dois fatores, ou seja, que a temperatura e o tempo ou frequência

de aplicação de carga têm o mesmo efeito sobre as propriedades reológicas do material (BECHARA *et al.*, 2008).

No programa SHRP, para compor a curva mestre a translação (deslocamento horizontal) é feita com base nos dados de módulo complexo (G^*), na temperatura de referência de 25°C (CHRISTENSEN e ANDERSON, 1992). Para interpretação da curva mestre é necessário a compreensão das mudanças que acontecem no estado reológico do ligante asfáltico ao se variar a temperatura ou a frequência (ou tempo) da solicitação.

De maneira geral, o ligante asfáltico apresenta três comportamentos reológicos distintos em função da temperatura ou da frequência: (1) viscoso, nas temperaturas altas, por exemplo, acima de 80-100°C; (2) viscoelástico, nas temperaturas intermediárias, por exemplo, entre 0 e 80°C; e (3) elástico, nas temperaturas baixas, por exemplo, abaixo de 0°C (BECHARA *et al.*, 2008).

A interpretação de uma curva mestre tem certa complexidade relacionada ao fato de a representação do comportamento reológico do material ser feita em função da frequência de carregamento e não da temperatura. Os ligantes asfálticos, de maneira geral, são materiais termorreologicamente simples (ANDERSON *et al.*, 1991), o que permite supor a validade do princípio de superposição tempo-temperatura. Em função da validade deste princípio, é possível intercambiar os efeitos de tempo e de temperatura sobre a propriedade reológica, o que facilita sobremaneira a interpretação da curva mestre. Ao analisar uma curva mestre, o efeito da frequência alta é equivalente ao da temperatura baixa e o efeito da frequência baixa é equivalente ao da temperatura alta (BECHARA *et al.*, 2008).

Pode-se observar na figura 2.12 a curva mestre do CAP 50/70 pesquisados pelos autores BECHARA *et al.*, 2008 que tiveram como objetivo avaliar o efeito do envelhecimento a curto e longo prazo sobre as propriedades reológicas dos ligantes asfálticos (CAP 50/70 e CAP 30/45). Os resultados indicaram que o envelhecimento provoca aumento da rigidez, porém, nota-se que o efeito do envelhecimento é mais expressivo nas temperaturas intermediárias à altas e que ele afeta pouco a rigidez nas temperaturas baixas. O envelhecimento torna ambos os CAPs menos suscetíveis à temperatura.

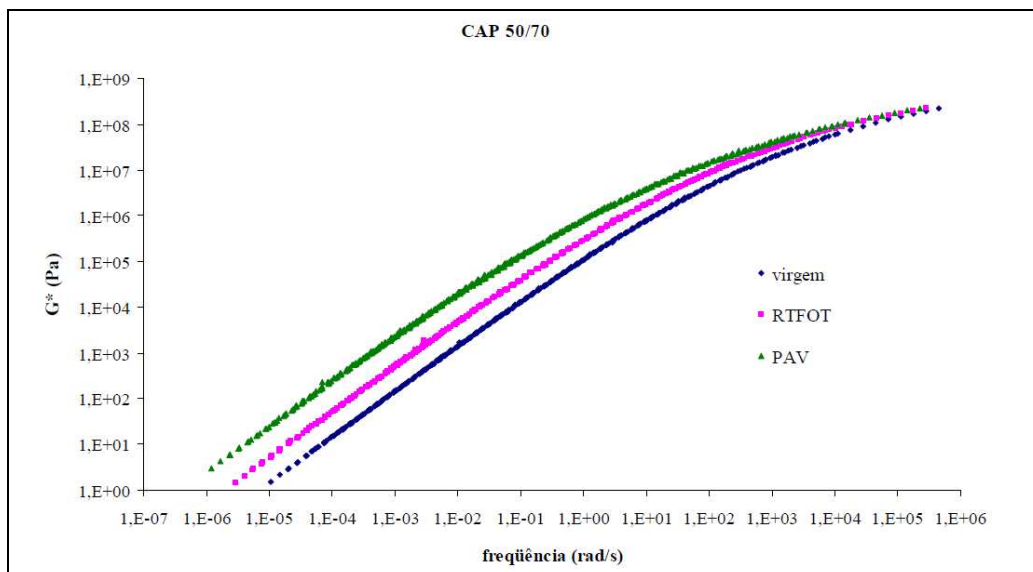


Figura 2.12: Curva mestre (Módulo Complexo - G^*), na temperatura de 25°C, para o CAP 50/70, nas condições RTFOT e PAV (BECHARA *et al.* 2008).

2.4. Envelhecimento

O processo de envelhecimento do asfalto ocorre desde sua fabricação na refinaria até seu último dia de vida em uma rodovia. O envelhecimento do ligante asfáltico altera suas propriedades físicas, químicas e reológicas e causa um aumento na sua consistência, provocando, um aumento da rigidez da mistura asfáltica. Assim esta fica mais suscetível à fissuração e desagregação, desta forma, a mistura asfáltica apresenta uma menor durabilidade.

Segundo Silva (2011), várias são as reações passíveis de ocorrer nos ligantes asfálticos no processo de envelhecimento, dentre as quais quatro podem ser citadas como principais: oxidação, endurecimento exsudativo, endurecimento físico e perda de voláteis. O processo de envelhecimento do CAP pode ser dividido em três etapas: a primeira etapa, durante o processo de usinagem e representa $\pm 60\%$ do envelhecimento total sofrido pelo ligante; a segunda etapa, durante a estocagem, o transporte, o espalhamento e a compactação, representando aproximadamente 20% do envelhecimento total sofrido pelo ligante; e na terceira etapa, o envelhecimento ocorre durante a vida útil do revestimento devido à ação do meio ambiente e representa $\pm 20\%$ do envelhecimento total do ligante (WHITEOAK, 1990 apud ARAUJO, 2007).

A figura 2.13 representa o índice de envelhecimento do CAP como sendo a razão η_a/η_o , onde η_a é a viscosidade em uma dada condição de envelhecimento e η_o é a viscosidade inicial do ligante asfáltico.

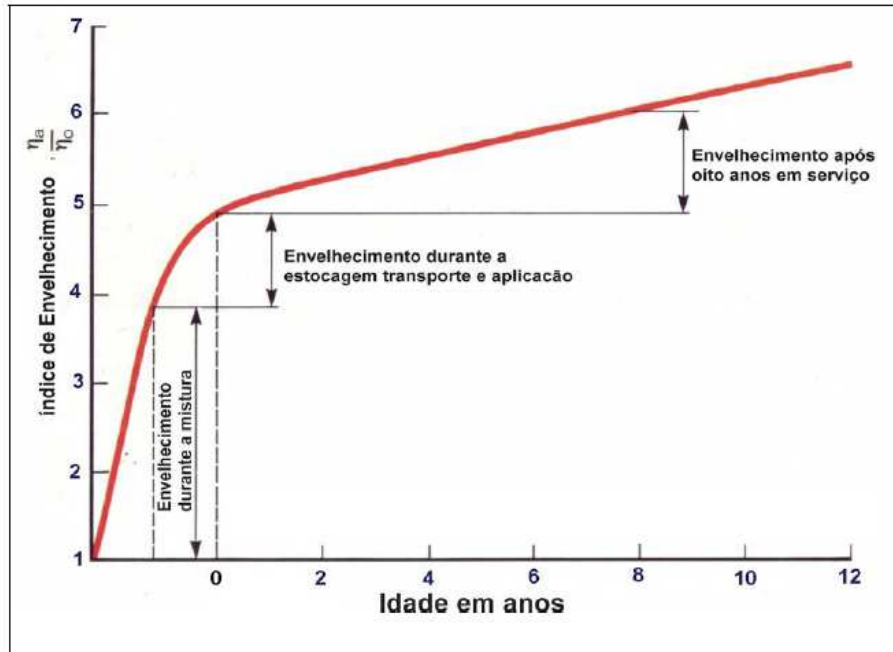


Figura 2.13: Envelhecimento do ligante asfáltico nas etapas de construção e de utilização do pavimento (WHITEOAK, 1991 apud TONIAL, 2001).

O efeito mais significativo do endurecimento do ligante asfáltico ocorre na usinagem e aplicação, devido à perda de voláteis e oxidação superficial (LEITE *et al.*, 2010). Este processo pode ser minimizado pelo controle da temperatura de usinagem, pela adequada espessura de filme de ligante envolvendo os agregados, correspondente a um teor ótimo de ligante, e ainda pelo adequado teor de vazios, este também um fator importante (READ e WHITEAOK, 2003).

Os fatores principais que podem alterar a composição química dos CAP são a exposição ao oxigênio, à radiação ultravioleta e às variações de temperaturas. Como foi dito anteriormente existem quatro mecanismos principais que explicam o endurecimento ou envelhecimento do asfalto são (WHITEOAK, 1991):

1. Oxidação: É a principal causa do endurecimento. A alta temperatura empregada e a presença do ar, durante a usinagem, tornam a oxidação intensa. Os grupos polares oxigenados tendem a se associar, formando micelas de alto peso molecular, provocando aumento da viscosidade. Embora a estocagem do asfalto

também seja feita sob altas temperaturas, a oxidação é minimizada pela pequena superfície exposta ao ar;

2. Perda de voláteis: Parâmetro importante relacionado ao material volátil do ligante;
3. Endurecimento físico: Ocorre à temperatura ambiente e é atribuído à reordenação de moléculas e à cristalização de parafinas. Trata-se de um fenômeno reversível;
4. Endurecimento exsudativo: Resulta da migração de componentes oleosos do ligante para o agregado mineral.

Como foi dito anteriormente, os ligantes asfáltico podem ter a sua composição química diferente devido a vários fatores, porém suas características reológicas podem ser semelhantes, como por exemplo, as medidas nos ensaios de viscosidade, penetração e outros. Por isso, MIRZA e WITCZAK (1995) relatam o que afeta mais o envelhecimento do ligante é sua composição inicial. Um exemplo se refere ao teor de asfalto presente no CAP: se houver o excesso de asfalto na estrutura (mais de 30%) ocorre a perda de elasticidade e o asfalto se torna frágil. Se o oposto ocorrer, ou seja, menos de 20% na estrutura, ocorre uma elevada suscetibilidade térmica e uma deformação plástica excessiva (PIZZORNO, 2010).

Segundo BICHERON (1986), o processo de oxidação é descrito pelas seguintes modificações na composição química inicial do CAP:

- Inércia química dos saturados, cujo teor se mantém praticamente inalterado;
- Oxidação parcial dos aromáticos que se transformam em resinas;
- Oxidação das frações mais pesadas das resinas que se transformam em asfaltenos:

Aromático → Resina → Asfalto

- Uma parte dos próprios asfaltenos se oxida, modificando seu comportamento. Na escala de polaridade molecular e a reatividade das frações com o oxigênio os asfaltenos são mais reativos do que as resinas, os aromáticos e os saturados.

Portanto ao final do processo de envelhecimento verifica-se que uma pequena ou nenhuma variação do teor de saturados e resinas, uma diminuição do teor de aromáticos e um aumento no teor de asfaltenos (BRINGEL, 2007).

CORBETT (1960) relatou que o aumento do peso molecular do asfaleno devido à oxidação, sugere a presença de reações de polimerização. Através da técnica de ressonância nuclear magnética - RNM observou a reação de aromatização durante o envelhecimento do CAP que ocorre em conjunto com a condensação das estruturas internas dos ligantes. Além disso, existem outras rotas de reações possíveis durante o envelhecimento do ligante que podem entrar em competição com a aromatização: fragmentação, desalquilação, condensação e ruptura de ciclos naftênicos (BEZE, 2008). A figura 2.14 ilustra o esquema das possíveis reações num modelo de estrutura de asfalto durante o envelhecimento.

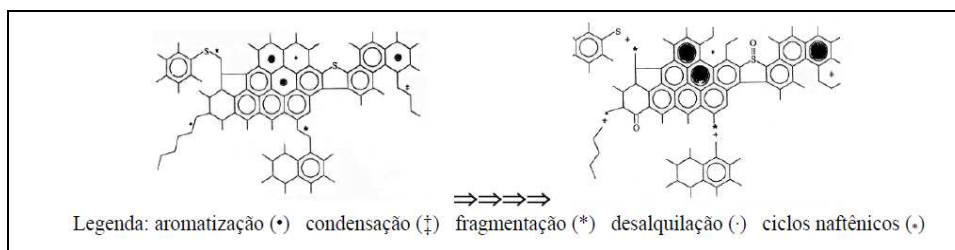


Figura 2.14: Representação das reações possíveis num ligante durante o envelhecimento (BEZE, 2008).

Em alguns ligantes asfálticos, mais de 85% das moléculas de hidrocarbonetos facilmente oxidados e residem nas frações dos asfaltenos e resinas (PIZZORNO, 2010). LEITE e CAMILLO (1988) observaram uma correlação linear entre o envelhecimento, em ensaios acelerados, e o teor de asfaltenos do ligante asfáltico. Sabe-se também que a incorporação de oxigênio no ligante asfáltico é bem mais rápida nos compostos que apresentam heteroátomos, podendo haver associações intra e intermoleculares por pontes de hidrogênio. Em termos de grupamentos funcionais que são criados durante a oxidação dos asfaltenos, são formando grupos polares contendo oxigênio (veja a figura 2.15), tais como cetonas, sulfóxidos, anidridos de ácidos (PETERSEN, 1986, BEZE, 2008).

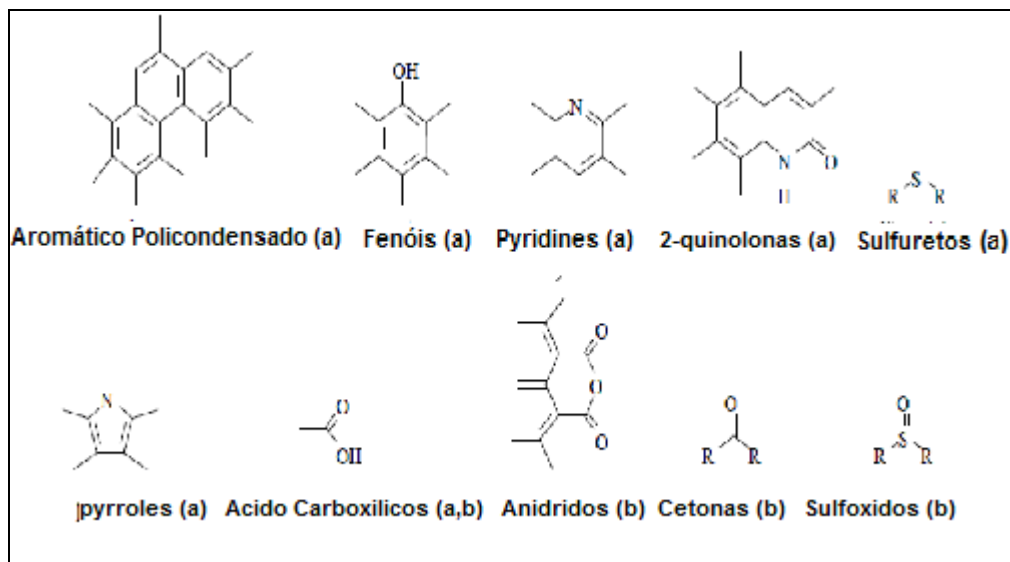


Figura 2.15: Exemplos de grupos funcionais químicos presentes nas moléculas do CAP: (a) origem (b) envelhecido (PETERSEN, 1986).

A radiação ultravioleta (UV) é um dos fatores de importância no processo de envelhecimento do ligante asfáltico. Segundo SILVA (2005) a radiação solar (UV) penetra numa camada superficial (10µm profundidade) do revestimento e desencadeia reações radiculares *in situ*, formando uma fina camada bastante oxidada na superfície da amostra. Essa camada torna-se impermeável ao oxigênio do ar, impedindo que esse penetre numa parte mais interna do asfalto (revestimento). Porém esta camada, quando frágil, pode fissurar e permitir a passagem de O₂, que volta a facilitar a oxidação no seu interior com a formação de aldeídos, cetonas e ácidos carboxílicos (grupos polares oxigenados) (CAMPBELL *et al.* 1964, SILVA, 2005).

2.5. Mistura Asfáltica

A malha rodoviária pavimentada tem trechos com idades diferentes e condições de serventia variáveis, podendo apresentar algum tipo de comprometimento no pavimento ao longo do tempo, quanto à questão estrutural ou funcional, afetando a economia e a segurança dos usuários. Todo pavimento tem uma vida útil relativamente curta se comparada a outras estruturas da engenharia civil visto que está submetida a cargas móveis e às intempéries. A insolação, o ar e as chuvas causam envelhecimento do revestimento asfáltico e alteram suas características físicas e mecânicas. No próprio

dimensionamento da estrutura do pavimento considera-se explicitamente um período de projeto, tipicamente de 10 a 20 anos atualmente no Brasil, podendo ser maior em outros países. No caso do projeto da mistura asfáltica que vai ser utilizada no revestimento, o ligante asfáltico, denominado na especificação brasileira da Agência Nacional de petróleo (ANP) de cimento asfáltico de petróleo (CAP), deve atender a uma série de requisitos técnicos que visam garantir a sua aplicabilidade em pavimentação. Dentre esses requisitos, existe um ensaio que visa simular o efeito do calor e do ar no envelhecimento do ligante e quantificar este efeito por critérios de aceitação de variação das características físicas do ligante medida em ensaios específicos.

A maioria absoluta dos trechos pavimentados é composta de uma estrutura em camadas, denominadas sub-base e base, construídas com diferentes materiais naturais (solos e britas) e tendo um revestimento de misturas asfálticas (composta de ligante asfáltico e agregados pétreos), que tem a função de impermeabilizar a superfície e resistir às intempéries e às cargas dos veículos, proporcionando conforto e segurança para os usuários. De forma geral os pavimentos são classificados como:

- Rígido – Onde a camada chamada de revestimento tem elevada rigidez em relação às outras camadas e absorve quase a totalidade das tensões aplicadas no pavimento. Um exemplo são os pavimentos revestidos com placas de concreto de cimento Portland;
- Flexível – Todas as camadas sofrem deformação elástica significativa quando submetidas ao carregamento, portanto, a carga se distribui em parcelas aproximadamente equivalentes entre as camadas. Como exemplo, os pavimentos com camadas granulares revestidos por camada de concreto asfáltico;
- Semi-Rígido – Caracterizados pela presença de uma camada intermediária com rigidez mais elevada que as demais, como por exemplo, uma camada de base de solo cimento revestida por uma camada de concreto asfáltico.

Segundo o Departamento Nacional de Infraestrutura de Transporte (DNIT, 2006) os revestimentos podem ser agrupados de acordo com o esquema apresentado na figura 2.16 (a) e na figura 2.16 (b) exemplifica uma estrutura típica de pavimentação asfáltica rodoviária.

Revestimento Flexíveis	Betuminosos	Por Penetração	Tratamentos Superficiais Betuminosos	
			Macadames Betuminosos	
	Por Mistura	Na usina	Pré-misturado de graduação tipo aberta Pré-misturado de graduação tipo densa Areia betume Concreto asfáltico <i>Sheet-asphalt</i>	
	Por Calçamento	Alvenaria Poliédrica		
Paralelepípedos		Pedra Betume Cimento Cerâmica		
Revestimentos Rígidos	Concreto Cimento			
	Macadame Cimentado			

Figura 2.16 (a): Classificação dos revestimentos dos pavimentos rodoviários (DNIT, 2006).



Figura 2.16 (b): Exemplo de uma estrutura típica de pavimento asfáltico rodoviário (Fonte: TONIAL, 2006 - Palestra ABPv).

Os principais tipos de revestimento asfáltico usinado são: Concreto Asfáltico (CA) ou Concreto Betuminoso Usinado a Quente (CBUQ), mistura utilizada neste trabalho, Pré-Misturado a Frio (PMF), Areia-Asfalto a Quente (AAQ), *Stone Matrix Asphalt* (SMA), *Gap Graded* (GG) e a Camada Porosa de Atrito (CPA). As misturas podem ter como composições materiais minerais de vários tamanhos (brita, areia e pó de pedra) e o ligante asfáltico (Cimento Asfáltico de Petróleo (CAP) ou Emulsão Asfáltica (EAP)) misturados de forma adequada para proporcionar a garantia do serviço executado com os requisitos de impermeabilidade, flexibilidade, estabilidade, durabilidade, resistência à

derrapagem, resistência à fadiga e ao trincamento térmico, de acordo com o clima e o tráfego previsto para o local (BERNUCCI *et al.*, 2010).

As misturas asfálticas a quente podem ser subdivididas pela graduação dos agregados e do fíler (figura 2.16 (c)). São destacados três tipos mais usuais nas misturas a quente (BERNUCCI *et al.*, 2010):

- Graduação densa: Curva granulométrica contínua e bem-graduada de forma a proporcionar um esqueleto mineral com poucos vazios, visto que os agregados de dimensões menores preenchem os vazios dos maiores. Exemplo: Concreto Asfáltico (CA);
- Graduação aberta: Curva granulométrica uniforme com agregados quase exclusivamente de um mesmo tamanho, de forma a proporcionar um esqueleto mineral com muitos vazios interconectados, com insuficiência de material fino (menor que 0,075mm) para preencher os vazios entre as partículas maiores, com o objetivo de tornar a mistura com elevado volume de vazios com ar e, portanto, drenante, possibilitando a percolação de água no interior da mistura asfáltica. Exemplo: mistura asfáltica drenante, conhecida no Brasil por camada porosa de atrito;
- Graduação descontínua: Curva granulométrica composta por uma fração maior de agregados graúdos britados, completados por certa quantidade de finos, de forma a ter uma curva descontínua em certas peneiras, com o objetivo de tornar o esqueleto mineral mais resistente à deformação permanente por maior contato entre os agregados graúdos. Exemplos: SMA e *gap-graded* (GG).

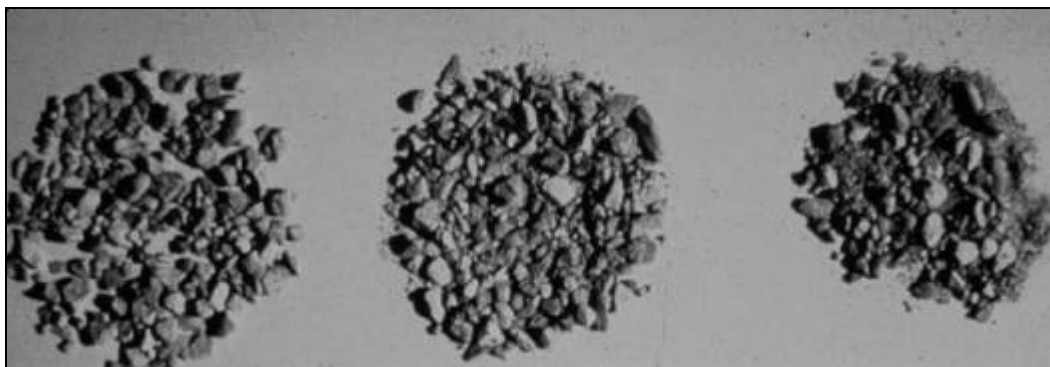


Figura 2.16 (c): Amostras de agregados pétreos em várias frações granulométricas usadas numa mistura asfáltica (aberta, descontínua ou densa) (BERNUCCI *et al.* 2010).

2.5.1. Concreto Asfáltico (CA)

O concreto asfáltico usinado a quente, mais conhecido como concreto betuminoso usinado a quente, CBUQ, é considerada a mistura densa convencional mais comum empregada nos pavimentos no Brasil. O CBUQ consiste de um produto resultante da mistura a quente, em usina apropriada, de agregado mineral bem graduado, material de enchimento (fíler) e cimento asfáltico, espalhado e comprimido a quente, satisfazendo determinadas exigências constantes da especificação. O volume de vazios da mistura varia de 3 a 5%, no caso de camada de rolamento (camada em contato direto com os pneus dos veículos) e de 4 a 6% para camadas intermediárias ou de ligação (camada subjacente à de rolamento).

As propriedades fundamentais das misturas de concreto asfáltico são as seguintes:

- Durabilidade: Resistência à deterioração ou desintegração pela ação do tempo ou do tráfego. Depende do tipo de agregado (duro e resistente), do teor de ligante asfáltico, de uma compactação rápida até ser alcançada a densidade final e de um teor de vazios de ar;
- Resistência ao deslizamento: Para se obter uma boa resistência ao deslizamento, o teor de ligante asfáltico da camada de rolamento, que está sujeita diretamente ao tráfego, deve ser tal que não haja possibilidade de exsudação do asfalto na superfície; deve conter agregados não abrasivos;
- Flexibilidade: Deve ter maior flexibilidade quando a base for deformável e, quando a base for rígida e resistente deverá ser menos flexível, evitando-se assim, problemas de fadiga sob flexões repetidas;
- Estabilidade: É definida como a propriedade do CA em resistir a todos os deslocamentos permanentes sob a ação das cargas impostas pelo tráfego.

Os princípios fundamentais da dosagem de um concreto asfáltico são as seguintes:

- Teor de vazios da mistura compactada: Espaço vazio existente entre as partículas que estão em contato umas com as outras. O teor de vazios é expresso em % do volume total da mistura compactada e deve variar entre 3 e 5% para camadas de desgaste (revestimento), após a compactação. O valor mínimo assegura a condição de não haver afluência do asfalto à superfície,

devido à expansão resultante do aumento de temperatura. Por outro lado, a necessidade de fixar o valor máximo resulta do fato de que um valor alto de vazios pode resultar num rápido endurecimento e oxidação do asfalto, e consequente deterioração, quando a mistura estiver exposta às condições ambientais, causando uma desintegração do revestimento.

- Grau de compactação: Uma mistura de concreto asfáltico apresenta boa resistência quando compactada adequadamente, isto é, para que o revestimento seja estável é necessário que seja bem compactado. O aumento da energia de compactação aproxima as partículas, reduzindo o volume de vazios de ar e aumentando o peso específico (densidade), através da diminuição de volume da mistura. Uma compactação leve faz com que a mistura fique com um teor elevado de vazios de ar e pequeno peso específico, o que reflete na durabilidade e estabilidade da mistura. No campo, a compactação é obtida utilizando-se equipamento próprio, como rolos lisos e rolos de pneus, até que se atinja o grau de compactação exigido pelas especificações. O grau de compactação é obtido por comparação da densidade de campo com a de projeto no laboratório.
- Tipo e qualidade dos materiais: Os agregados devem apresentar as características seguintes:
 1. Limpeza: As partículas de agregado graúdo e fino devem estar limpas, sem argila ou outro material deletério, evitando-se, também, o emprego do material fino ou pó mineral que contenha argila;
 2. Resistência, dureza e solidez: Os agregados utilizados devem ser duros e resistentes, de modo que possam suportar a ação do equipamento de compactação e, posteriormente, ação do tráfego e do clima;
 3. Forma das partículas e textura superficial: De preferência, partículas que se aproximem mais da forma cúbica e cuja textura superficial seja rugosa;
 4. Porosidade interna das partículas do agregado: Alguns agregados podem apresentar porosidade capilar interna que absorve parte do asfalto, e o revestimento fica com insuficiência de material asfáltico;
 5. Propriedades hidrófobas: Os agregados hidrófobos são aqueles que têm baixa afinidade para a água e boa para o asfalto, o que significa que possuem

boa adesividade. Sempre que se utilizar agregados hidrófilos deve ser empregado um melhorador de adesividade;

6. Granulometria e tamanho máximo das partículas: A granulometria influencia o teor de vazios da mistura compactada, a sua trabalhabilidade, a tendência de segregação, dificulta ou facilita a compactação e influi na estabilidade;
7. Densidade: É recomendado que se determine a granulometria e as proporções por peso, para mistura dos agregados, devendo-se ajustar as porcentagens equivalentes requeridas por volume sempre que os agregados que compoñham a mistura difiram em densidade mais de 0,2%.

2.6. Dosagem de Mistura Asfáltica

No Brasil, o método de dosagem de misturas asfálticas mais usado é o método Marshall que aos poucos vem sendo substituído pelo método *SUPERPAVE*, porém várias universidades já utilizam o *SUPERPAVE*. O Marshall foi desenvolvido na década de 1940 e faz uso da compactação por impacto. Entretanto, na década de 1980, várias rodovias de tráfego pesado nos EUA passaram a apresentar problemas de deformações permanentes prematuras, que foram atribuídas ao excesso de ligante nas misturas. A causa do problema foi atribuída à compactação por impacto das misturas, que, durante a dosagem, produzia corpos de prova (CP) com densidades que não condiziam com os valores encontrados no revestimento em campo. Em função dessa incerteza, foi realizada nos EUA uma grande pesquisa sobre esse assunto e outros aspectos de materiais asfálticos: o programa SHRP, acabou resultando em um novo procedimento de dosagem por amassamento, denominado *SUPERPAVE* (BERNUCCI *et al.*, 2010).

No entanto, todos os métodos de dosagem consistem em determinar as proporções de agregado graúdo, agregado miúdo, fíler mineral e o cimento asfáltico de petróleo (teor ótimo), para que os parâmetros volumétricos da mistura satisfaçam as exigências volumétricas das especificações de projetos: volume de vazio (V_v), vazios do agregado mineral (VAM), relação betume vazios (RBV). A função do agregado é formar o esqueleto da estrutura do revestimento para resistir às cargas impostas pelas rodas dos veículos, enquanto a função do ligante é a de manter unidas as partículas dos agregados e impermeabilizar, evitando assim que a água penetre e atinja a base (BRAZ, 1997).

2.6.1. Dosagem SUPERPAVE

O método *SUPERPAVE* consiste em estimar um teor provável de projeto através da fixação do volume de vazios e do conhecimento da granulometria dos agregados disponíveis (VASCONCELOS, 2004). Após escolhida a composição granulométrica na faixa desejada, calculam-se as características volumétricas da mistura asfáltica que são parâmetros importantes na determinação do comportamento da mistura em uso.

Neste método a compactação é feita por amassamento no compactador giratório. As figuras 2.17 e 2.18 demonstram o esquema simplificado do compactador giratório *Superpave* (CGS) que aplica um esforço de amassamento que produz corpos de prova (CP) com formas cilíndricas (Figura 2.19).

Trata-se de um equipamento prático, com boa repetibilidade e reprodutibilidade, que apresenta as seguintes características básicas: o ângulo de giro é igual a $1,25^\circ$; a taxa é de 30 rotações por minuto; a tensão de compressão vertical é de 600 kPa; e pode produzir corpos de prova com diâmetros de 150 mm e 100 mm.



Figura 2.17: Compactador Giratório – PEC/COPPE/UFRJ.

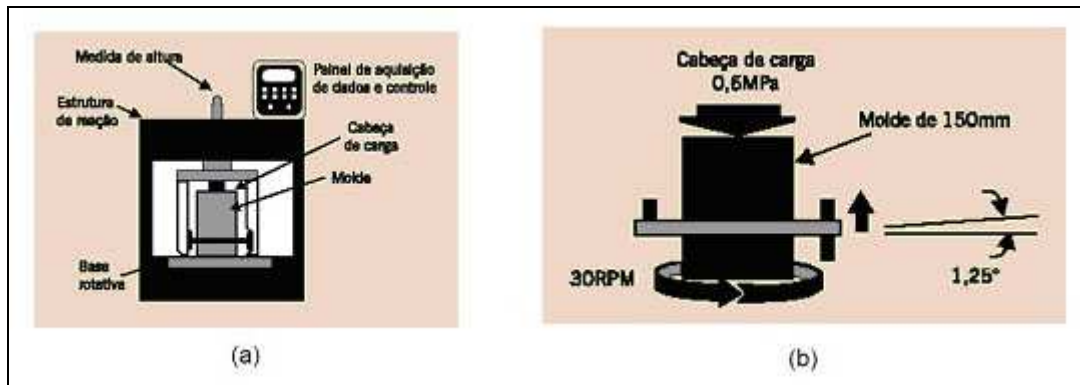


Figura 2.18: Sistema simplificado do CGS (a) Partes constituintes do compactador giratório SUPERPAVE (b) Configuração do molde e parâmetros da compactação (BERNUCCI *et. al*, 2010).



Figura 2.19: Exemplo de um corpo de prova de concreto asfáltico (CA).

Para a realização da compactação de um corpo de prova (CP), precisa ser definido o número de giros que serão aplicados para moldar os CPs ou determinar a altura enquanto são confeccionados.

Quando se faz a opção pelo número de giro, os esforços são classificados assim: $N_{inicial}$, esforço de compactação inicial; $N_{projeto}$, esforço de compactação de projeto que é tal que o volume de vazios (V_v) deve ser igual a 4% neste ponto de compactação; e $N_{máximo}$, esforço de compactação máximo, que representa a condição de compactação da mistura ao fim da vida de serviço da mesma e que deve ser sempre $\geq 2\%$ de V_v .

Os esforços de compactação $N_{inicial}$ e $N_{máximo}$ são usados para avaliar a trabalhabilidade da mistura. O $N_{projeto}$, número de giros de projeto, é usado para selecionar o teor de ligante de projeto. Esses valores variam em função do tráfego (N), conforme apresentados na Tabela 2.3 (AASTHO, 2001).

Tabela 2.3: Número de giros especificados na norma de dosagem Superpave.

Parâmetros de compactação			Tráfego
$N_{inicial}$	$N_{projeto}$	$N_{máximo}$	
	50	75	Muito leve (local)
7	75	115	Médio (rodovias coletoras)
8	100	160	Médio a alto (vias principais, rodovias rurais)
9	125	205	Alto volume de tráfego (interestaduais, muito pesado)

Fonte: AASHTO (2001).

2.7. Definições de Massas Específicas para Mistura Asfáltica

A figura 2.20 apresenta um esquema que é usado para facilitar a compreensão do uso dos parâmetros físicos dos componentes (asfalto + agregados) em uma mistura asfáltica que serão utilizados na determinação das massas específicas, aparentes e efetivas que são fundamentais para a determinação dos parâmetros volumétricos das misturas asfálticas (RBV, VAM e V_v).

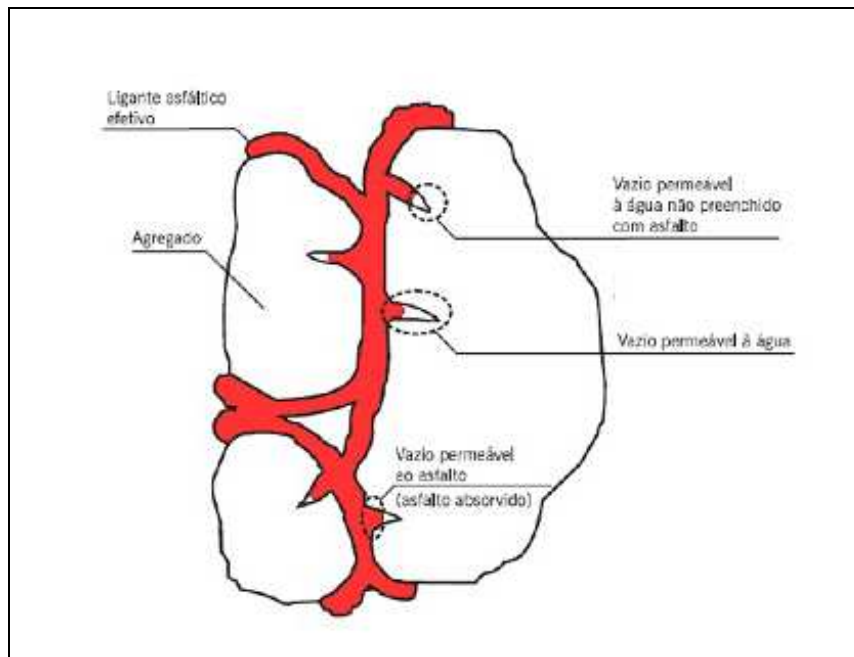


Figura 2.20: Esquema de componentes em uma mistura asfáltica compactada (adaptado de ASPHALT INSTITUTE, 1995 apud BERNUCCI *et al.*, 2010).

2.7.1. Massa Específica, Densidade e Absorção

Massa específica e densidade: são dados necessários para a transformação de unidades gravimétricas em volumétricas e vice-versa. As normas utilizadas para a determinação desses parâmetros são: DNER-ME-81/94, ASTM C 127 e AASHTO T85 (para o agregado graúdo) e DNER-ME-84/94, ASTM C 128 e AASHTO T84 (para o agregado miúdo, figura 2.20) (BERNUCCI *et al.* 2010 e CAVALCANTI, 2010).

A absorção dos agregados exerce grande efeito nos parâmetros volumétricos e influencia diretamente na quantidade de asfalto efetivo da mistura. Existem três tipos de massa específica ou densidade a serem consideradas: densidade real, densidade aparente e a densidade efetiva. Para determinação dos parâmetros secundários de relações volumétricas necessárias durante a dosagem de uma mistura (relação betume vazios - RBV, vazios do agregado mineral - VAM e volume de vazios), é necessária a utilização correta das densidades e seguir discriminadas (CAVALCANTI, 2010):

2.7.2. Densidade Real (Gsa)

Não inclui o volume dos poros permeáveis à água ou ao asfalto, ou seja, só admite o volume dos sólidos (figura 2.21), e é obtida através da equação 2:

$$G_{sa} = \frac{A}{A - C} \quad (2)$$

onde:

Gsa = Densidade Real;

A = Massa Seca, em gramas;

C = Massa Imersa, em gramas.

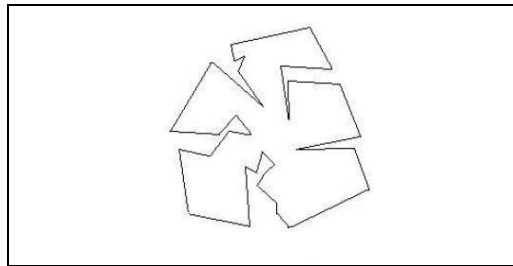


Figura 2.21: Partícula de um agregado sem preenchimento dos vazios (CAVALCANTI, 2010).

2.7.3. Densidade Aparente (Gsb)

Inclui o volume de poros permeáveis à água e ao asfalto, ou seja, considera o material como um todo e ignora a contribuição individual dos outros componentes (figura 2.22). É obtida através da equação 3:

$$G_{sb} = \frac{A}{B - C} \quad (3)$$

onde:

A = Massa seca, em gramas;

B = Massa na condição de superfície saturada seca, em gramas;

C = Massa imersa, em gramas.

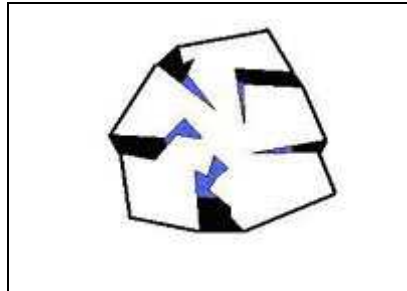


Figura 2.22: Representação de agregado com vazios preenchidos com água e asfalto e coberto em toda superfície por película de ligante (CAVALCANTI, 2010).

2.7.4. Massa Específica Efetiva

Inclui o volume dos poros permeáveis à água, mas não ao asfalto (Figura 2.23).

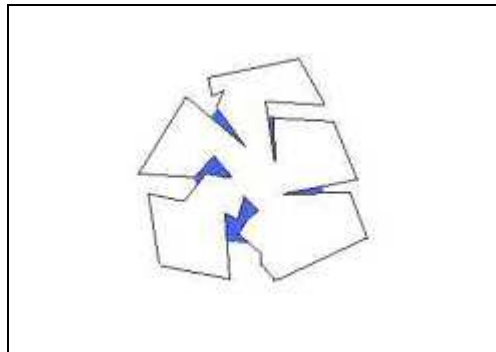


Figura 2.23: Representação de partícula de agregado com poros permeáveis à água (CAVALCANTI, 2010).

2.8. Parâmetros Volumétricos

Os parâmetros volumétricos são essenciais no procedimento de dosagem de misturas asfálticas e, são requisitos para determinar as características físicas das

misturas para assegurar um desempenho adequado ao pavimento. Essas propriedades volumétricas são: Densidade máxima da mistura (G_{mm}), Densidade Aparente da Mistura (G_{mb}), Volume de vazios (V_v), vazios cheios de betume (VCB), vazios do agregado mineral (VAM), e relação betume/vazios (RBV). A interpretação da figura 2.24, que ilustra as componentes relacionadas à volumetria de uma mistura asfáltica compactada, ajuda a compreensão e a determinação de alguns desses parâmetros, identificados diretamente e obtidos de forma analítica.



Figura 2.24: Ilustração da volumetria em uma mistura asfáltica (BERNUCCI *et al.*, 2010).

2.8.1 Determinação da Densidade Aparente de Mistura Asfáltica Compactada (G_{mb})

É obtida a partir de corpos de provas de uma mistura asfáltica compactada, seguindo as normas ASTM D1188 ou D 2726 e DNER-ME 117/94. Para definir este parâmetro utiliza-se a expressão 4:

$$G_{mb} = \frac{A}{B - C} \quad (4)$$

onde:

A = Peso seca do corpo de prova compactado, g;

B = Peso na condição saturada superfície seca, g;

C = Peso saturado superfície seca imerso em água, g;

2.8.2. Determinação da Densidade Máxima da Mistura (Gmm)

É o ensaio utilizado para determinação da densidade máxima da mistura, útil para cálculo da densidade efetiva dos agregados (Gse) e dos outros parâmetros volumétricos das misturas asfálticas, como por exemplo, volume de vazios (Vv). O ensaio Rice, como é conhecido, consiste na aplicação de vácuo num kitasato contendo a mistura asfáltica não compactada, o kitasato é preenchido com a água na temperatura de 25°C. Então é aplicada uma força com a finalidade de expulsar todo o ar contido no recipiente entre partículas (veja a figura 2.25). A norma que descreve este ensaio é a ABNT NBR 15619 e/ou ASTM D 2041-00.



Figura 2.25: Ensaio *Rice* de determinação da densidade máxima de misturas não compactadas.

Para obtenção do Gmm utiliza-se a equação 5 que está descrita a seguir:

$$G_{mm} = \frac{A}{(A + (B - C))} * 0,9971 \quad (5)$$

onde:

Gmm = Massa específica medida;

A = Massa da amostra intemperizada em gramas (g);

B= Massa do sistema (massa+kitasato+tampa +água) imerso em água, (g);

C = Massa do Kitasato (kitasato+tampa +água) imerso em água (g);

0,9971 = Massa específica da água a 25°C, g/cm³.

2.8.3. O volume de vazios (Vv)

É definido para uma mistura asfáltica compactada e consiste em pequenos espaços de ar entre as partículas de agregado revestida de ligante asfáltico (ASPHALT INSTITUTE, 1989). A percentagem de volume de vazios de uma mistura compactada pode ser determinada pela equação (6). Esse indicador tem sua importância devido à relação entre os vazios da mistura e o processo de oxidação do ligante na massa asfáltica por ação da água e do ar pela exposição superficial do CAP, e de problemas de exsudação do ligante com a liberação do tráfego, além da influência em outras características mecânicas, como, por exemplo, o módulo de resiliência e deformação permanente (FREITAS, 2010).

$$V_v = 100 \times \left(\frac{G_{mm} - G_{mb}}{G_{mm}} \right) \quad (6)$$

onde:

Vv = Volume de vazios;

Gmm = Massa específica medida;

Gmb = Massa específica aparente.

2.8.4. O volume de vazios nos agregados minerais (VAM)

É definido como o espaço vazio intergranular entre as partículas de agregado em uma mistura asfáltica compactada, ou seja, inclui o volume de vazios e o volume de asfalto, e é expresso como uma percentagem do volume total (ASPHALT INSTITUTE, 1989). O VAM é obtido pela seguinte equação 7.

$$VAM = 100 - \left(\frac{G_{mb} \times M_{t-agregado}}{G_{sb}} \right) \quad \text{ou} \quad VAM = 100 \times \left(\frac{V_{asf} + V_v}{V_{total}} \right) \quad (7)$$

2.8.5. A relação entre betume (asfalto) e vazios (RBV)

São espaços vazios cheios de asfalto. É definido pela porcentagem do espaço vazio intergranular entre as partículas de agregado (VAM) que são preenchidos com asfalto. O RBV não inclui o asfalto absorvido (ASPHALT INSTITUTE, 1989). O RBV é determinado pela equação 8:

$$RBV = \left(\frac{VAM - V_v}{VAM} \right) \times 100 \quad (8)$$

2.9. Módulo de Resiliência (MR)

Atualmente, vários países, inclusive o Brasil, utilizam os métodos mecanísticos-empíricos para o dimensionamento dos pavimentos flexíveis. O módulo de resiliência (MR) é usado para analisar as propriedades de deformabilidade das misturas asfálticas em situações de cargas móveis, sendo um parâmetro usado no dimensionamento.

O MR consiste na relação entre a tensão de tração (σ_t), aplicada repetidamente no plano diametral do corpo de prova cilíndrico, e a deformação específica recuperável (ϵ_t), numa dada temperatura (T). No Brasil este ensaio é normatizado pelo Departamento Nacional de Infraestrutura Terrestre através da norma do DNIT 135/2010. O MR é definido pela equação 9.

$$MR = \left(\frac{\sigma_t}{\epsilon_t} \right)_T \quad (9)$$

As geometrias dos corpos de prova cilíndricos podem ser de aproximadamente 100 mm de diâmetro e 60 mm de altura podendo ser moldados nos compactadores Marshall ou *SUPERPAVE*, ou de 100 mm de diâmetro e altura entre 35 mm e 65 mm, extraídos de pista ou de amostras de maiores dimensões (150 mm de diâmetro e altura de 110 mm), no caso de corpos de prova *SUPERPAVE* moldados no compactador giratório.

MEDINA (1997) demonstra que a teoria da elasticidade aplicada à situação de distribuição de tensões e deformações em cilindros carregados diametralmente permite exprimir o módulo de elasticidade em função da força aplicada no CP e do deslocamento horizontal produzido e mensurável, bastando que se conheça o coeficiente de Poisson do material, geralmente assumido 0,3 para misturas asfálticas, e as dimensões do CP, conforme exposto na equação 10.

$$MR = \frac{F}{100 \times \delta_r \times h} (0,9976\mu + 0,2692) \quad (10)$$

onde:

F = Carga vertical repetida aplicada diametralmente no CP, N;

δ_r = Deslocamento elástico ou resiliente para N aplicações de carga , cm;

h = Altura do CP, cm;

μ = Coeficiente de Poisson.

2.10. Microscopia de Força Atômica (AFM)

Segundo MASSON *et al* (2006) a microscopia óptica tem sido usado por mais de três séculos para estudar materiais, mas o ligante asfáltico não recebeu muita atenção dos microscopistas por causa da opacidade e das propriedades adesivas. Na década de 80 teve início o desenvolvimento de um grupo de técnicas microscópicas que recebeu a denominação de microscopias de varredura de sonda (MVS ou scanning probe microscopy - SPM). Scanning Probe Microscopy (SPM) é uma família de microscópios onde uma sonda ou agulha varre a superfície da amostra, registrando ponto a ponto algum tipo de interação. A cada tipo de interação a microscopia recebe um nome específico (PIZZORNO, 2010).

Dentre os tipos de microscópios de sonda, está o AFM, ou microscopia de força atômica que permite obter imagens de superfície de materiais sob as mais variadas condições (ar, vácuo e em meio líquido). Tornou-se um dos equipamentos mais completos para estudo de materiais em micro e nano escalas (BERNADES FILHO *et al* 2003). A compreensão da técnica do AFM facilita o entendimento das suas diversas

aplicações tais como no campo da ciência, incluindo biomédicas e materiais, física, semicondutores, biologia molecular, medicina.

No estudo de polímeros a técnica AFM tem sido um dos principais métodos para caracterização topográfica dos materiais poliméricos, permitindo também estudos de desgaste microscópico de embalagens e filmes, peças de veículos, etc. Os estudos tribológicos (consiste em reunir os conhecimentos adquiridos na física, na química, na mecânica e na ciência dos materiais para explicar e prever o comportamento de sistemas físicos que são utilizados em sistemas mecânicos) e de condutividade em polímeros também podem ser conduzidos pelo AFM (RADI *et al*, 2007). A porosidade de membranas poliméricas também é uma importante aplicação da AFM, pois essa técnica permite revelar variações morfológicas dos poros. Essa informação é muito útil para interpretar diferenças nas propriedades de transporte de membranas distintas.

Nas últimas décadas o ligante asfáltico tem sido objeto de várias pesquisas com intuito de investigar a estrutura e os efeitos de envelhecimento na morfologia do ligante, utilizando diversas técnicas e ensaios. Uma das técnicas que vem sendo utilizada ultimamente é a técnica de microscopia de força atômica (AFM). LOBER *et al* (1996) utilizaram a técnica de AFM com finalidade de avaliar a estrutura morfológica dos ligantes asfálticos e observaram na fase dispersa uma estrutura parecida com abelha (*bee*) que foi atribuída aos asfaltenos por PAULI *et al* (2001). Desde então, vários trabalhos tem sido realizados com a finalidade de conhecer as estruturas morfológicas dos ligantes asfálticos, tais como os trabalhos de MASSON *et al*, (2006), PIZZORNO (2010); ZHANH, *et al*, (2012); REBELO *et al*, (2014).

O AFM trabalha de forma análoga a um toca disco antigo, onde, no lugar da agulha (*probe*), encontra-se o *cantilever*, que consiste de uma haste flexível no qual parte inferior cresce uma ponta com dimensão de poucos microns. Com objetivo de percorrer a amostra de forma a obter se uma imagem. É utilizado um sistema de posicionamento que utiliza cerâmicas piezoelétricas, capazes de realizar movimentos nas três direções (xyz), com precisão de angstroms (Å).

Durante a varredura do AFM utiliza-se um sistema de alinhamento, onde um feixe de laser incide sobre o *cantilever* e reflete em um sensor de quatro quadrantes que fornece informação de posição para o sistema de realimentação e controle. Este corrige a posição do *cantilever* de forma a manter o contato com a amostra, durante a varredura e permitir a obtenção da imagem (Figura 2.26).

Forças repulsivas e atrativas surgem entre os átomos da ponteira (*tip*) e da amostra (figura 2.27):

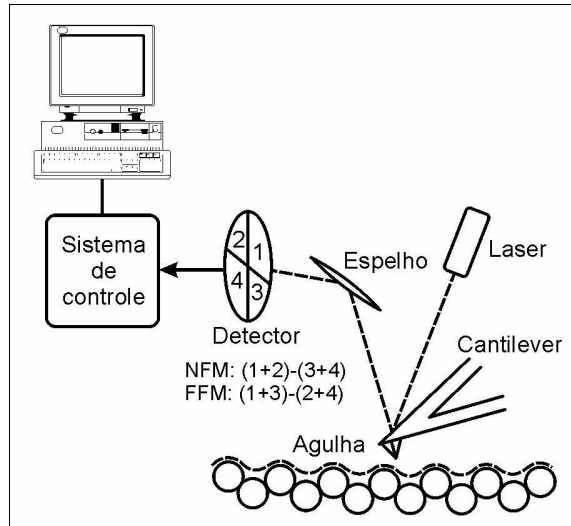


Figura 2.26: Ilustração do funcionamento do AFM (BERNADES FILHO *et al* 2003).

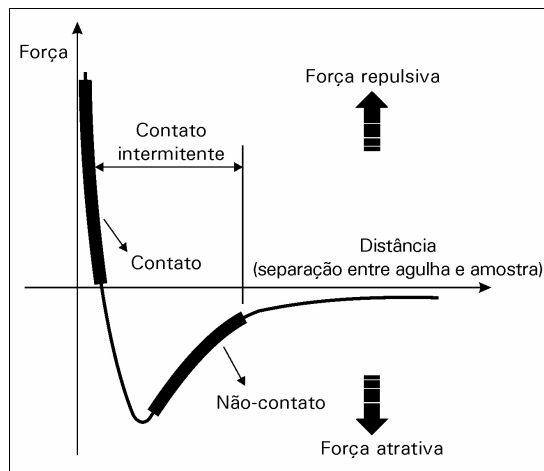


Figura 2.27: Gráfico força x distância (BERNADES FILHO *et al* 2003).

Devido à força entre a ponteira e a amostra, o microscópio pode ser operado em dois regimes de acordo com a distância entre ambas (PIZZORNO, 2010):

- a) Regime de contato: a ponteira se encontra a menos que alguns angstroms da superfície. Sua força é do tipo repulsiva entre o *tip* e a amostra resultando na haste do AFM um dobramento, afastando-se da amostra;

- b) Regime de não-contato: a ponteira está a distâncias de dezenas a centenas de angstroms da superfície e a força entre a ponteira e a amostra é do tipo atrativa, com um envergamento na direção da amostra.
- c) Modo contato intermitente (a haste vibra na frequência próxima à frequência de ressonância) a amplitude de vibração é mantida constante intermitente através de sua haste vibrante fica mais próximo da amostra, de forma que tenha um contato intermitente e é utilizado para contornar as limitações impostas pelo modo contato (quando por exemplo, a amostra é muito frágil e é suscetível de sofrer danos pela agulha).

Observando as imagens nos modos contato e intermitente verifica-se que as superfícies são menos modificadas no modo intermitente. Os diagramas dos três modos de operação estão demonstrados na figura 2.28:

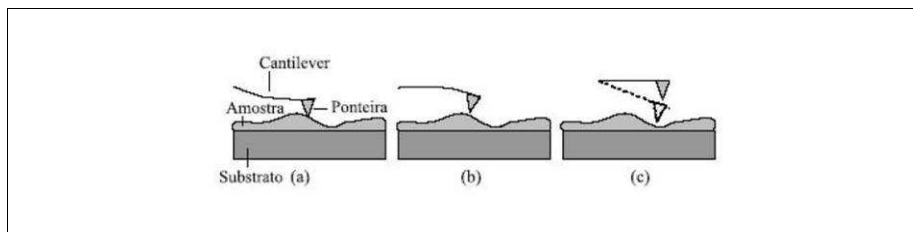


Figura 2.28: Representação esquemática dos modos de operação em AFM: (a) modo contato, (b) modo não-contato e (c) modo intermitente (PIZZORNO, 2010).

A técnica de microscopia de força atômica demonstra-se uma boa ferramenta para analisar a estrutura morfológica dos ligantes asfálticos e, conseqüentemente, vários autores têm utilizado essa técnica, tais como: MASSON *et al*, (2006), PIZZORNO (2010), PIZZORNO (2014); REBELO *et al*, (2014) e ZHANH, *et al*, (2012). Segundo o MASSON *et al* (2006) o modelo do CAP multifásico, como observado por microscopia de força atômica (AFM), consiste numa estrutura cuja morfologia se assemelha a uma abelha (bee) (figura 2.29), dispersa em uma matriz constituída por maltenos, segundo uma dispersão coloidal na qual os asfaltenos são considerados nanocolóides e possuem como surfactantes naturais as resinas e são dispersos na fração maltênica. De acordo com Pfeiffer e Saal (1940), a morfologia dos ligantes asfálticos varia consideravelmente com a composição do asfalto, sua origem e dependendo do histórico de aquecimento que aquela amostra foi submetida. Mesmo em pequenas concentrações os asfaltenos

tendem a agregar e precipitar gerando perdas na produção e refino do petróleo (PIZZORNO, 2010, PIZZORNO, 2014, WHIEHE, 2000).

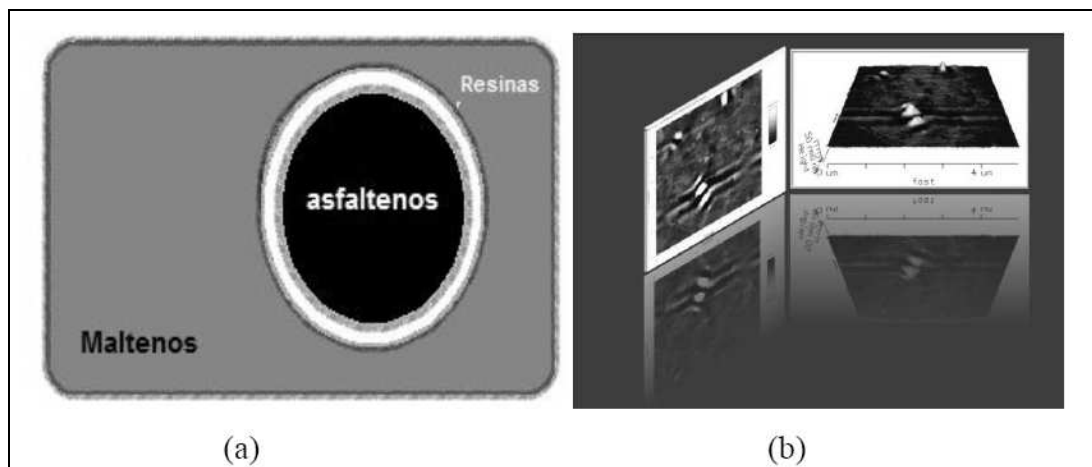


Figura 2.29: (a) Esquema da dispersão coloidal do CAP (b) Estrutura observada por AFM denominada bee (PIZZORNO, 2014)

2.11. Radiação

O conceito de radioatividade está diretamente relacionado com a desintegração de núcleos atômicos, mediante a emissão de partículas subatômicas, ou ondas eletromagnéticas, sempre com uma energia associada. A radiação pode ser entendida como a propagação dessa energia, seja por meio de partículas ou ondas eletromagnéticas. As partículas subatômicas se distinguem entre si, principalmente, por apresentarem energias, massas, e cargas elétricas diferentes. Isso implica que as velocidades dessas partículas, ao se desprenderem do núcleo atômico, assim como sua capacidade de interagir com a matéria, também são diferentes. As ondas eletromagnéticas se propagam com mesma velocidade, contudo apresentam diferenças no que se refere à sua energia. Esse tipo de radiação pode ter origem no núcleo atômico, ou ser produzida fora do núcleo, a partir de fenômenos físicos induzidos (CHAVES, 2012).

Um dos fenômenos físicos que produz radiação eletromagnética foi induzido por Wilhelm Conrad Roentgen em 1895, por acaso, ao estudar descargas elétricas através de um tubo de raios catódicos (feixe de elétrons). O pesquisador percebeu que a radiação gerada pelo fenômeno bremsstrahlung, induzido no tubo, podia atravessar corpos

humanos e sensibilizar filmes fotográficos. Como os elétrons possuíam uma baixa capacidade de penetração no ar, Roentgen concluiu que o tubo de raios catódicos gerava outro tipo de radiação, na forma de ondas eletromagnética, denominando-o Raios X. A partir de então, os cientistas da época passaram a se dedicar aos estudos das radiações, realizando varias descobertas nesta área (OKUNO, 1988. CHAVES, 2012).

Em 1896, Antoine Henri Becquerel, ao estudar substâncias fosforescentes, descobriu a emissão espontânea de radiação proveniente do urânio. Um ano mais tarde, em 1897, Joseph John Thomson determinou a velocidade e a razão entre a carga e a massa dos raios catódicos, identificando-os como elétrons. Em 1898, o casal, Marya Sklowdoska e Pierre Curie descobriram os elementos radioativos tório, polônio e rádio ao estudar a natureza dos raios descobertos por Becquerel. Seguindo a mesma linha de estudos do casal Curie, no mesmo ano, Ernest Rutherford concluiu que a radiação proveniente de substâncias radioativas pode ser classificada em pelo menos dois tipos: mais penetrantes e menos penetrantes, sendo ambos desviados por campos eletromagnéticos. Por conveniência, tais radiações foram denominadas respectivamente, α e β . Já em 1900, Paul Villard identificou um terceiro tipo de radiação que, diferentemente dos dois primeiros, não sofria deflexão em campos magnéticos, denominando-o radiação γ . Oito anos mais tarde, em 1908, ao bombardear uma finíssima lâmina de ouro com partículas α , Rutherford pôde contribuir para o desenvolvimento mais coerente do modelo atômico. Em 1913, Niels Bohr introduziu a teoria quântica de energia na elaboração deste novo modelo. Quatorze anos mais tarde, em 1927, Schrödinger atualizou o modelo atômico ao considerar o elétron como uma partícula-onda que se movimenta no espaço, com maior probabilidade de ser encontrada no interior de uma esfera concêntrica ao núcleo (orbital), denominada nuvem eletrônica. Em 1934, o Casal Irene Curi e Frederic Joliot, bombardearam alumínio e boro com partículas α e transformaram elementos não radioativos em elementos radioativos, descobrindo assim, a possibilidade de produzir os elementos capazes de emitir radiação (OKUNO, 1988, CHAVES, 2012).

As radiações α , β e γ são provenientes de emissões espontâneas nas transmutações de elementos instáveis. As radiações α são núcleos de átomos de hélio, possuem dois prótons, dois nêutrons, carga positiva e velocidade bem inferior a da luz. As radiações β são de natureza corpuscular assim como as α , possuem cargas negativas iguais as dos elétrons e apresenta uma velocidade próxima a da luz. As radiações γ são de natureza

eletromagnética, apresentam a mesma velocidade da luz e não possuem cargas elétricas. Sua emissão ocorre após a emissão de uma partícula subatômica (CHAVES, 2012).

2.11.1. Aplicações da Irradiação Gama

As aplicações da irradiação gama podem ser incluídas nas diversas atividades humanas, por exemplo, feita pelo pesquisador SCAPIN em 2008 que realizou o estudo sobre a eficiência e a viabilidade técnica do processo de oxidação avançada (POA) por irradiação gama para o tratamento de óleo lubrificante automotivo usado. As amostras de óleo lubrificante usado foram submetidas à irradiação gama com as doses absorvidas de 100, 200, 300 e 500kGy. E, antes de serem irradiadas as amostras foram diluídas em concentrações variadas com peróxido de hidrogênio e água Milli-Q (deionizada que foi purificada em um sistema Milli-Q). Concluíram, através das análises da cromatografia gasosa e da análise Cluster que o método da aplicação POA é um tratamento promissor e viável para o reuso de óleo lubrificante usado.

A exposição à irradiação gama pode causar danos irreparáveis ao corpo humano, com alterações na estrutura do DNA. A irradiação gama, por outro lado, pode também ser benéfica, como por exemplo, na aniquilação de bactérias e de outros microrganismos em alimentos e insumos médico-hospitalares e na modificação da estrutura molecular dos polímeros (BAZANI, 2008). Portanto, as aplicações da irradiação gama são mais amplas do que foram comentadas, e dentro das atividades humanas as suas aplicações podem ser divididas em três grandes áreas: agricultura, medicina e industrial.

Na área da agricultura a principal utilização do processo de irradiação gama é no processamento de alimentos e especiarias. Os efeitos desejados nos produtos expostos à irradiação gama são: esterilização, descontaminação, redução da carga microbiana e modificação do material que são regulamentados pela resolução RDC nº 21 de 26/01/2001 que aprovou “Regulamento Técnico para a Irradiação”. Este permite a irradiação de qualquer alimento com a condição de que a dose máxima absorvida seja inferior àquela que comprometa as propriedades funcionais e/ou os atributos sensoriais do alimento e que a dose mínima absorvida seja suficiente para alcançar o objetivo pretendido (BRASIL, 2001). Contudo, existem estudos que relatam mudanças no perfil sensorial dos alimentos, como por exemplo, no suco de laranja, em bebidas alcoólicas e

outros. Em alguns casos essas mudanças no perfil sensorial são desejadas, como é observado nas bebidas alcoólicas com o propósito de incrementar certos índices de qualidades (BERNARDI e SPOTO, 2003, MIRANDA *et al.* 2006).

O trabalho de BAN *et al.*, 2014 que submeteu a manteiga de amendoim já embalada (pronta para o consumidor) a irradiação gama (^{60}Co) com doses que variam de 0 a 3 kGy e foi observado a descontaminação de microorganismo (*Salmonella Typhimurium*). Sendo assim, melhorou a segurança e a qualidade do alimento sem comprometer a qualidade sensorial. A irradiação gama não deixa resíduos no material e, assim, o objeto irradiado não se torna radioativo e pronto para seu consumo.

Na área industrial o uso da gamagrafia é importante no controle de qualidade para verificar defeitos ou fissuras no corpo de peças, como por exemplo, nos ensaios não destrutivos (END). Que são feitos pelas empresas de aviação para inspeções frequentes nos aviões para verificar fadigas nas partes metálicas e soldas essenciais sujeitas a esforços extremos. Também é usual utilizar a irradiação gama na coloração de vidros e pedras preciosas; melhoria de fibras sintéticas e polímeros; esterilização de material odontológico, laboratório, médico-cirúrgico, frascos e embalagens; descontaminação de produtos e outros.

A dose utilizada nas diferentes aplicações varia de acordo com o efeito da radiação desejado, utilizam-se desde as baixas doses como as altas doses. Na irradiação de sangue usam-se as baixas doses devidas as recomendações da *American Association for Blood Banks* e da *Food and Drug Administration* que requerem uma dose de 25 Gy e que nenhuma dose seja inferior a 15 Gy em qualquer ponto do volume de sangue tratado para transfusão (RAHN, 2003). A tabela 2.5 apresenta alguns exemplos de doses e seus efeitos para seres vivos e polímeros.

Tabela 2.5: Efeitos da irradiação gama com as doses aplicadas.

Efeito da radiação	Doses necessárias
Dose letal para o ser humano	Superior 10 Gy
Inibição de brotamento (Batata, cebola, etc.)	100 a 200 Gy
Dose letal aproximada para insetos	220 a 930 Gy
Dose letal aproximada para bactérias (Mycobacterium tuberculosis, Stapycoccus aureus, Cornybacterim diphtheriae e Salmonella spp)	1,4 a 4,8 kGy
Dose letal aproximada para vírus	10 a 40 kGy
Modificação de polímeros	50 – 250 kGy
Polimerização de monômeros	10 -50 kGy

Fonte: Radiações ionizantes e a vida, IPEN apud BAZANI, 2008 e BUENO, 2008.

A irradiação gama pode ter muitas aplicações que variam do sangue e seus componentes irradiados para prevenção da doença de enxerto no hospedeiro e, também, nas transfusões executadas em pacientes imunocomprometidos (BRAZ *et al.*, 1998) até o controle de infestação de insetos e fungos em livros. Além de alterar o DNA humano a irradiação mata todos os microorganismos por meio da ruptura da estrutura do seu DNA, portanto, não afetando o produto em si infectado (bactérias) (BAZANI, 2008). Devido ao alto poder de penetração da radiação na matéria, o processo de irradiação pode ser executado com os produtos já embalados evitando o manuseio e, sendo assim garantindo a esterilidade do produto para utilização do paciente imediatamente ao término do procedimento. É economicamente viável para vários tipos de materiais (farmacêutico, médicos-hospitalares, implantes, cosméticos, alimentação humana, embalagens, ervas - finas e nutrição animal) e não altera a sua temperatura (CBE, 2013), sendo uma alternativa para a esterilização de materiais termossensíveis.

2.11.2. Irradiação Gama nos Polímeros

Este tópico tem como objetivo demonstrar os efeitos da irradiação ionizante nos polímeros para eventualmente estabelecer as possíveis reações nos ligantes asfálticos, devido às semelhanças químicas entre alguns polímeros que são constituídos por hidrocarbonetos com do CAP por causa da sua composição química ser de 90 a 95% de hidrocarbonetos e de 5 a 10% de heteroátomos.

Os polímeros possuem moléculas gigantescas quando comparadas às dos hidrocarbonetos, o que os classificam como macromoléculas. Estas longas moléculas são compostas de entidades estruturais chamadas de meros que são sucessivamente repetidas ao longo da cadeia, ou seja, mero indica a unidade repetida em uma cadeia polimérica. A palavra mero se origina da palavra grega “meros”, que significa parte; um único mero é chamado de monômero e o termo polímero foi criado para designar vários meros (WEBER, 2004, BERNUCCI *et al.*, 2010). A figura 2.30 apresenta como exemplo o monômero e a estrutura do polímero tipo polipropileno. As propriedades macroscópicas e a estrutura macromolecular dos materiais poliméricos são afetadas drasticamente pela radiação ionizante ou de alta energia (COSTA *et al.*, 2002).

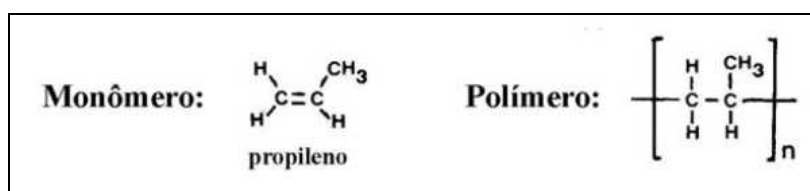


Figura 2.30: Apresentação do monômero do polipropileno (MANO, 2001).

A matéria absorve a radiação gama através das interações com o núcleo dos átomos e com as nuvens eletrônicas ao seu redor. Todavia, as interações das radiações com o núcleo atômico podem ser negligenciadas se a energia cinética ou do fóton das partículas for menor que 10 MeV e se o material contém apenas núcleos leves, como é o caso dos polímeros (BETTINI, 1992). Os polímeros não se transformam em materiais radioativos ao serem expostos à radiação gama, pois a absorção das radiações vai ocorrer apenas em nível eletrônico.

Quando os polímeros ou filme polimérico são submetidos à irradiação ionizante podem sofrer modificações na sua estrutura física e química induzidas pela interação da

radiação com o polímero, desta forma, produzindo cátions, ânions, radicais livres e espécies excitadas. As alterações provocadas pela irradiação ionizante em polímeros dependem de fatores específicos como dose absorvida, taxa de dose, atmosfera da irradiação, presença de oxigênio e composição do polímero (grau de cristalinidade e homogeneidade) (SINGH, 2001, GOULAS *et al*, 2003, NANDA *et al*, 2011, PORTO, 2013).

A irradiação gama de um polímero pode produzir cisão das cadeias principal (degradação), que conduz à redução do peso molecular, ou ligações químicas entre moléculas poliméricas diferentes (reticulação) que produz o aumento do peso molecular. Os processos de reticulação e degradação ocorrerem simultaneamente, contudo, normalmente uma das duas é predominante o que vai diferenciar o processo dominante e a estrutura química do polímero e as condições de irradiação. Além dessas reações pode ocorrer também a formação de gases (composto de baixa massa molar pela radiólise do polímero e a formação de ligações insaturadas) (BUCHALLA *et al*, 1993, BITTENCOURT, 2011, PORTO, 2013).

Degradação: Cisão da cadeia principal do polímero, evidenciada pela diminuição do peso molecular e da viscosidade, resultando na deterioração de algumas propriedades. Acontece com o polímero poli (metacrilato de metila) e seus derivados poli (isobutileno) e poli (alfa-metiestireno), e em polímeros contendo halogênios, tais como poli (cloro de vinila), poli(cloro de vinilideno) e poli(tetrafluorestileno). A tendência à degradação é relacionada à ausência de átomos de hidrogênio terciário, uma ligação mais fraca que a C-C média ou a presença de ligações excepcionalmente fortes (tais como C-F) em algum outro local da molécula. Um exemplo importante da aplicação da degradação é a reciclagem de resíduos poliméricos formados pelos processos industriais (RODRIGUES, 2000).

Reticulação: É a reação que forma as ligações cruzadas nas cadeias dos polímeros, resultando no aumento do peso molecular e, eventualmente, em uma rede tridimensional insolúvel que ocasiona, em geral, a melhoria de algumas propriedades. A reticulação por irradiação tem um efeito benéfico sobre as propriedades mecânicas de alguns polímeros. Por exemplo, comercialmente é executada a irradiação de polietileno para aumentar a estabilidade e a resistência ao escoamento em altas temperaturas; as lâminas de borrachas usadas na manufatura das partes laterais de pneus são irradiadas com intuito de aumentar a durabilidade e o grau de segurança, entre outras aplicações.

Portanto, as indústrias têm aderido cada vez mais ao processo de reticulação pela sua grande vantagem quando é comparado com os processos convencionais (catalisadores e tratamento térmico) (RODRIGUES, 2000).

Geralmente, os polímeros que contêm carbonos quaternários na cadeia principal tendem a degradação, enquanto que os demais tendem a reticulação. Os polímeros que possuem anel benzênico têm maior resistência à irradiação, necessitando de doses superiores para reticular, em comparação aos demais polímeros. A energia pode ser transferida ao longo da cadeia polimérica pelas ligações C-C e C-H, entretanto, as ligações C-H são as que sofrem mais facilmente a cisão, formando hidrogênio (SPINKS *et al*, 1990, PORTO, 2013).

2.11.3. Imobilização de Rejeitos de Usinas Nucleares por Betume

Este tópico tem como objetivo demonstrar os efeitos da irradiação gama no betume (ligante asfáltico) irradiado as altas doses (MGy) devido a sua utilização no encapsulamento de rejeitos de usinas nucleares.

A pesquisa com a matriz de betume iniciou-se nos centros de pesquisa de Marcoule na França, onde o processo utilizado para incorporação de rejeito era a cimentação (Solidificação: Imobilização de materiais por conversão em um produto de rejeito sólido, fisicamente estável, que possa ser manuseado e que seu conteúdo não seja dispersível). Após vários anos de pesquisa algumas unidades de tratamento de rejeitos, utilizando o betume como matrizes foram instaladas. Semelhantes estudos foram feitos em Karlsruhe na Alemanha Ocidental e no Eurochemic na Bélgica (IAEA, 1993a apud GUZELLA, 2010).

A International Atomic Energy Agency (IAEA) classifica os betumes que têm como finalidade a incorporação dos rejeitos radioativos em três tipos (IAEA, 1993a apud GUZELLA, 2010):

- **Betumes destilados** - Obtidos através da destilação de óleos crus;
- **Betumes soprados ou oxidados** - Obtidos através de tratamento com injeção de ar em temperatura entre 200 e 260 °C;

- **Betumes liquefeitos ou emulsificados** - Obtidos através da adição de emulsificantes ao betume destilado.

Os mais utilizados para solidificação de rejeitos radioativos são os destilados e oxidados e a maior diferença na composição química entre eles é a alta fração de asfaltenos encontrada nos oxidados (IAEA, 1993a apud GUZELLA, 2010).

O uso do betume foi restrito em alguns países devido ao baixo ponto de amolecimento, no caso dos betumes destilados, e a possibilidade da formação de chama em acidentes com a incorporação de nitratos provenientes de concentrado de evaporador em rejeitos de reprocessamento. Ações corretivas foram estudadas e propostas para melhorar a segurança de sistemas de betuminização (Solidificação), especialmente a melhoria dos sistemas de aquecimento, a instrumentação das instalações, o controle do processo e as caracterizações do betume e do rejeito antes da incorporação. Procedimentos de operação foram implantados para evitar a ocorrência de incidentes (IAEA, 1993a apud GUZELLA, 2010).

Na década de 70 a utilização de betume como matriz para imobilização de rejeitos radioativos da indústria nuclear, de centros de pesquisa e aplicações que utilizavam radionuclídeos foi amplamente estudada e aplicada. Em alguns países muitos recursos foram aplicados para construção de sistemas de tratamento em escala industrial, entre eles a Alemanha, a Bélgica e a Suíça (IAEA, 1993a apud GUZELLA, 2010).

O betume utilizado como matriz deve ser caracterizado quanto ao ponto de amolecimento, a penetração, a viscosidade, ao ponto de fulgor, a densidade e a análise termodiferencial, segundo normas internacionais da ASTM, do Deutsches Institut für Normung DIN (Alemanha) e da Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT) (GUZELLA, 2010).

O processo de solidificação deve produzir produtos de rejeito com as seguintes características (GUZELLA, 2010):

- Produtos de rejeito íntegros;
- Homogeneidade do produto;
- Baixa permeabilidade e lixiviação.

Na incorporação de rejeitos radioativos que pode alcançar a dose de 10^5 Gy. Devido à sua baixa condutividade térmica este valor não é alcançado, quando se incorporam

rejeitos de baixa e média atividade provenientes de usinas nucleares. A radiação pode acarretar radiólise de hidrocarbonetos com produção de radicais gasosos, reações entre radicais, o rejeito e os componentes do betume e a oxidação do betume. Estudos realizados com fontes externas de Co-60 e Cs-137 concluíram que o betume pode ser usado satisfatoriamente para o tratamento de rejeitos se a dose de radiação absorvida não exceder a 10^7 Gy. Nesta faixa é conveniente utilizar como matriz um betume oxidado, que é mais resistente à radiação, segundo estudos realizados na França, Alemanha e Estados Unidos (ARAGÃO, 1980).

Nos últimos 50 anos os betumes têm sido amplamente utilizado na França como uma matriz para a incorporação de rejeitos radiativos de níveis de atividades baixos e intermediários. Em vários países, incluindo a França e a Bélgica, o betume era selecionado no passado como um material para encapsulação de resíduos radioativos. Os betumes eram escolhidos pelas suas propriedades de contenção, a sua inércia química, a sua impermeabilidade, e a sua baixa solubilidade em água (MOUAZEN *et al.* 2011, MOUAZEN *et al.* 2013).

A pesquisa de MOUAZEN *et al.* (2013) efetuou investigação sobre os efeitos da irradiação gama no betume (ligante asfáltico) usado no encapsulamento de resíduos radioativos. Para efetuar a pesquisa foi necessário analisar e caracterizar as propriedades químicas, físicas e estruturais do betume não irradiado e irradiado que foram submetidos ao intervalo de doses de 1 a 7MGy. Através de várias técnicas (reômetro DSC; análise térmica diferencial DTA; análise termogravimétrica TGA; cromatografia de exclusão de tamanho - SEC, *Fourier Transform Infrared* - FTIR, SARA e difração de raios X - XRD) concluíram que ocorrem dois tipos de mudanças significativas nas propriedades do betume causadas pela irradiação gama: Reológica e Estrutural.

No Brasil, os primeiros trabalhos na área de incorporação de rejeitos em betume iniciaram-se no Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN/CNEN e foram feitas pesquisas somente em escala de laboratório, pelo autor: GROSCHE FILHO *et al.* (1987) e GROSCHE FILHO *et al.* (1997) Também no CDTN/CNEN realizaram várias pesquisas para imobilização de rejeitos radioativos em diferentes matrizes de cimento, betume e polímeros, tais como: COTA *et al.* (2005), COTA *et al.* 2006, COTA *et al.* 2009, GUZELLA *et al.* (2001), GUZELLA *et al.* (2006), TELLO *et al.* (2004). Com objetivo de avaliar os materiais nacionais para incorporação de diferentes tipos de

rejeitos e a implantação de diferentes métodos de caracterização para as diversas matrizes (cimento, betume e polímeros) (GUZELLA, 2010).

A pesquisa de GUZELLA (2010) teve como objetivo o desenvolvimento de um processo para imobilização de rejeitos radioativos provenientes de usinas nucleares utilizando uma matriz de betume. O processo visava à incorporação de rejeitos radioativos em betume para a obtenção de produtos de rejeito monolíticos (homogêneos e quimicamente estáveis) e com baixas taxas de lixiviação, essas são propriedades importantes para aceitação destes produtos em depósitos de rejeitos. Foram utilizados dois betumes produzidos no Brasil, com pontos de amolecimento de 71,8 e 91,3°C, respectivamente. O rejeito selecionado foi o concentrado de evaporador com as características dos rejeitos líquidos gerados em uma usina nuclear do tipo PWR. As propriedades analisadas foram a penetração, o ponto de amolecimento, o ponto de fulgor, o teor de água e as taxas de lixiviação. Concluiu-se que os betumes nacionais estudados podem ser usados para a imobilização de rejeitos das usinas nucleares brasileiras.

CAPÍTULO 3

3. Materiais e Métodos

Nesse capítulo, são apresentados os materiais e os métodos utilizados para a confecção dos corpos de prova (CPs), os ensaios realizados para os ligantes asfálticos CAP 50-70 (refinarias LUBNOR E REPAR) e as misturas asfálticas também confeccionadas com ligante CAP 50-70 (LUBNOR E REPAR) e o procedimento de irradiação dos materiais. O desenvolvimento deste trabalho foi possível através de uma parceria entre os programas da Engenharia Civil/PEC, da Engenharia Nuclear/PEN e da Engenharia Metalúrgica e de Materiais/PEMM do Instituto Alberto Luiz Coimbra de Pós-Graduação e Pesquisa de Engenharia – COPPE da Universidade Federal Rio de Janeiro – UFRJ e o Centro de Pesquisa e Desenvolvimento Leopoldo Américo Miguez de Mello (CENPES-RJ) da Petrobras com a finalidade de executar os ensaios necessários para esta pesquisa.

3.1. Irradiação

As amostras de ligantes e misturas asfálticas foram irradiadas no irradiador gammacell 220 Excel existente no Laboratório de Instrumentação Nuclear (LIN) da COPPE/UFRJ. O irradiador possui uma fonte de cobalto-60 que possui uma taxa de dose de 21,7 Gy/min (estimada em abril de 2013). A Figura 3.1 mostra o irradiador utilizado neste trabalho. O irradiador tem um dispositivo de tempo onde é selecionado o tempo de irradiação para que sejam programadas as doses que se desejam aplicar em cada amostra de ligante e mistura asfáltica usada neste estudo.

As doses administradas nos ligantes e misturas asfálticas foram escolhidas a partir de uma pesquisa nos trabalhos científicos que analisavam os efeitos dos processos de irradiação gama nas propriedades físicas, mecânicas e químicas dos polímeros (polietileno, poliisopreno policarbonato, policloropreno, poliuretano, poliaramida e outras) conforme citam os autores: ALAM *et al*, (2001), BAZANI (2008),

BITTENCOURT (2011), CARDOSO *et al* (2013), GOULAS *et al*, (2003) SUAREZ *et al.*, (2005), WEBER (2004), ZHANG *et al*, (2007). Assim foram escolhidas as doses a serem aplicadas: 0,1; 1; 2; 3; 4; 5; 10; 16; 20; 30; 40; 50; 100; 200 e 300kGy para as amostra de ligantes asfálticos (LUBNOR e REPAR), e as doses de 5, 10, 20, 30, 40, 50, 100, 200 e 300kGy para a mistura asfáltica (LUBNOR). Após cada amostra receber sua respectiva dose, estas foram ensaiadas de acordo com finalidade de cada estudo para cada tipo de amostra, conforme apresentado nos itens descritos a seguir.



Figura 3.1: Foto do irradiador gammacell 220 Excel da COPPE/PEN/LIN utilizado nesta pesquisa.

3.2. Misturas Asfálticas

As misturas asfálticas analisadas são misturas densas, do tipo concreto asfáltico (CA). Os agregados utilizados (Brita 1, Brita 0 e pó de pedra) são provenientes da Pedreira Sepetiba e a tabela 3.1 apresenta as propriedades destes agregados. A dosagem do teor de ligante foi pelo método *SUPERPAVE* estabelecendo a altura limite dos corpos de provas (CPs) de 6,3cm. Os corpos de provas foram moldados no compactador giratório (Figura 3.2). Para os CPs utilizando o CAP da LUBNOR, o teor do projeto obtido da dosagem foi de 4,3% e a granulometria da mistura está apresentada na Tabela

3.2. Os parâmetros obtidos foram massa específica máxima (Gmm) de 2,512, volume de vazio (Vv) de 4%, vazios do agregado mineral (VAM) de 15,8% e a relação betume vazio (RBV) de 77,5%.



Figura 3.2: Compactador Giratório – PEC/COPPE/UFRJ utilizado nesta pesquisa.

Tabela 3.1: Propriedades dos agregados usados nos Corpos de Provas da presente pesquisa.

Propriedades	Agregados Graúdos	Agregados Miúdos
Abrasão Los Angeles, %	43,3	-
Partículas Chatas e Alongadas (1/5), %	1	-
Equivalente de Areia, %	-	84
Angularidade, %	-	40,04
Índice de Forma (C/E)	2,9	-
Massa Específica Real (g/cm ³)	2,792	2,781
Massa Específica Aparente (g/cm ³)	2,669	2,693
Absorção, %	0,8	3,01
Salinidade, %	10,3	-

Tabela 3.2: Granulometria da mistura asfáltica com CAP 50-70 LUBNOR desta pesquisa.

Peneiras		% passante
#	Mm	
3/4"	19,1	97,05
1/2"	12,5	77,96
3/8"	9,5	73,71
Nº 4	4,75	56,71
Nº 10	2,00	39,39
Nº 40	0,42	20,41
Nº 80	0,18	11,45
Nº 200	0,075	5,25

Os parâmetros obtidos na dosagem *SUPERPAVE* para os CPs que utilizaram o CAP 50-70 REPAR, com o teor de projeto de 4,6% e a granulometria apresentada na tabela 3.3, foram: volume de vazio (Vv) de 4,5%, vazios do agregado mineral (VAM) de 16,6%, relação betume vazio (RBV) de 73,2% e a massa específica máxima (Gmm) de 2,514.

Tabela 3.3: Granulometria da mistura asfáltica com CAP 50-70 REPAR desta pesquisa.

Material	% Passante
Brita1	30,5
Brita 0	19,1
Pó de Pedra	45,8

3.2.1. Ensaio de Módulo de Resiliência (MR)

Para se estudar as possíveis modificações devido ao processo de irradiação gama no comportamento das misturas asfálticas foram confeccionados vários CPs utilizando os

ligantes asfálticos de origem da refinaria LUBNOR e REPAR, para avaliar as características foi realizado o ensaio de módulo resiliente de acordo com a norma DNER-ME 133/94 nas misturas estudadas. No ensaio de MR foram realizado 3 medidas dos módulos de cada corpo de prova (irradiados e não irradiados) na temperatura de 25°C no equipamento desenvolvido na COPPE/UFRJ para ensaios de módulo resiliência (MR), (figura 3.3) localizado no Laboratório de Geotecnia e Pavimentos da COPPE/UFRJ. Nesta etapa do estudo foram realizadas duas metodologias diferentes, uma para cada mistura estudada, que são descritas a seguir.



Figura 3.3: Equipamento desenvolvido na COPPE/UFRJ para realização do ensaio de módulo de resiliência de misturas asfálticas, usado na presente pesquisa.

3.2.2. Mistura Asfáltica (LUBNOR)

Para o estudo da mistura asfáltica confeccionada com ligante asfáltico LUBNOR foram feitos 10 corpos de prova e foram medidos os módulos resilientes de todos os corpos de prova antes de irradiar. Depois foram separados 9 corpos de prova para cada um serem irradiados com única dose que foi a 5, a 10, a 20, a 30, a 40, a 50, a 100, a 200 e, por último a 300kGy. Após a irradiação foram realizados novos ensaios de modulo resiliente nos CPs irradiados.

Os resultados parciais desta análise mostraram que houve variação no módulo resiliente demonstrando que o processo de irradiação causa uma modificação nesta

propriedade mecânica dessa mistura. Devido a este fato optou-se por usar uma nova metodologia de irradiação onde escolheu-se um único CP ainda não irradiado e este CP foi submetido às doses já descritas consecutivamente, ou seja, foi feito o ensaio de MR antes de irradiar, depois irradiou-se esse CP com 5kGy e fez-se o ensaio de MR, irradiou-se com a dose que faltava para que o CP fosse irradiado com as mesmas doses da metodologia anterior (dose acumulativa). Após cada irradiação fez-se o ensaio de MR novamente, assim ate a dose de 300kGy.

3.2.3. Mistura Asfáltica (REPAR)

Para o estudo da mistura asfáltica confeccionada com ligante asfáltico REPAR uma nova metodologia foi executada onde foram feitos 13 corpos de prova. Antes de se moldar os CPs irradiou-se somente ligante com uma dose de 50kGy e foram confeccionados 11 CPs com esse ligante já irradiado e 02 CPs com ligante não irradiado (que serviram como padrão na análise das possíveis modificações), com a finalidade de estudar o efeito da irradiação do ligante antes da confecção das misturas asfálticas.

Para avaliar as propriedades foram realizados o ensaio de MR nos 2 CPs com ligante não irradiado e nos 11 CPs com ligante irradiado com a dose de 50kGy. Após o ensaio de MR foram separados 3 CPs com valores de MR próximos para serem submetidos as intempéries com objetivo de observar o envelhecimento a longo prazo e, dessa forma, novos ensaios de MR foram realizados a cada período de tempo para que se comparassem estes resultados com dados obtidos de ensaios realizados nesta mesma mistura (mesmo ligante e mesmos parâmetros de compactação) em estudos anteriores de LEITE *et al.*(2010).

A figura 3.4 apresenta o fluxograma que descreve a metodologia adotada para avaliar os efeitos do processo da irradiação gama nas misturas asfálticas (LUBNOR e REPAR)

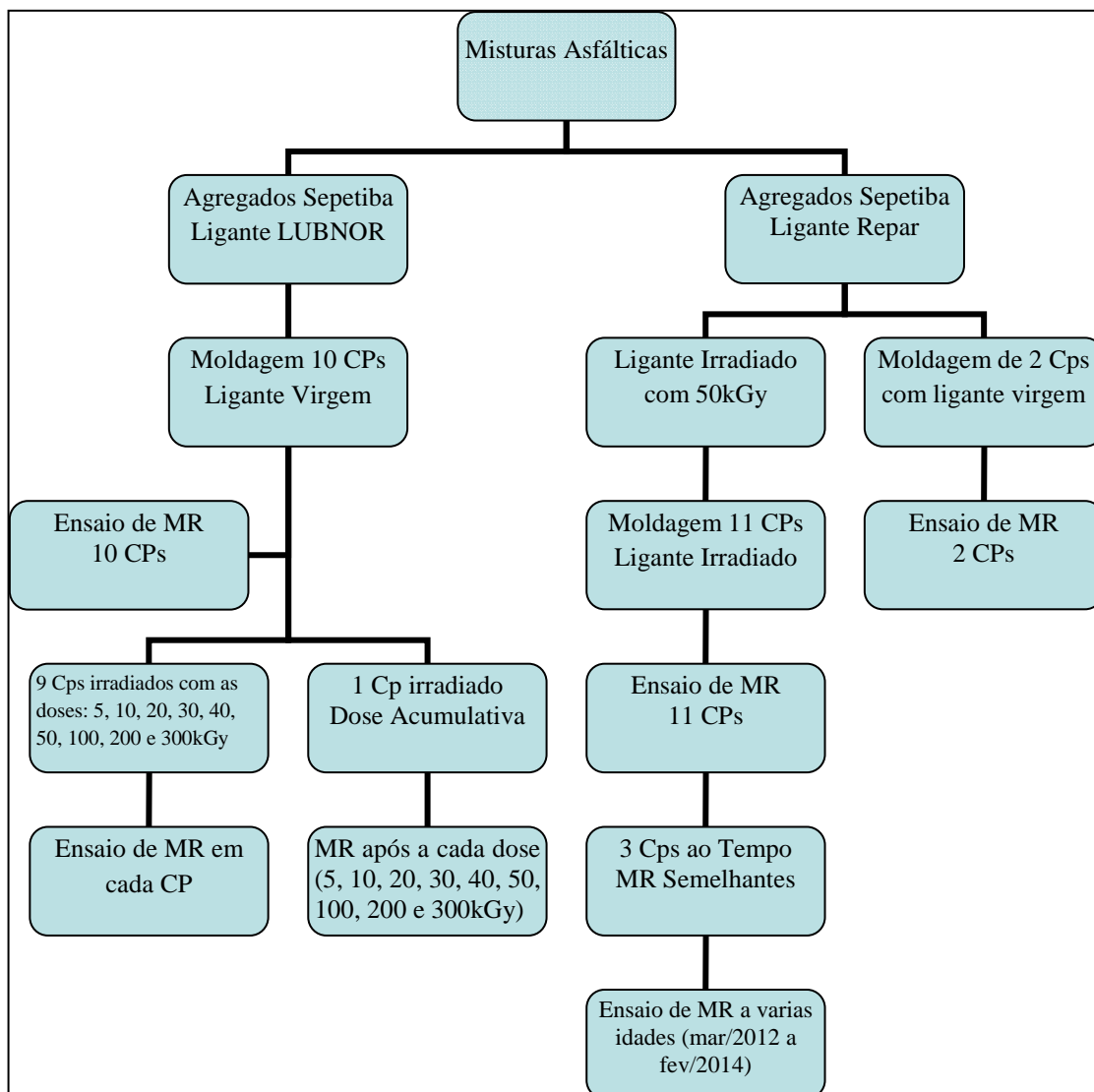


Figura 3.4: O fluxograma da metodologia adotada para as misturas asfálticas.

3.3. Ligantes Asfálticos

Nesse tópico o objetivo é apresentar os ensaios realizados nos ligantes asfálticos para avaliar a influência do processo de irradiação gama no ligante virgem e no aquecimento após a irradiação. Os materiais usados foram duas amostras de ligante CAP 50-70 um de origem da refinaria de Fortaleza - CE (denominado de LUBNOR) e outro da refinaria Araucária - PR (com a denominação de REPAR). Dentre os petróleos mais comumente processados pela refinaria LUBNOR, destacam-se aqueles oriundos de Fazenda Alegre e Fazenda Belém, ambos de API próximo de 12. A REPAR processa

uma mistura de petróleo nacional, oriundo da Bacia de Campos, o que faz com que a carga média apresente cerca de 23 °API (CORRÊA, 2009).

3.3.1. Ensaio de Penetração

Os ligantes asfálticos (LUBNOR E REPAR) foram colocados em cápsulas de alumínio (figura 3.5) com as dimensões médias: diâmetro $71,06 \pm 0,19$ mm, altura $41,71 \pm 0,45$ mm e espessura de parede de $1,19 \pm 0,18$ mm. Após a colocação do ligante nas cápsulas foi realizado o ensaio de penetração nas amostras (antes e depois de irradiadas) no Laboratório de Geotecnia da COPPE utilizando o aparelho penetrômetro universal manual da Solotest (figura 3.6). Os ensaios foram realizados de acordo com a norma da ABNT (Associação Brasileira de Normas Técnicas) NBR 6576:2007. Para avaliar a consistência do CAP foram feitas 5 medidas em cada amostra para obter a média e o desvio padrão de cada amostra antes e depois da irradiação com as doses no intervalo de 0,1 a 300kGy.



Figura 3.5: Cápsula utilizada para realizar o ensaio de penetração e a irradiação nesta pesquisa.

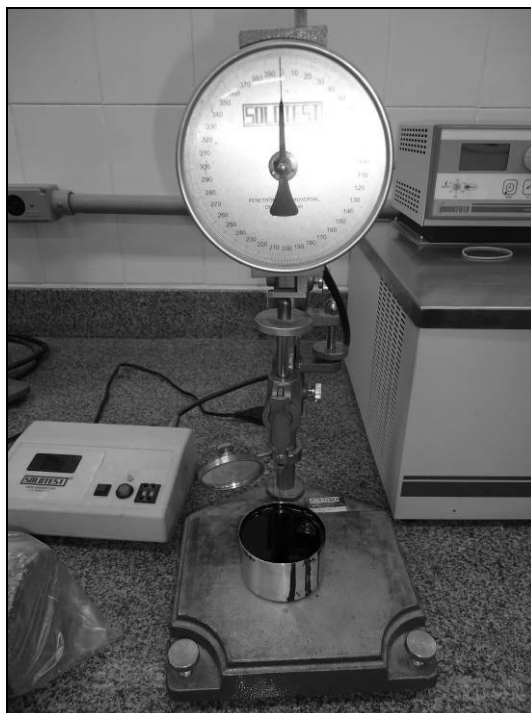


Figura 3.6: Equipamento penetrômetro universal manual da Solotest do PEC/COPPE/UFRJ usada nesta pesquisa.

Com a finalidade de se estudar as possíveis modificações devido ao aquecimento dos ligantes irradiados (mudanças que poderiam ocorrer devido ao aquecimento para a confecção dos corpos de prova de misturas afálticas), cada cápsula com os ligantes foi colocada em uma estufa onde ficou confinada por 2 horas na temperatura de compactação específica de cada ligante: LUBNOR a 148 °C e REPAR a 139 °C. Após este tempo, foram feitos novos ensaios de penetração nas amostras de ligantes asfálticos agora irradiados e aquecidos em suas respectivas temperaturas de compactação.

3.3.2. Ensaio de Viscosidade

Para realizar o ensaio de viscosidade e o processo de irradiação os ligantes asfáltico (LUBNOR E REPAR) foram colocados em um béquer de vidro de 50 ml (Figura 3.7). O ensaio de viscosidade Brookfield foi realizado nas temperaturas de 135, 150, 165 e 170°C no equipamento viscosímetro rotacional (Figura 3.8) de modelo DV-III ULTRA RHEOMETER que possui uma incerteza de $\pm 1\%$ e uma repetibilidade de $\pm 0,2\%$. As medidas foram realizadas no Laboratório de Geotecnia e Pavimentação da COPPE. Os

ensaios foram realizados de acordo com a norma NBR 15184/04, com a intenção de avaliar a viscosidade do CAP antes e depois da irradiação com as doses de 0,5 a 300kGy para o ligante da LUBNOR e uma única dose de 100kGy para o ligante da REPAR. Onde estudou-se também a influência da metodologia da aplicação da temperatura durante o ensaio de viscosidade.



Figura 3.7: Béquer utilizado para armazenar e irradiar o ligante asfáltico para os ensaios de viscosidade deste estudo.



Figura 3.8: Equipamento Brookfield do PEC/COPPE/UFRJ usado nesta pesquisa.

3.3.3 Ensaio SARA (Saturado, Aromático, Resina e Asfalteno)

O ensaio SARA foi realizado no Laboratório de Asfalto do CENPES - Petrobras com finalidade de obter a caracterização química dos ligantes asfálticos originários das refinarias LUBNOR e REPAR da Petrobras usados na presente pesquisa. O ensaio

realizado determina em base semiquantitativa a composição da amostra em proporção de hidrocarbonetos saturados, aromáticos, resinas e asfaltenos (SARA) por cromatografia em camada fina e detecção por ionização de chama. Neste ensaio optou-se por uma única dose para cada ligante 50kGy para o LUBNOR e 100kGy para o REPAR, que foram comparados com os resultados feitos com os ligantes não irradiado.

3.3.4 Microscopia de Força Atômica (AFM)

Para realizar o AFM foram preparados três grupos de amostras:

- o primeiro grupo de controle, é a amostra do ligante asfáltico virgem sem nenhum tipo de tratamento;
- o segundo grupo foi submetido ao processo de irradiação gama com dose de 16kGy (dose escolhida devido aos resultados do ensaio de viscosidade) e
- o terceiro grupo foi envelhecido a curto prazo na estufa de película delgada rotativa (RTFOT).

Os grupos foram formados somente com LUBNOR e para o teste no AFM foram preparadas pelo o método de *spincoating* que consiste em depositar gotas de ligante asfáltico aquecido sobre um substrato (placa de vidro) (figura 3.9) que está sob um movimento de rotação, que espalha o CAP.

Na análise da amostra irradiada a 16kGy e de controle pela técnica AFM foi utilizado o equipamento Witec Alpha 300 operando em modo de contato intermitente utilizando haste Nanoword NCSTR com frequência de ressonância nominal de 160 kHz e constante de mola de 7.4N/m. E, para a análise da amostra envelhecida pelo método RTFOT foi utilizado o equipamento JPK (Nano Wizard AFM) e haste Veeco, modelo TAP150, com haste de frequência de ressonância de 119 a 158 kHz e constante de mola de 5 N/m.

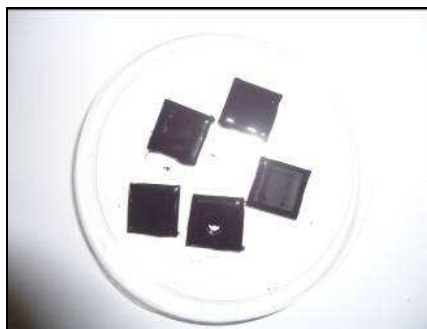


Figura 3.9: Imagem das amostras feita pelo o método de *spincoating* e utilizada no AFM PEMM /COPPE/UFRJ nesta pesquisa.

3.3.4 Determinação das Especificações SUPERPAVE e Brasileira para as Amostras de Ligantes Asfálticos desta Pesquisa

Os ensaios relacionados neste tópico foram realizados no Laboratório de Asfalto do CENPES - Petrobrás, conforme os métodos descritos em seguida somente para o ligante LUBNOR irradiado com dose 50kGy. Estes ensaios são realizados com a finalidade de se obter a classificação e a caracterização reológica, realizando os seguintes procedimentos:

- Viscosidade Brookfield foi realizado na temperatura de 135°C no equipamento viscosímetro rotacional, de acordo com a norma ASTM D 4402/2002 e NBR 15184/04;
- Ponto de amolecimento do CAP com a norma ASTM D36;
- Ponto de fulgor de acordo com a norma NBR 11341;
- Cisalhamento dinâmico foi realizado nas temperaturas de 19°C, 22°C, 25°C, 64°C, 70°C e 76°C no reômetro DSR, de acordo com a norma ASTM D 7175/2004;
- Fluência (BBR) foi realizado na temperatura -12°C no reômetro de fluência em viga, de acordo com a norma ASTM D 6648/2001;
- Envelhecimento de curto prazo (RTFOT) da amostra de ligante asfáltico foi feito numa estufa RTFOT (Rolling Thin Film Oven Test) para simular da usinagem de mistura asfáltica, de acordo com a norma da ASTM D2872. Para observar a variação de massa após o RTFOT foi usado o procedimento descrito na norma NBR 15235;

- Envelhecimento de longo prazo, foi efetuado no vaso de pressão conhecido como PAV (Pressure Aging Vessel), que simula o endurecimento oxidativo ao longo da vida útil da mistura asfáltica, de acordo com a norma da ASTM D6521;
- Fluência e Relaxação Sob Múltiplas Tensões (MSCR), novo procedimento indicado como melhoria da especificação *SURPEPAVE*. Este ensaio é determinado na amostra de ligante após envelhecimento em curto prazo. O método utilizado no ensaio de recuperação de fluência por tensão múltipla (MSCR) realizada no reômetro de cisalhamento dinâmico (DSR), com aplicação de carga para os 10 ciclos de cada nível de tensão, determinada por 100 e 3200 Pa, sendo 1 segundo de tensão de cisalhamento e 9 segundos de repouso, depois de cada ciclo de tensão; é calculada a diferença entre deformação no fim do período de recuperação e deformação máxima após tensão de cisalhamento.

3.3.4 Curva Mestre

A curva mestre foi realizada no Laboratório de Asfalto do CENPES - Petrobras com finalidade de obter a caracterização reológica do ligante REPAR (irradiado com uma única dose de 100kGy e não irradiado) oriundo da refinaria REPAR da Petrobras. As varreduras de tensão e de frequência angular das amostras deste ligante foram realizadas em um reômetro TA Instruments da marca AR-2000, na temperatura de 25°C.

A figura 3.10 apresenta o fluxograma que descreve a metodologia adotada para avaliar os efeitos do processo da irradiação gama nos ligantes asfálticos (LUBNOR e REPAR)

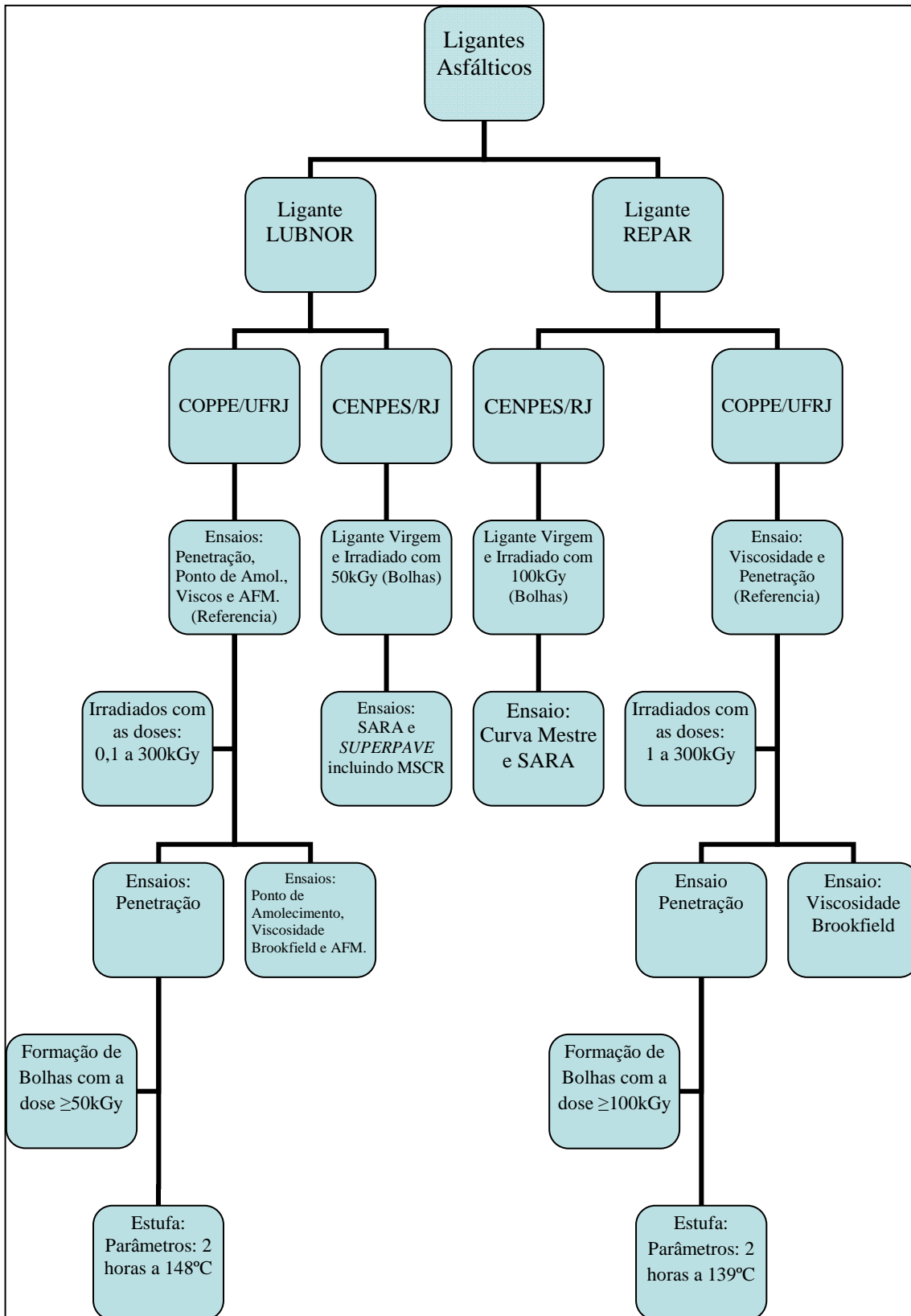


Figura 3.10: O fluxograma da metodologia adotada para os ligantes asfálticos.

CAPÍTULO 4

4. Resultados e Discussões

Nesse capítulo são apresentados os resultados obtidos na avaliação da influência do processo de irradiação gama nas propriedades reológicas e mecânicas nos corpos de prova de ligantes asfálticos e de misturas asfálticas.

Para realizar esse estudo foram utilizadas vinte e cinco amostras (cápsulas) para o ensaio de penetração, quatro amostras (béquer de 50ml) para o ensaio de viscosidade Brookfield e quatro amostras para o ensaio SARA, nos ligantes tanto do LUBNOR quanto do REPAR. Oito amostras de ligantes LUBNOR para o ensaio de microscopia de força atômica e duas amostras (LUBNOR) para obter a classe do PG (performance grade). Já nas misturas asfálticas realizou-se o ensaio de módulo de resiliência em vinte e três corpos de provas de misturas asfálticas confeccionadas com ligante LUBNOR e REPAR. Para a irradiação das amostras utilizou-se um irradiador com uma fonte radioativa (Co-60) emissora de raios gama.

4.1. Misturas Asfálticas

Nestes tópicos são apresentados e discutidos os resultados obtidos referentes às misturas asfálticas (LUBNOR e REPAR).

4.1.1. Misturas Asfálticas (LUBNOR)

Na figura 4.1 são apresentados os resultados obtidos dos valores das variações percentuais dos módulos de resiliências de nove misturas asfálticas feita com ligante da LUBNOR irradiadas comparadas com a referência (padrão). Para obter o valor da variação percentual é necessário realizar a diferença entre os valores dos MR (irradiado e não irradiado (padrão)), dividido pelo valor do MR padrão e multiplicado por 100. Esse

procedimento foi feito para cada uma das nove misturas asfáltica com as nove doses estudadas (5, 10, 20, 30, 40, 50, 100, 200 e 300kGy).

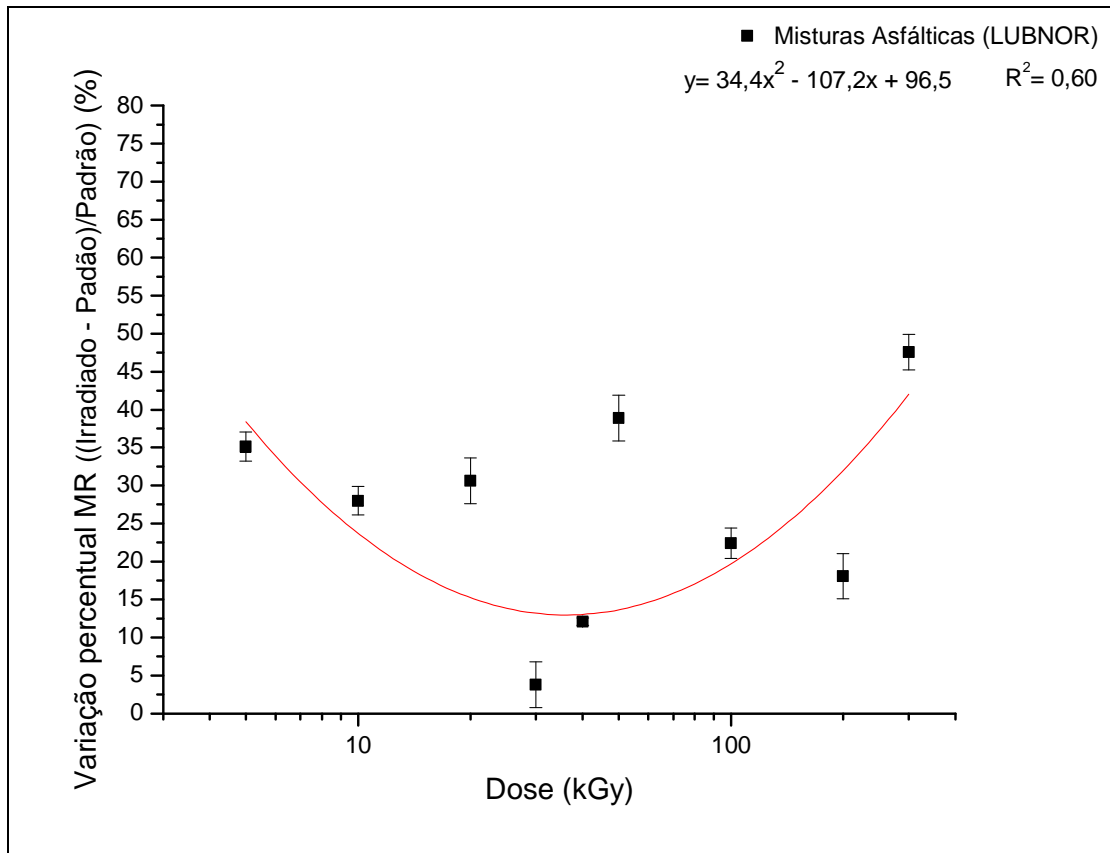


Figura 4.1: Os valores erros relativos percentual do MR das misturas asfálticas irradiadas com várias doses.

Analisando a figura 4.1 que apresenta os resultados obtidos das variações percentuais do módulo de resiliência das misturas asfálticas irradiadas com diversas doses, pode-se observar que os valores das variações percentuais das misturas asfálticas variam para quase todas as amostras, mostrando que não foi possível descrever uma tendência no comportamento com o aumento da dose. Ou seja, não foi exequível estabelecer uma relação entre o MR e a dose aplicada com o comportamento observado das misturas asfálticas em campo (figuras 4.2.(b) a 4.2.(e)). Ainda assim, verifica-se que o processo de irradiação gama influencia nos resultados de MR, isto é, a irradiação afeta esta propriedade mecânica da mistura asfáltica estudada. Sendo assim, optou-se por continuar a pesquisa utilizando uma única amostra com doses acumulativas e medir o MR desta amostra antes de ser irradiada (amostra padrão) e após a aplicação de cada dose de interesse. Pode-se supor que esta variação de MR percebida inclua a variabilidade (esqueleto mineral) dos corpos de prova.

A figura 4.2.(a) apresenta os resultados obtidos desta pesquisa sobre o ensaio MR para um (1) corpo de prova (CP) feito com ligante LUBNOR variando a dose de 5 a 300kGy na mistura asfáltica. Para análise dos dados obtidos foi usado o procedimento de normalização que consiste no valor de MR da mistura asfáltica irradiado com sua respectiva dose, dividido pelo valor do MR do corpo de prova não irradiado (amostra padrão).

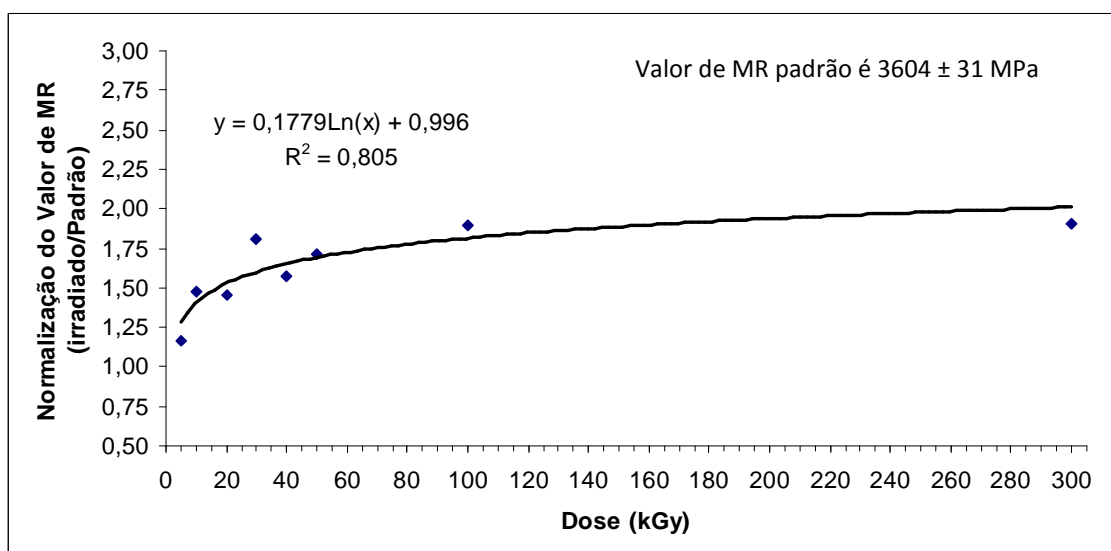


Figura 4.2.(a): Valores normalizados de MR no CP feito com ligante LUBNOR: mistura asfáltica irradiada com várias doses acumulativa em relação a não irradiada.

Analisando os resultados obtidos do ensaio de MR apresentados na figura 4.2.(a), observa-se uma relação entre o aumento dos valores de MR com o aumento da dose aplicada, ou seja, quanto maior a dose maior será o valor de MR. Sendo assim, verifica-se que a irradiação gama afeta esta propriedade mecânica da mistura asfáltica estudada, provocando o aumento da rigidez do ligante asfáltico, consequentemente, o aumento do valor do módulo de resiliência. Este comportamento de aumento de rigidez é uma característica esperada no processo de envelhecimento em campo.

Com o intuito de verificar se este comportamento na variação do MR da mistura asfáltica irradiada representa o mesmo comportamento do processo de envelhecimento em campo e, assim, estabelecer uma correlação entre o processo de irradiação gama e o processo de envelhecimento, fez-se a comparação desses resultados com outros resultados obtidos na literatura que relacionam os valores de MR inicial com os valores de MR obtidos com amostras de campo com o passar do tempo. Pode-se citar os

resultados dos valores de MR (calculado e experimental) em relação ao tempo (meses), da pesquisa de TONIAL (2001) em vários trechos experimentais no Brasil, também os resultados do trabalho de LEITE *et. al.* (2010) que teve como objetivo estudar o envelhecimento das misturas asfálticas expostos nas intempéries sem ação do tráfego. Para efetuar a pesquisa foram feitas várias placas de misturas asfálticas variando os teores de vazios e de ligante e com diferentes tipos de ligantes asfálticos. Todos os valores dos resultados de MR mostram aumento com avanço do tempo.

Nas figuras 4.2.(b) a 4.2.(e) são apresentados os resultados dos valores de MR (calculado e experimental) em relação ao tempo (meses) da pesquisa de TONIAL (2001) em vários trechos experimentais no Brasil.

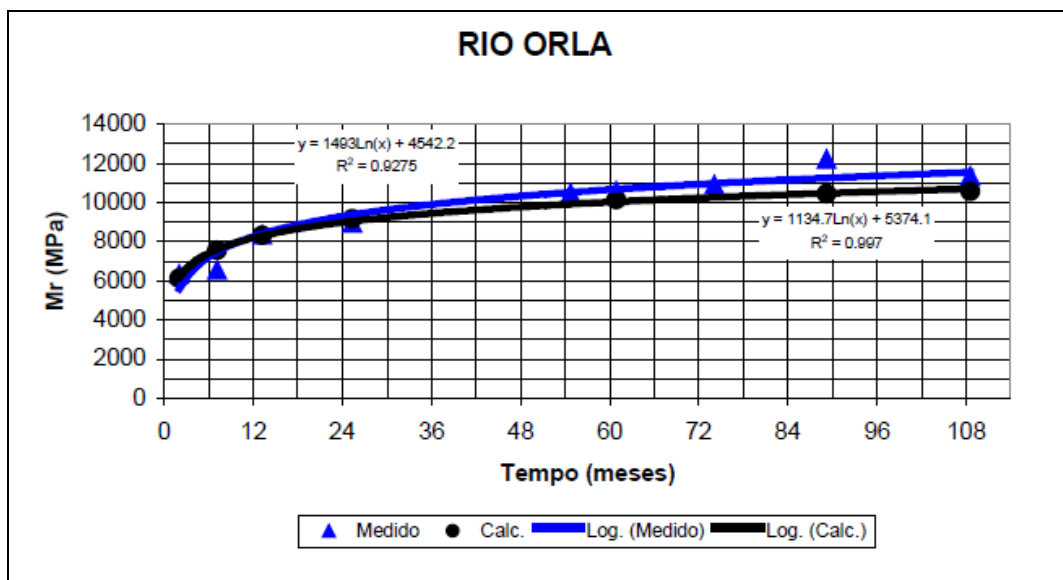


Figura 4.2.(b): Valores de MR calculados e medidos, em função do tempo para o trecho experimental RIO ORLA - RJ (TONIAL, 2001).

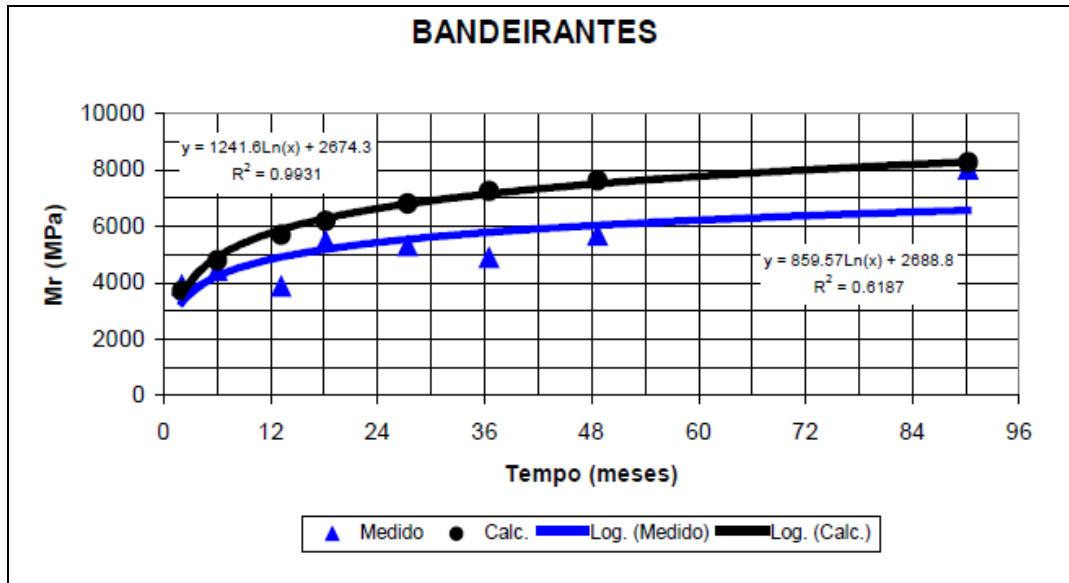


Figura 4.2.(c): Valores de MR calculados e medidos, em função do tempo para o trecho experimental BANDEIRANTES - SP (TONIAL, 2001).

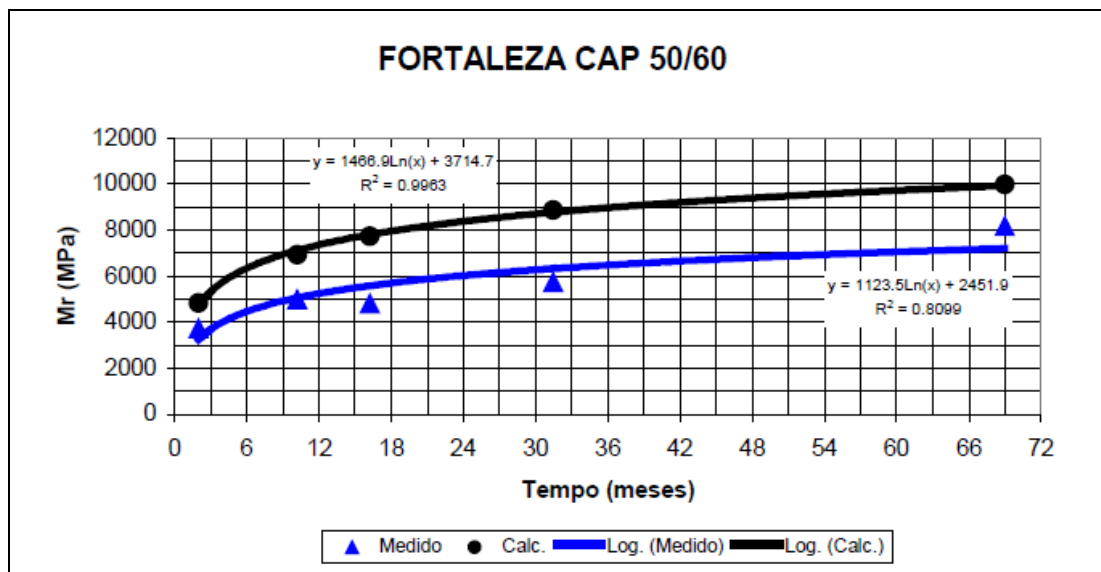


Figura 4.2.(d): Valores de MR calculados e medidos, em função do tempo para o trecho experimental FORTALEZA - CE (TONIAL, 2001).

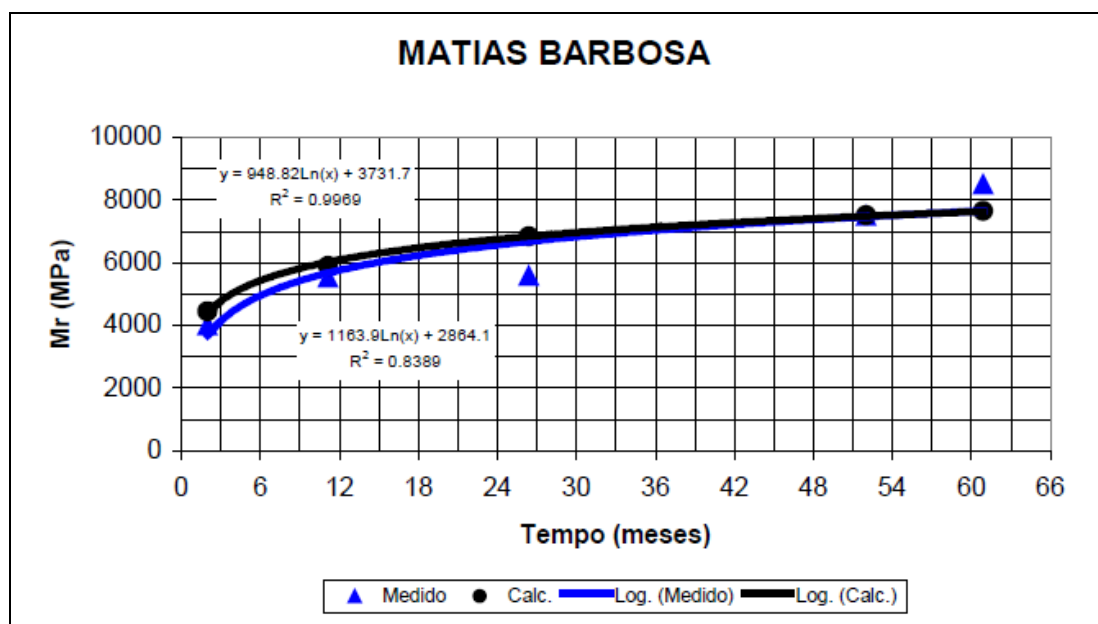


Figura 4.2.(e): Valores de MR calculados e medidos, em função do tempo para o trecho experimental MATIAS BARBOSA - CE (TONIAL, 2001).

Através da análise comparativa dos comportamentos mostrados nas figuras 4.2.(a) a 4.2.(e), pode-se verificar a mesma tendência de comportamento gerado pelo processo de irradiação gama e pelo processo de envelhecimento de campo. Dessa forma, pode-se dizer que o processo de irradiação gama poderá ser no futuro um procedimento de simulação de envelhecimento em laboratório a fim de se prever o processo de envelhecimento de misturas asfálticas em campo.

4.1.2. Misturas Asfálticas (REPAR)

Nesta etapa da pesquisa tinha-se como objetivo o estudo do efeito do aquecimento realizado no ligante asfáltico para a confecção das amostras de misturas asfálticas. Na tabela 4.1 estão os resultados do MR para os corpos de provas moldados com o ligante asfáltico da refinaria REPAR não irradiado e na tabela 4.2 são apresentados os resultados do módulo de resiliência (MR) para os corpos de provas (CPs) feito com o REPAR irradiados com a dose 50kGy antes de se moldar os CPs.

Tabela 4.1: Resultados MR para CPs REPAR não irradiados desta pesquisa.

CPs	MR (MPa)
Padrão 1	4711±101
Padrão 2	5099±81
Média	4905±108

O procedimento como calcular as incertezas estão descrito no anexo 3.

Tabela 4.2: Resultados MR para CPs REPAR irradiados com 50kGy antes da moldagem nesta pesquisa.

CPs	MR (MPa)
1	6551±12
2	5083±108
3	7830±163
4	6024±56
5	5567±129
6	5663±140
7	5715±167
8	5246±114
9	6222±61
10	5350±104
11	6677±226
Média	5998±139

O procedimento como calcular as incertezas estão descrito no anexo 3.

Analisando os resultados da tabela 4.1 pode-se observar que os valores de MR máximo e mínimo das amostras de REPAR não irradiados apresentam uma variação percentual de 8,2%, que representaria a variação devido ao arranjo estrutural interno das amostras. Na análise dos resultados apresentados na tabela 4.2 referente às amostras confeccionadas com ligante previamente irradiado com 50kGy observa-se que a variação nos resultados são de 54%, que é muito maior que a variação das amostras confeccionadas com ligante não irradiada.

Para uma melhor visualização destes resultados foi feito um gráfico mostrando os valores apresentados nas tabelas 4.1 e 4.2 demonstrado na figura 4.3.

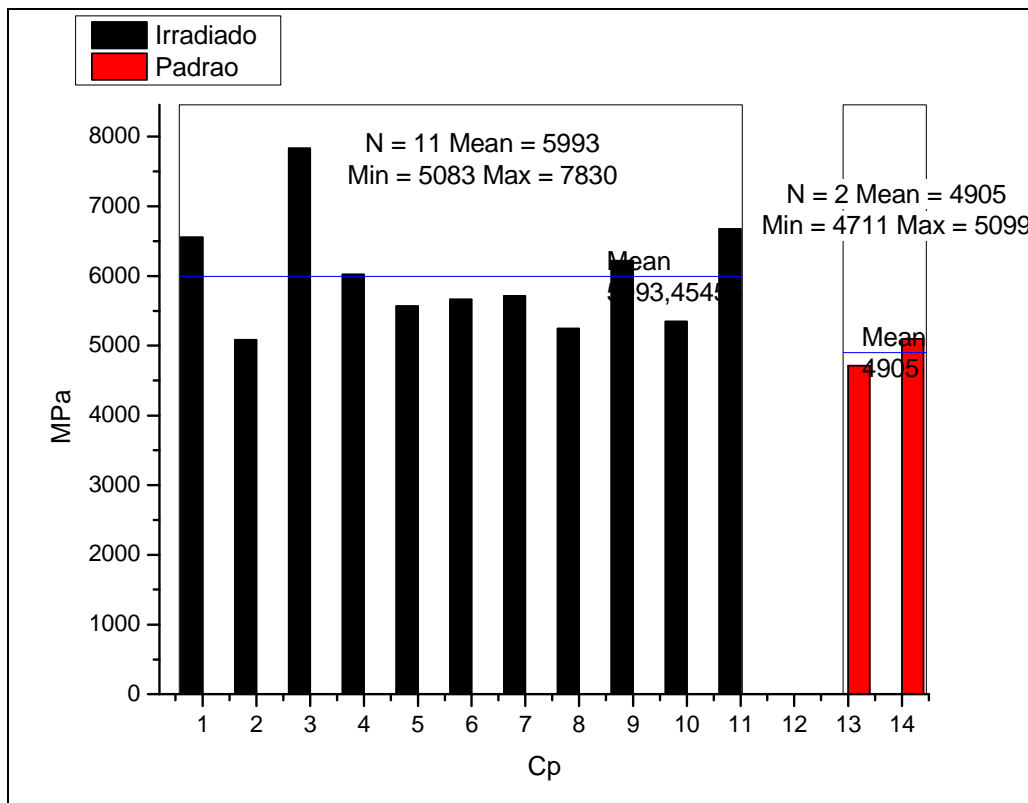


Figura 4.3: Resultados dos valores do ensaio de MR para os CPs feito com REPAR irradiado a 50 kGy e os CPs padrões.

Porém, mesmo com esta diferença de coeficiente de variação, é notável que os valores do ensaio de MR irradiados são quase todos maiores que os valores de MR de controle (padrão). Observa-se uma variação percentual no valor médio do MR entre os CPs feitos com ligante irradiado a 50 kGy e não irradiado (padrão) de 22,2%, sendo assim, percebe-se que os efeitos do processo de irradiação gama permanecem após o aquecimento para a confecção dos CPs (misturas asfálticas) deixando o ligante REPAR irradiado (50kGy) mais rígido do que o ligante asfáltico não irradiado (padrão).

Pode-se também observar que a variação nos valores de MR dos CPs com ligante irradiado apresenta uma variação muito grande quando comparados entre eles. Além disso, quando se compara essa variação percentual dos MR do ligante irradiado com a variação entre o valor mínimo do MR do padrão (3604MPa) do ligante LUBNOR com o valor máximo de MR (6872MPa) irradiado com 300kGy acha-se 91%, variação elevada. Sendo assim optou-se mudar o procedimento de análise para o ligante REPAR.

Conforme a metodologia descrita no capítulo anterior, após o ensaio de MR inicial foram separados 3 CPs com valores de MR próximos para serem submetidos as

intempéries com objetivo de observar o envelhecimento a longo prazo e novos ensaios de MR foram realizados a cada período de tempo. A figura 4.4 mostra o clima durante o período desta pesquisa (mar/2012 a fev/2014) que foi realizada na Cidade Universitária da UFRJ no Rio de Janeiro/RJ, indicando um índice pluviométrico muito seco e uma amplitude térmica máxima registrada durante o período da pesquisa foi de 20°C, os dados foram obtidos através do Instituto Nacional de Meteorologia

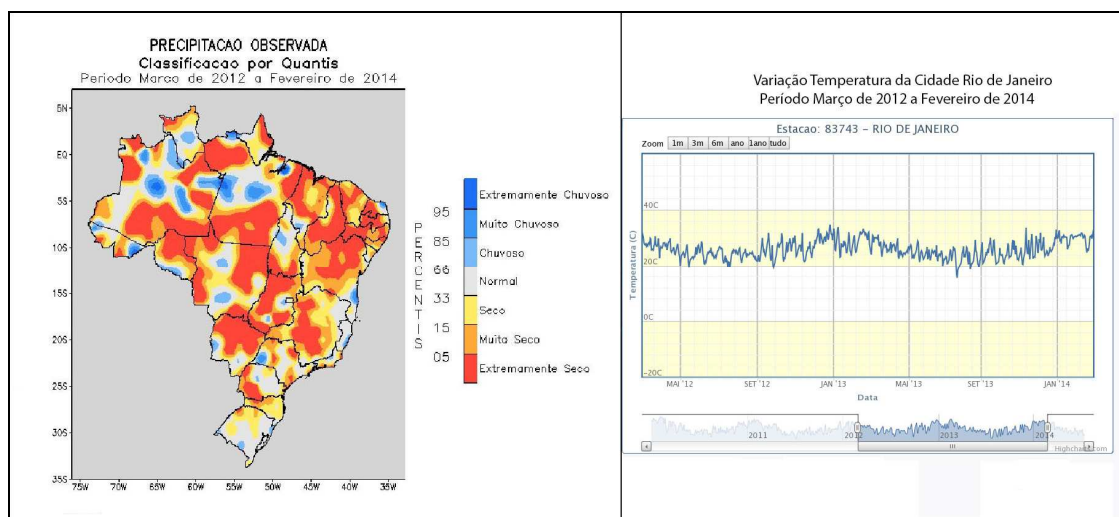


Figura 4.4: Clima observado na cidade do Rio de Janeiro durante o período de março de 2012 a fevereiro de 2014 (INMET,2014).

Na tabela 4.3 são apresentados os resultados dos módulos de resiliência dos três (3) corpos de prova feitos com ligante REPAR previamente irradiado a 50 kGy que foram submetidos às intempéries em períodos determinados (figura 4.4). Na figura 4.5 são apresentados os valores de MR contido na tabela 4.3 e os valores foram normalizados pelo valor de MR médio inicial.

Tabela 4.3: Resultados dos MR dos CPs feitos com ligante asfáltico irradiados a 50 kGy e envelhecidos nas condições climáticas desta pesquisa.

CP (1) (MPa)	CP (2) (MPa)	CP (3) (MPa)	Média (MPa)	Incerteza (MPa)	Tempo em meses
6551	6222	6677	6483	166	0
7833	6548	5870	5660	705	2
9672	10507	6723	8967	1406	10
8228	9389	7996	8538	528	14
10139	12368	9034	10514	1201	17
10919	10604	13909	11578	1290	23

O procedimento como calcular as incertezas estão descrito no anexo 3

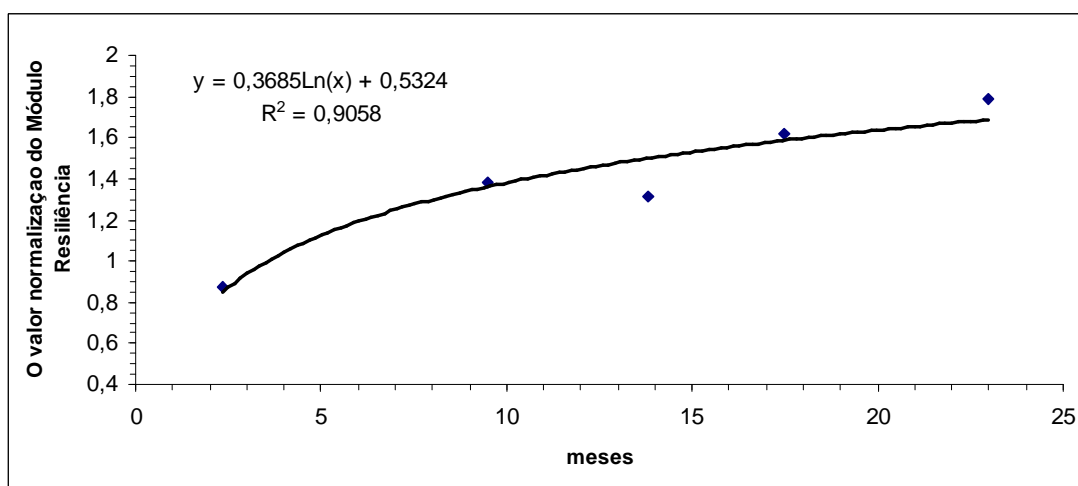


Figura 4.5: Resultados normalizados dos valores de MR das misturas asfálticas feita com ligante asfáltico irradiado a 50 kGy e envelhecidas nas condições climáticas.

Na Tabela 4.4 são apresentados os resultados do ensaio de MR do projeto de envelhecimento do programa de engenharia civil da COPPE/UFRJ que utilizou uma mistura asfáltica com o mesmo ligante REPAR, com teor de ligante de projeto 4,6% e de volume de vazios 4,0%. Na figura 4.6 são apresentados os valores do ensaio de MR contido na tabela 4.4 e os valores foram normalizados pelo valor de MR médio inicial (LEITE *et al.* 2010).

Tabela 4.4: Resultados MR do projeto de envelhecimento CPs do PEC expostos às condições climáticas na cidade universitária da UFRJ – Rio de Janeiro.

CP (1)	CP (2)	CP (3)	CP (4)	CP (5)	Média (MPa)	Incerteza (MPa)	Tempo em meses
6234	6691	6734	6418	6839	6583	125	0
7783	7578	8006	-	-	7789	151	17 dias*
4730	8097	4537	-	-	8097	1416	5
9715	9741	10867	-	-	10108	465	8
9603	9988	9578	-	-	9723	163	16
11107	11378	11244	-	-	11243	96	20
12752	13723	13729	-	-	13401	398	25

(*) Representa o tempo em dias.

O procedimento como calcular as incertezas estão descrito no anexo 3

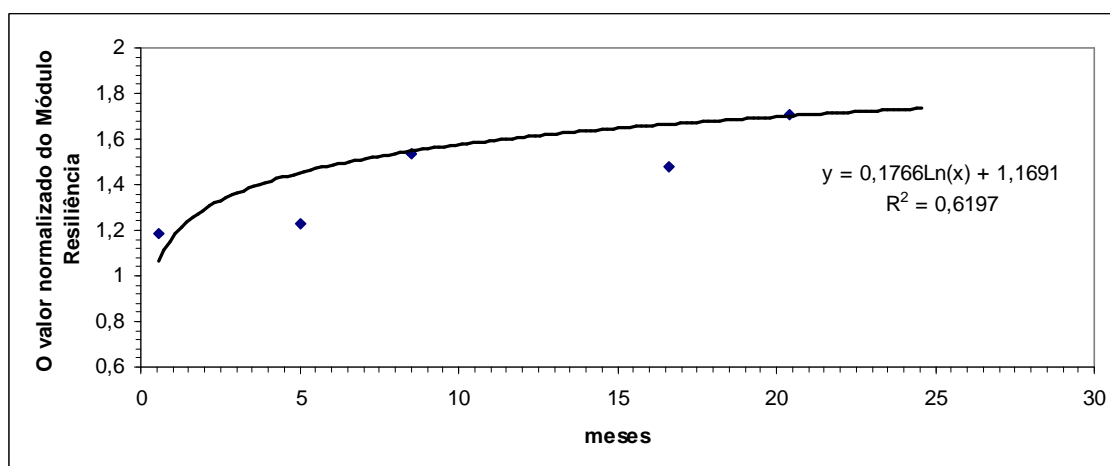


Figura 4.6: Resultados de MR de CPs de mistura asfáltica com ligante REPAR (projeto de envelhecimento CPs do PEC) expostos as condições climáticas (LEITE *et al.* 2010).

Comparando os resultados de MR de corpos de prova desta pesquisa e da pesquisa de LEITE *et al.* (2010) submetidos às intempéries na mesma cidade, apresentados nas figuras 4.5 e 4.6, verifica-se um comportamento similar e também observado no envelhecimento em campo (veja as figuras 4.2.(b) a 4.2.(e)). Ou seja, observou-se que o processo de irradiação gama (dose de 50kGy) do ligante asfáltico (REPAR) antes da confecção da mistura asfáltica não altera a tendência do seu comportamento que é o

aumento no valor do módulo resiliência que indica o envelhecimento da mistura devido ao avanço do tempo em combinação com as intempéries.

Dos elementos que compõem as misturas asfálticas, é o ligante asfáltico, que exerce a função de ser o agente aglutinante da matriz de agregados, que tem maior probabilidade de ser afetado pela irradiação (devido à sua composição ser de carbono e hidrogênio) do que os agregados minerais, conforme apresentado na pesquisa de VODÁK *et al* (2005). Devido a este fato procurou-se conduzir a pesquisa nas modificações reológicas ocorridas nos ligantes asfálticos irradiados, que seriam os materiais responsáveis pelas possíveis alterações nas propriedades mecânicas observadas em misturas asfálticas.

4.2 Ligantes Asfálticos

Nestes tópicos são apresentados e discutidos os resultados referentes aos ligantes asfálticos (CAP 50-70) provenientes da refinaria da Petrobras LUBNOR e REPAR que foram os mesmos ligantes estudados na pesquisa com a mistura asfáltica.

4.2.1. Ligante Asfáltico (LUBNOR)

4.2.1.1. Ensaio De Penetração

A figura 4.7 apresenta os resultados obtidos no ensaio de penetração usando o ligante LUBNOR irradiados com doses que variaram no intervalo de 0,1 a 300 kGy. Os resultados do ensaio de penetração de cada amostra não irradiada foram utilizados como padrão (amostra de controle). Para análise dos dados obtidos foi usado o procedimento de normalização que consiste em dividir o valor da medida obtida do ensaio de penetração de cada amostra irradiada pelo valor medido da amostra não irradiada (padrão).

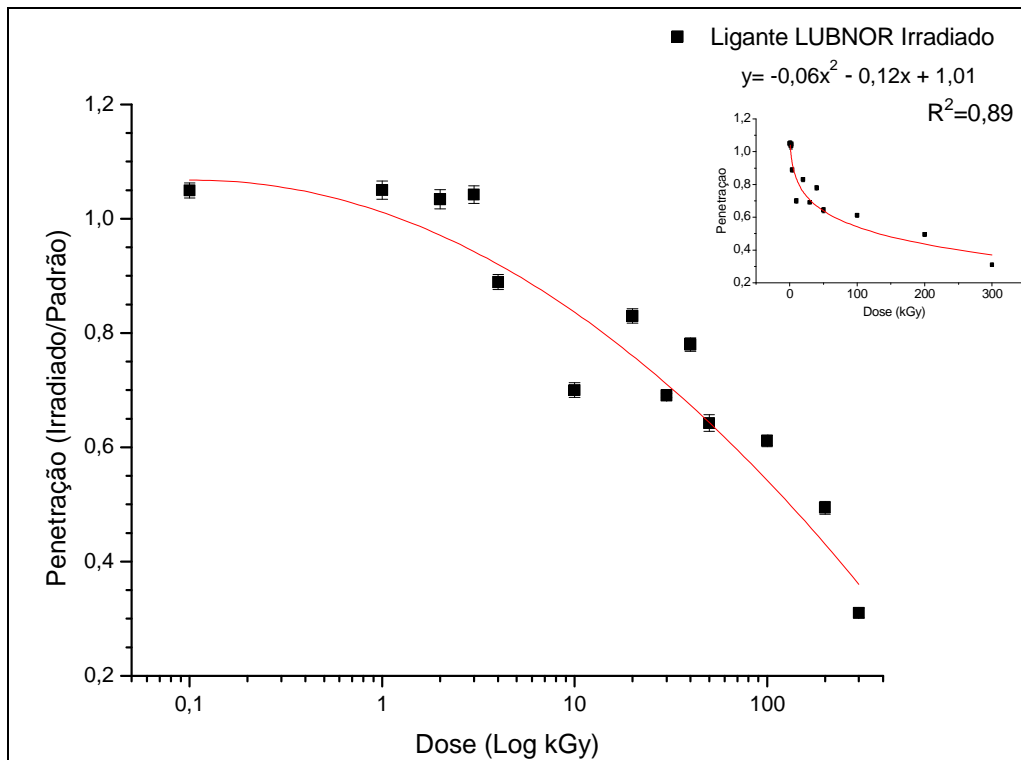


Figura 4.7: A curva normalizada da penetração do LUBNOR irradiado desta pesquisa. A figura inserida no canto superior a direita apresenta os mesmos resultados de penetração mudando somente a escala (linear) da dose.

Baseado nos resultados obtidos no ensaio de penetração (figura 4.7), observa-se uma relação entre a diminuição do valor medido do ensaio de penetração com o aumento da dose aplicada, ou seja, quanto maior a dose menor será o valor de penetração. Este comportamento demonstra que o processo de irradiação gama afeta as propriedades físicas (dureza) do ligante asfáltico, aumentando a rigidez do ligante em concordância com os resultados observados nas misturas asfálticas, no que diz respeito ao processo de envelhecimento. E esse comportamento foi observado no estudo do ligante no trabalho de MOHAMMED *et al.* (2008) que verificou o aumento da rigidez dos ligantes asfálticos aquecidos (envelhecidos) nas temperaturas de 150, 163 e 175°C, com os tempos de 5, 10, 15, 20 e 30 horas no forno quente indicando um processo de envelhecimento no ligante.

Segundo BERNAT (1994) e WALCZAK (2000) o oxigênio provoca o endurecimento (aumento na consistência) da superfície da amostra de betume (ligante asfáltico) irradiado (MOUAZEN *et al.* 2013).

A figura 4.8 apresenta conjuntamente os resultados obtidos nos ensaios de penetração do ligante LUBNOR irradiado e irradiada-aquecida na estufa por 2 horas a 148°C (temperatura de usinagem) para cada amostra irradiada. Os resultados são apresentados normalizados para a amostra padrão, o procedimento de normalização consiste em dividir o valor medido do ligante irradiado ou/e ligante aquecido de cada amostra pelo valor da amostra padrão (não irradiada e não aquecida) referente à amostra estudada.

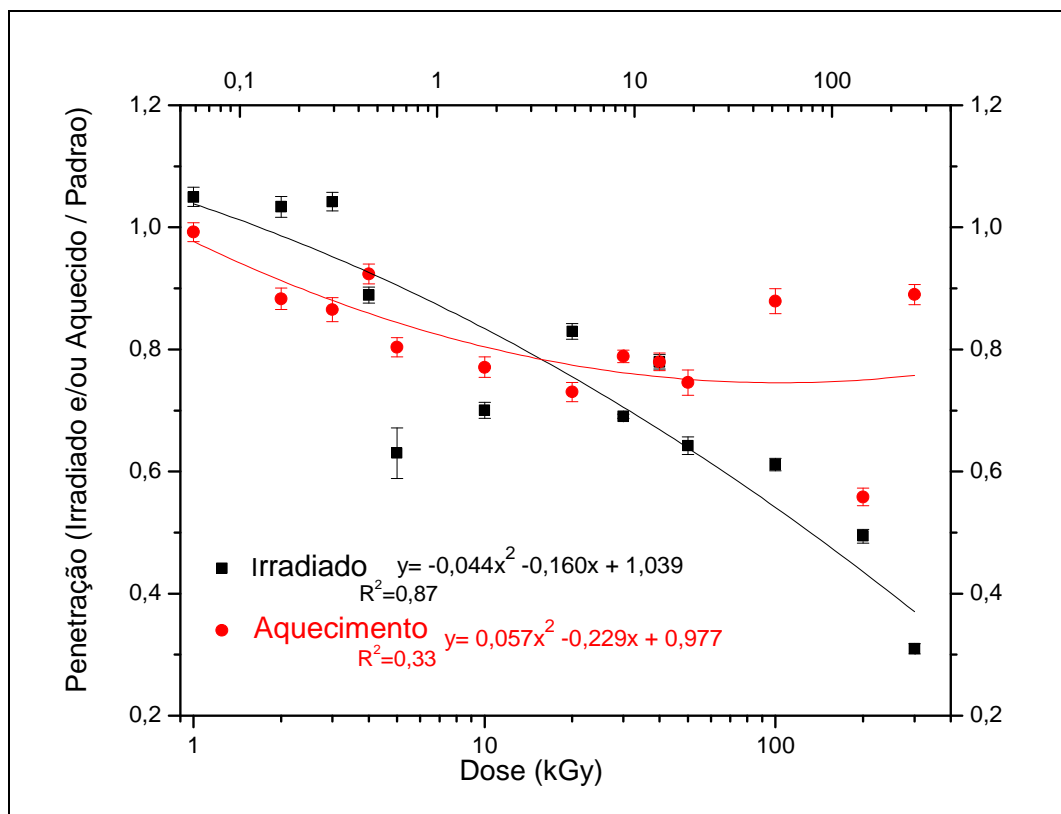


Figura 4.8: Comparação das curvas de penetração do LUBNOR irradiado e aquecido com várias doses, normalizado pela amostra padrão deste estudo.

Analisando os resultados obtidos do ensaio de penetração que são apresentados na figura 4.8, observa-se que após o processo de aquecimento do ligante LUBNOR houve uma recuperação parcial da rigidez, porém não foi possível estabelecer uma correlação entre as doses aplicadas e a recuperação observada apresentada para o ligante da LUBNOR devido ao processo de aquecimento. Entretanto, nota-se que o procedimento de irradiar e posteriormente aquecer a amostra na temperatura de 148 °C por duas horas afetam os efeitos causados pela irradiação gama na consistência do ligante LUBNOR.

A figura 4.9 mostra o ligante LUBNOR nas cápsulas utilizadas para o ensaio de penetração antes e depois de ser irradiada com a dose de 50 kGy.

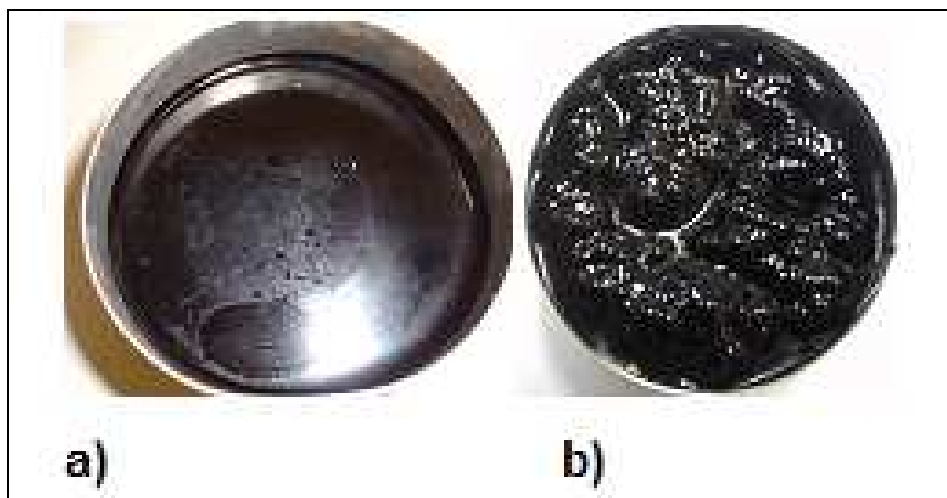


Figura 4.9: O ligante LUBNOR antes e depois de ser irradiado com a dose de 50 kGy nesta pesquisa: a) Antes de ser irradiado b) Depois de ser Irradiado.

Observando a figura 4.9, nota-se a formação de gases a partir da dose de 50 kGy. Nas pesquisas de CATALDO *et al.* (2004), PETTERSSON *et al.* (2001) e MOUAZEN *et al.* (2011), SHELL (1995) relatam que o procedimento de irradiação gama provoca radiólise no ligante e os gases formados no processo da irradiação gama consistem principalmente de hidrogênio, mas também, pode ter algum monóxido de carbono, dióxido de carbono e hidrocarbonetos mais leves. Entretanto, a taxa (H_2/CO) de formação dos gases e a composição dos gases dependem de fatores tais como a dose aplicada, a taxa de dose, os gases da atmosfera e o tipo do ligante, entre outros.

Na figura 4.10 mostra a pesquisa de MOUAZEN *et al.* (2013) que verificou em estudos anteriores (MOUAZEN *et al.* 2011) o mecanismo de formação de bolha (inchaço) no ligante asfáltico francês de faixa de penetração 70/100 utilizando a técnica de tomografia de raios X para interpretar os valores de bolhas (inchaços) obtidos sobre diferentes condições de irradiação (taxa de dose (5000 e 400 Gy/h) e dose (1 a 7 MGy))

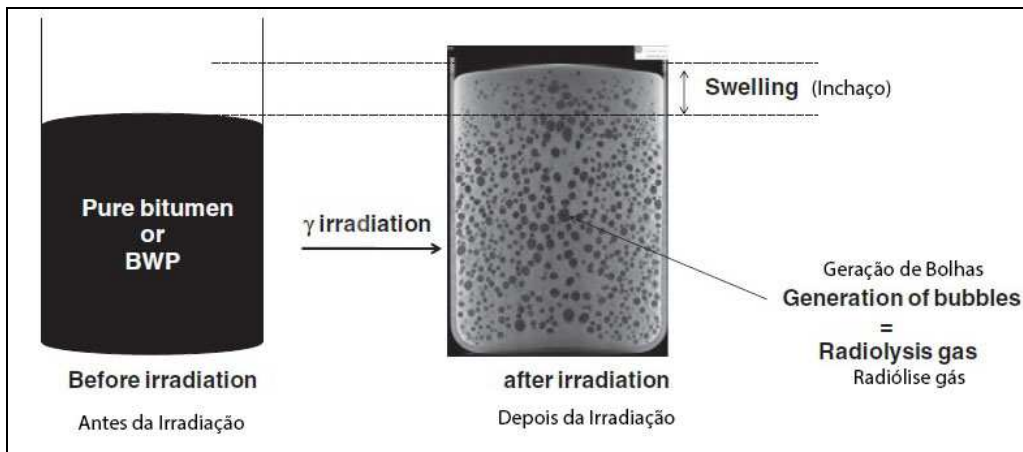


Figura 4.10: Inchaço e geração de bolhas em betume sob irradiação γ observada pela tomografia de raios X (total dose = 1MGy, taxa de dose = 400 Gy/h e T = 25°C) (MOUAZEN *et al.* 2013).

Nos estudos realizados nesta etapa da tese o ligante da LUBNOR foi irradiado com várias doses (0,1; 1; 2; 3; 4; 5; 10; 20; 30; 40; 50; 100; 200; 300kGy), porém só foi observado a formação de gases com as doses acima de 50kGy. Desta forma, optou-se por utilizar a amostra irradiada a 50kGy para os ensaios SARA e especificação *SUPERPAVE* incluindo o MSCR para verificar possíveis modificações reológicas e química do ligante LUBNOR.

4.2.1.2. Ensaio de Viscosidade

A figura 4.11 apresenta os resultados obtidos no ensaio de viscosidade Brookfield realizados no laboratório de geotecnia PEC/COPPE usando o ligante LUBNOR irradiado com as doses de 0,5 a 300 kGy, sendo os resultados apresentados normalizados. O procedimento de normalização consiste em dividir o valor obtido da viscosidade de cada amostra irradiada (0,5 a 300kGy) pelo seu valor de viscosidade obtida da amostra padrão, nas suas respectivas temperaturas.

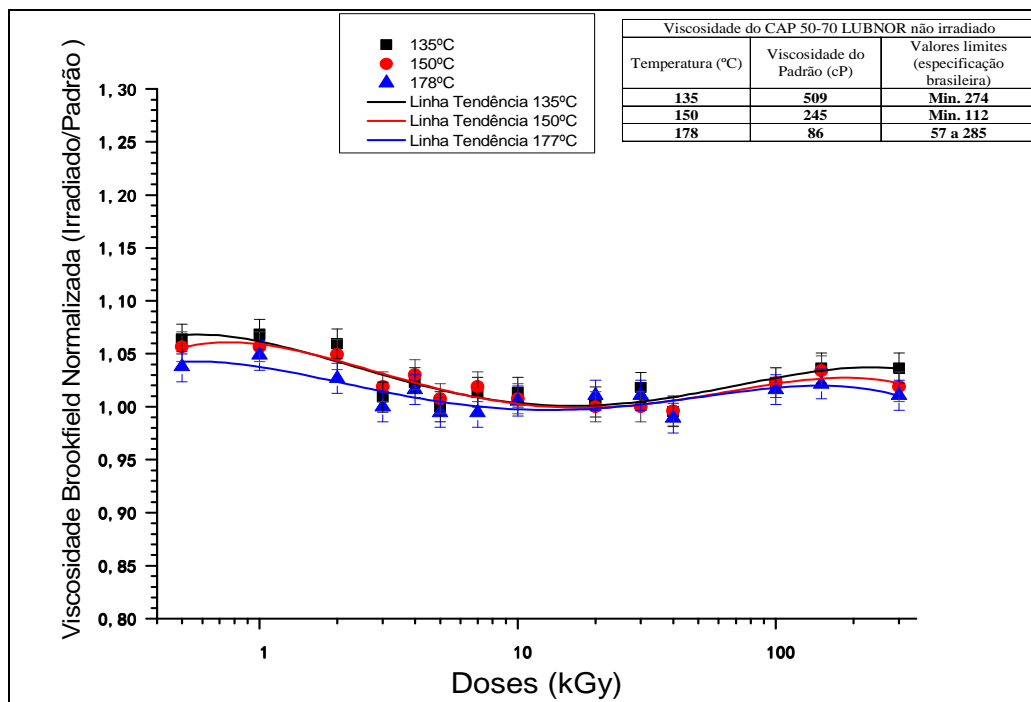


Figura 4.11: Os resultados do ensaio de viscosidade Brookfield do ligante LUBNOR irradiado com várias doses nesta pesquisa.

Analisando a figura 4.11 que apresenta os resultados obtidos do ensaio de viscosidade Brookfield para ligante LUBNOR irradiado, observa-se o mesmo comportamento para as três temperaturas estudadas neste ensaio de viscosidade. A variação máxima percentual verificada na viscosidade do ligante LUBNOR devido a dose foi de $\approx 6\%$ na temperatura de 135°C , $\approx 5\%$ na temperatura de 150°C e de $\approx 4\%$ na temperatura de 178°C . Comparando estes resultados com os referentes aos limites especificados pela norma brasileira sobre viscosidade Brookfield nota-se que estes limites foram respeitados, ou seja, a trabalhabilidade do ligante asfáltico foi mantida.

A pesquisa de MASTROFINI *et al.* (2000) avaliou as propriedades reológicas de três betumes (ligantes asfálticos) de origem da Venezuela e Oriente Médio, antes e depois do envelhecimento a curto prazo (RTFOT). Os resultados de viscosidades foram obtidos através do reômetro (DSR) que observou a variação da viscosidade do betume virgem e envelhecido superior a 119%.

Segundo TONIAL (2001), à medida que o ligante vai envelhecendo, há um aumento da consistência que pode ser verificada através de métodos tradicionais como ponto de amolecimento, penetração e viscosidade, visto que, à medida que o ligante vai envelhecendo, o ponto de amolecimento e a viscosidade, aumentam, enquanto que a

penetração diminui. E, se tiver temperaturas elevadas e grandes superfícies específicas, como ocorre na usinagem, manuseio e espalhamento antes da compactação, o envelhecimento é acelerado, podendo ser a viscosidade original do CAP multiplicada por duas a quatro vezes em um intervalo de tempo inferior a duas horas.

Sendo assim, os valores percentuais da viscosidade obtidos nesta pesquisa estão abaixo dos valores percentuais mínimos observados nos trabalhos de MASTROFINI *et al.* (2000) e TONIAL (2001) que estudaram e descreveram o comportamento viscoso do ligante asfáltico no processo de envelhecimento.

A tabela 4.5 mostra os resultados obtidos por MOUAZEN *et al.* (2013) que estudou a irradiação gama de betumes nas doses de 1 a 7MGy e reportou que o processo de irradiação induz modificações reológicas no betume (ligante asfáltico), tal como aumento de viscosidade. Os valores medidos pelo reômetro (DSR) correspondem à viscosidade newtoniana nas temperaturas de 50 e 70°C.

Tabela 4.5: Resultados de viscosidade a 50 e 70°C para amostra irradiada com as doses de 0 a 7MGy (MOUAZEN *et al.* 2013).

Dose (MGy)	Viscosidade a 50°C (Pa.s)	Viscosidade a 70°C (Pa.s)
0	940	56
0,94	1100	60
1,85	1350	69
2,86	1750	86
4,08	2850	114
4,74	3075	128
6,23	4760	200
7,19	5760	250

Baseado nos resultados de viscosidade da tabela 4.5 que são referentes à pesquisa de MOUAZEN *et al.* (2013) para um ligante asfáltico (betume) irradiado, observa-se uma variação percentual na razão (amostra irradiada e não irradiada) no máximo de $\approx 512\%$ para a dose aplicada de 7MGy e variação percentual mínima de $\approx 17\%$ com a dose de 1MGy, na temperatura de 50°C. Já nos resultados dos ensaios feitos na temperatura de 70°C foi observada uma variação percentual máxima de $\approx 346\%$ na razão da amostra irradiada e não irradiada para a dose de 7MGy e variação percentual mínima de $\approx 7\%$

com a dose de 1MGy. Verifica-se uma relação entre o aumento da viscosidade com a dose aplicada e uma diminuição da variação percentual com aumento da temperatura. Portanto, os resultados de MOUAZEN *et al.* (2013) mostram que a viscosidade aumenta devido o aumento da dose aplicada e quanto maior a temperatura menor será a variação percentual entre o valores de viscosidade do betume irradiado e não irradiado indicando que os efeitos da irradiação gama podem ser amenizados pelo aquecimento da amostra.

Pode-se observar que o ensaio de viscosidade Brookfield a altas temperaturas fornece poucas informações sobre mudanças que ocorrem no ligante asfáltico irradiado quando comparados com o não irradiado, pois as variações máximas percentuais encontradas nesta pesquisa estão na ordem de 6, 5 e 4 % para as temperaturas estudadas (135, 150, 178°C). Estes valores estão abaixo dos valores encontrado por (MOUAZEN *et al.* 2013) que estão na ordem de 512% e 316% para as temperaturas de 50 e 70° C estudadas para a dose de 7MGy. Entretanto, para a dose de 1MGy (na temperatura de 70°C), observa-se que a variação percentual da viscosidade encontrado por (MOUAZEN *et al.* 2013) é de (7%) que concorda com os resultados obtidos nesta pesquisa (\approx 6%). Então, nota-se que a temperatura interfere nos efeitos causados no processo de irradiação.

Ressalte-se, porém, que as doses estudadas na presente pesquisa (até 300kGy) é baixa, comparada com as doses de MOUAZEN *et.al.* (2013) que foi de até 7MGy e as temperaturas desta pesquisa (135, 150, 178°C) são temperaturas altas comparadas com as temperaturas de MOUAZEN *et.al.* (2013) (50 e 70°C). Quando se comparam os resultados de viscosidade desta pesquisa com os esperados pelo processo de envelhecimento na usina e no campo dado na figura 2.13, também se conclui que os resultados de viscosidade não indicam um processo de envelhecimento do ligante devido ao processo de irradiação gama, ou estes foram “desfeitos” pelo aumento da temperatura durante o ensaio, após a irradiação.

4.2.1.3. Ensaio SARA (Saturado, Aromático, Resina e Asfalteno)

A figura 4.12 apresenta os resultados obtidos no CENPES/Petrobras referentes ao ensaio SARA realizado em duas amostras do ligante LUBNOR, uma (1) irradiada a 50kGy e a outra não irradiada (amostra padrão ou amostra virgem).

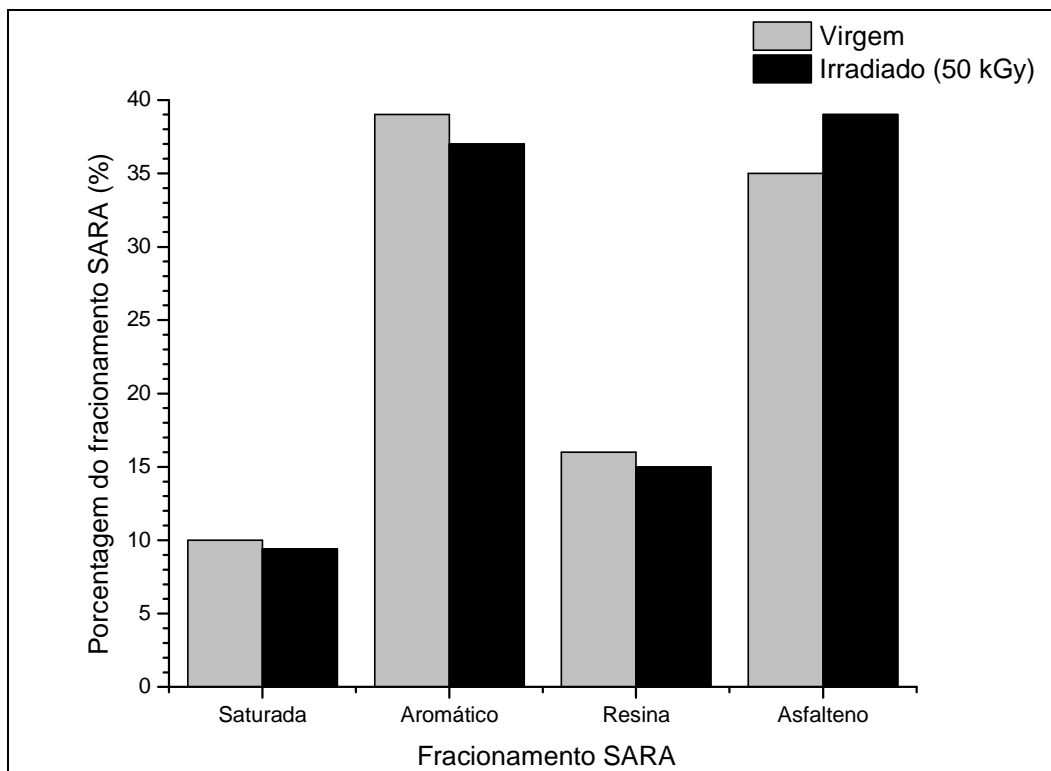


Figura 4.12: O resultado obtido pelo CENPES para o ensaio SARA do LUBNOR irradiado e não irradiado desta pesquisa (Fonte: CENPES/Petrobras).

Baseado nos resultados obtidos no ensaio SARA que são apresentados na figura 4.12, observa-se uma queda de 2% no aromático e 1% na resina, uma variação insignificante (0,06%) na porcentagem do saturado e um aumento de 4% no asfalteno do LUBNOR irradiado a 50 kGy em relação a amostra não irradiada (amostra padrão). O aumento da concentração do asfalteno é característica observada no processo de envelhecimento do ligante asfáltico de forma geral.

A densidade ($^{\circ}$ API) do petróleo cru determina a sua faixa de destilação e está associada à sua natureza química: uma carga rica em hidrocarbonetos parafínicos terá uma densidade mais baixa do que um rico em hidrocarbonetos naftênicos. (QUELHAS *et al.* 2012). Os petróleos pesados possuem densidades ($^{\circ}$ API) baixas enquanto que petróleos leves possuem densidade ($^{\circ}$ API) alta. Na figura 4.13 apresenta classificação dos petróleos em relação a sua densidade ($^{\circ}$ API). O ligante asfáltico proveniente da refinaria da Petrobras LUBNOR é oriundo de um petróleo com $^{\circ}$ API baixo (aproximadamente 12 (CORRÊA, 2009)), sendo assim, a sua classificação é asfáltica, resultando assim, um ligante asfáltico com menos processos (destilação e outros).

Densidade (°API)	Classificação
API \geq 40	Extraleve
40 > API \geq 33	Leve
33 > API \geq 27	Médio
27 > API \geq 19	Pesado
19 > API \geq 15	Extrapesado
API < 15	Asfáltico

Figura 4.13: Classificação de petróleos segundo a densidade (FARAH, 2012)

4.2.1.3. Microscopia de Força Atômica (AFM)

As figuras 4.14, 4.16 e 4.17 apresentam as imagens de contraste de fase e de topografia adquirida pela técnica de microscopia de força atômica (AFM) para o ligante LUBNOR não irradiado, irradiado com a dose de 16 kGy e o envelhecido em laboratório pelo método RTFOT, respectivamente. Optou-se pela dose de 16kGy para realizar o estudo da morfologia do ligante irradiado através da técnica de AFM devido aos resultados do ensaio de viscosidade Brookfield (figura 4.11) que apresenta uma variação mínima na viscosidade do ligante irradiado para o não irradiado na dose de 16kGy.

Na figura 4.15 apresenta-se a imagem de topografia e contraste de fase adquirida pela técnica de AFM do CAP 50/70 da pesquisa de REBELO *et al.* (2014).

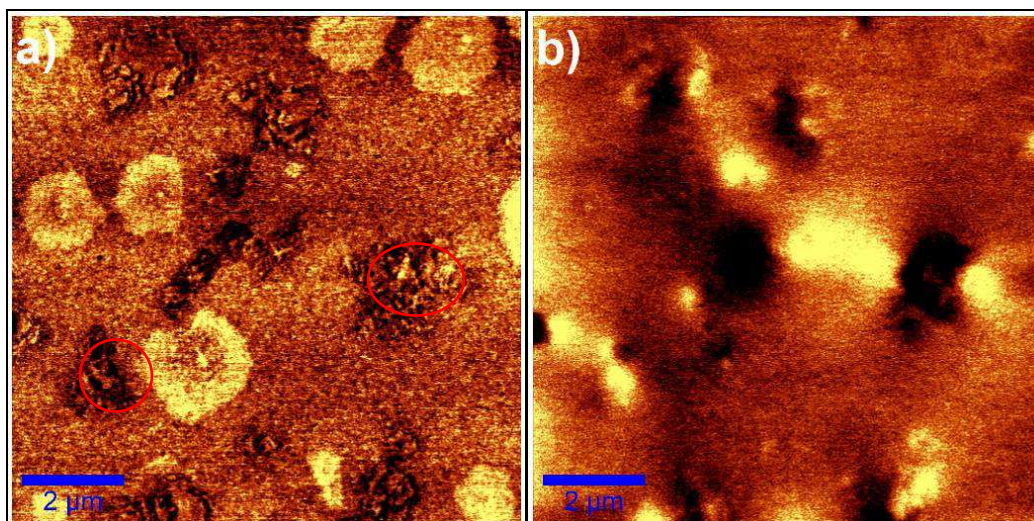


Figura 4.14: Imagem de contraste de fase à esquerda (a) e a topografia à direita (b) feita pelo AFM do ligante LUBNOR não irradiado desta pesquisa. A escala da imagem de fase é 9.834° a 14.13°

Analisando a imagem obtida pela microscopia de força atômica que é apresentada na figura 4.14, pode-se observar apenas na imagem de contraste de fase estruturas com domínios de asfaltenos (micelas) em um meio de hidrocarbonetos (maltenos). Não foi observada a presença de estruturas conhecidas na literatura como *bee* (abelha) que estão associadas aos asfaltenos, como relatadas nas análises dos trabalhos de MASSON *et. al* (2006), MORAES *et. al* (2010), PIZZORNO (2010) e PIZZORNO (2014).

As micelas de asfaltenos – resinas cumprem um importante papel na estabilidade do CAP (SPIECKER *et al.*, 2003).

O controle da estabilidade se dá pelo primeiro parâmetro que é a relação dos compostos aromáticos e saturados e o segundo é a relação entre as resinas e os asfaltenos. Quando estas relações diminuem, as micelas de asfaltenos coalescerão, formando agregados maiores (OYEKUNLE, 2006 e PIZZORNO, 2014).

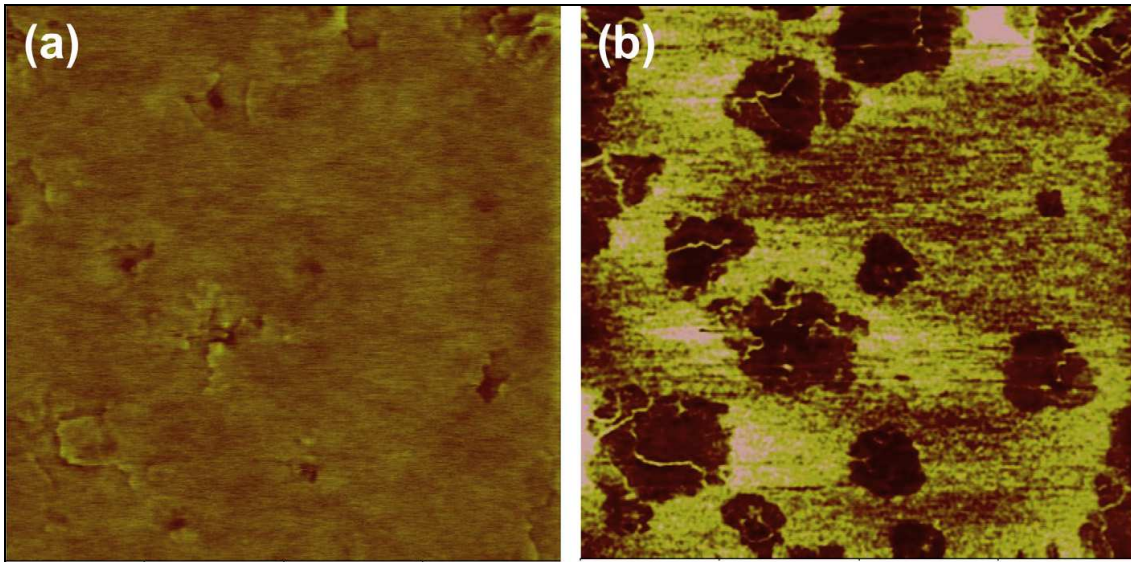


Figura 4.15: A imagem de topografia a esquerda (a) e de contraste de fase a direita (b) ($10\mu\text{m} \times 10\mu\text{m}$) do CAP 50/70. A escala da imagem de topografia é 20nm e da imagem de fase é 10° (REBELO *et al.* 2014).

A pesquisa de REBELO *et al.* (2014) utilizou também uma amostra de CAP 50/70 de origem da refinaria da Petrobras LUBNOR. Esta pesquisa teve como objetivo de investigar a micro-morfologia e a micro-reologia do ligante asfáltico antes e depois do envelhecimento (RTFOT e PAV) utilizando a técnica de AFM. Morfologicamente, verificou-se que os ligantes asfálticos são compostos principalmente de micelas de asfalto dispersos numa matriz hidrocarboneto que foram possíveis de ser observar apenas na imagem de contraste de fase. E, também não foi observada a presença de estruturas de abelhas (*bee*) nas amostras, porque a quantidade de cera no betume utilizado neste trabalho é insignificante (MASSON *et al.* 2006 e REBELO *et al.* 2014). As imagens de contraste de fase concordaram com o modelo coloidal de YEN em que o asfalto pode ser estruturado em qualquer estruturas de sol ou gel (LESUEUR, 2009; REBELO *et al.*, 2014 e YEN, 1991).

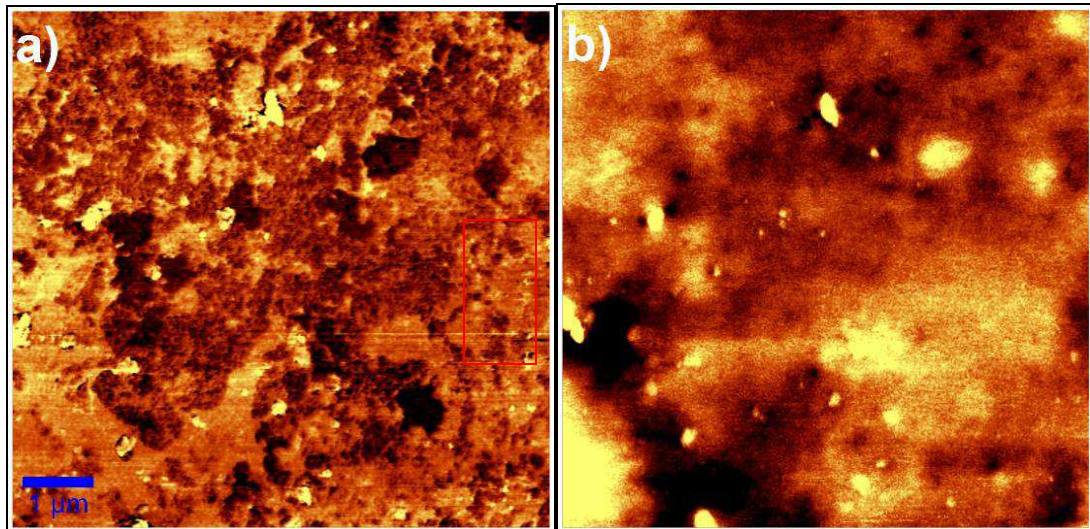


Figura 4.16: A imagem ($1\mu\text{m} \times 1\mu\text{m}$) de contraste de fase à esquerda (a) e a topografia à direita (b) feita pelo AFM do ligante LUBNOR irradiado desta pesquisa. A escala da imagem da imagem de fase é $-7,456^\circ$ a $8,396^\circ$

A imagem obtida pela microscopia de força atômica do ligante irradiado é apresentada na figura 4.16, e observa-se somente pela imagem de contraste de fase uma estrutura morfológica totalmente diferente da amostra padrão (figura 4.14), ou seja, não se observa mais o sistema coloidal. A imagem de contraste de fase do ligante asfáltico irradiado indica uma formação de estruturas interligadas que podem ser os asfaltenos.

Segundo MOUAZEN *et al.* (2013) o processo de irradiação gama provoca mudanças na estrutura do betume (ligante asfáltico). Identificaram que a irradiação gama provoca a aromatização do ligante asfáltico em conjunto com a produção de H_2 . Em decorrência dessa aromatização do ligante asfáltico a massa de hidrocarbonetos aromáticos, resinas e asfaltenos são aumentadas e a massa do saturado diminui, resultando assim, em uma estrutura mais compacta e densa. A compacidade da estrutura resulta em um maior grau de reticulação e uma temperatura de transição vítrea mais elevada. Enfim, pode-se verificar uma relação entre a dose aplicada no ligante asfáltico com suas propriedades químicas, ou seja, quanto maior a dose aplicada, maior será a aromatização do ligante gerando uma estrutura mais compacta e o aumento da temperatura de transição vítrea. Deve-se lembrar que as doses estudo citado são muito maiores do que as utilizadas na presente pesquisa.

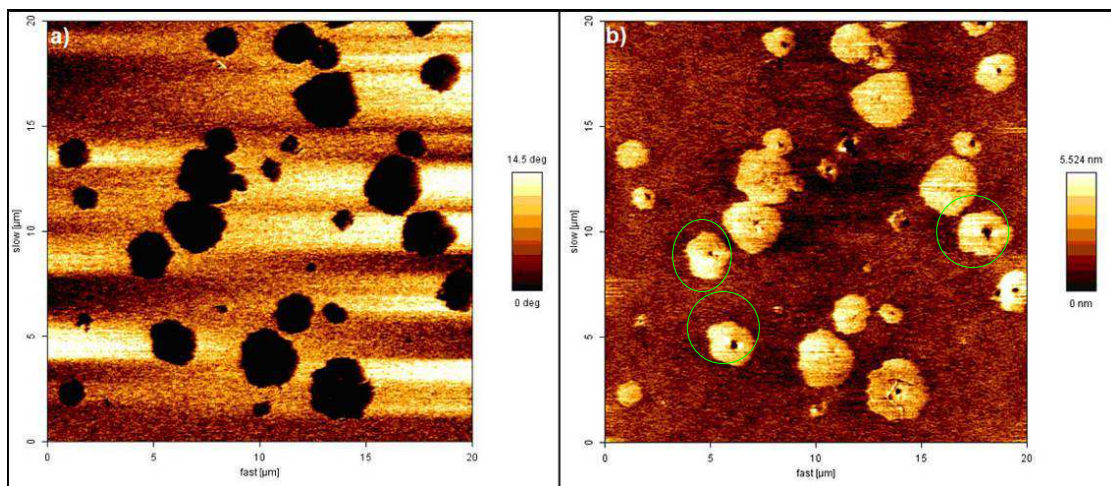


Figura 4.17: A imagem de contraste de fase (esquerda (a)) e a topografia (direita (b)) feita pelo AFM do ligante LUBNOR envelhecido pelo RTFOT desta pesquisa.

Analisando as imagens obtidas pela microscopia de força atômica do ligante asfáltico envelhecido pelo método RTFOT que é apresentado na figura 4.17, observa-se, na imagem de contraste de fase, estrutura de domínios de asfaltenos (micelas) em um meio de hidrocarbonetos (maltenos). Não se observa a presença de estruturas de abelhas (*bee*) na imagem da amostra. Porém, na imagem de topografia observa-se a reconstrução do *bee*, sendo assim, foi possível notar o rearranjo estrutural da relação entre resinas e asfaltenos permitindo o estabelecimento do início da estrutura micelar proposto no modelo de micelas de YEN (veja a figura 2.4).

Os trabalhos de MOARES *et al* (2010), REBELO *et al* (2014) e ZHANH *et al* (2012) analisaram os ligantes asfálticos envelhecidos por diferentes métodos (TFOT, RTFOT, PAV, radiação - UV e aquecendo em várias temperaturas) utilizando a técnica de AFM. Observaram que na análise morfológica das imagens de ligantes tratados (aquecidos e envelhecimentos) há uma modificação de modo que morfologia da amostra é dependente da temperatura e do seu histórico térmico (procedimento de aquecimento). Quanto ao processo de envelhecimento a morfologia dos ligantes envelhecimento apresenta modificações no tamanho das micelas e na dispersão em sua matriz de hidrocarbonetos

Desta forma, observando que as imagens de contraste de fase e a topografia (figuras 4.14, 4.16 e 4.17) obtida pela técnica microscopia força atômica para os ligantes não irradiado, irradiado e envelhecido da presente pesquisa, pode-se observar que a morfologia do ligante irradiado apresenta estruturas diferentes do que foi notado no

ligante envelhecido a curto prazo (RTFOT), do ligante padrão (não irradiado). Sendo assim, não foi possível relacionar a morfologia observada do ligante irradiado com autores da literatura (padrão e envelhecido).

4.2.1.4. Especificações Superpave e Brasileira para as Amostras dos Ligantes Asfálticos desta Pesquisa

A figura 4.18 apresenta os valores dos resultados obtidos no CENPES/Petrobras no 2º semestre de 2011 que são referentes aos ensaios reológicos que fazem parte da especificação da *SUPERPAVE* (norma PG M320, tabela 3), incluindo o ensaio MSCR (norma MP 19-10, no anexo 2), e os ensaios da especificação brasileira vigente para cimento asfáltico de petróleo (CAP). Foram utilizadas duas (2) amostras do ligante LUBNOR. Uma das amostras foi irradiada com 50 kGy (chamada de amostra bombardeada) e a outra amostra não sofreu nenhuma irradiação (chamada de típico).

Ensaio	Unidade	Limites		2011-012898-20				CAP 50/70 LUBNOR típico			
				Amostra bombardeada				(1386/06)			
				1386_BOMB				1386_VG			
Amostra Original											
		min	máx								
Penetração @ 15°C	1/10 mm	-	-								19
Penetração @ 25°C	1/10 mm	50	70								51
Penetração @ 35°C	1/10 mm	-	-								131
Ponto de Amolecimento	°C	46	-				53,5				52,2
IST	-	-1,5	0,7				-0,31				-0,61
Viscosidade Dinâmica 60°C	P	-	-				?				4720
Viscosidade Brookfield 60°C	cP	-	-				-				-
Viscosidade Brookfield 135°C	cP	274	-				570				525
Viscosidade Brookfield 150°C	cP	112	-				?				250
Viscosidade Brookfield 177°C	cP	57	285				?				-
Dutilidade	cm	60	-				>100				-
Cisalhamento Dinâmico Deformação Permanente				T (°C)	G' (kPa)	δ (°)	G''/senδ (kPa)	T (°C)	G' (kPa)	δ (°)	G''/senδ (kPa)
				64	2,49	84,2	2,5	64	2,7	83,8	2,71
				70	1,17	86	1,17	70	1,23	85,7	1,24
				76	0,565	87,5	0,566	76	0,598	87	0,599
Trugrade	°C	-	-				71,34				-
RTFOT a 163°C, 85 min											
Varição de massa	%massa	-	0,5				-0,0572				-
Penetração @ 25°C	1/10 mm	-	-				39				36
Penetração Retida	%	55	-				76,5				70,6
Ponto de Amolecimento	°C	-	-				57,5				57,2
Aumento do Ponto de Amolecimento	°C	-	8				4,0				5,0
Dutilidade após RTFOT	cm	20	-				>100				-
Cisalhamento Dinâmico Deformação Permanente				T (°C)	G' (kPa)	δ (°)	G''/senδ (kPa)	T (°C)	G' (kPa)	δ (°)	G''/senδ (kPa)
				64	5,32	79,7	5,41	64	7,52	79	5,83
				70	2,53	82,2	2,56	70	2,55	81,6	2,58
				76	1,22	84,4	1,23	76	1,21	83,7	1,22
Trugrade	°C	-	-				71,26				-
MSCR @ 64°C											
				100 Pa	3200 Pa	Dif. %		100 Pa	3200 Pa	Dif. %	
%Rec	%			10,5	3,7	65,2		8	3	68	
Jnr	kPa-1			1,475	1,698	6,8		1,827	2,188	19,7	
MSCR @ 70°C											
				100 Pa	3200 Pa	Dif. %		100 Pa	3200 Pa	Dif. %	
%Rec	%			6	1,1	81,4		7	1	90	
Jnr	kPa-1			3,464	4,063	14,7		4,192	5,048	20	
PAV, 100°C, 20 h											
Cisalhamento Dinâmico Fadiga				T (°C)	G' (kPa)	δ (°)	G''/senδ (kPa)	T (°C)	G' (kPa)	δ (°)	G''/senδ (kPa)
				28				25	3500	46,6	2544
				25	3,59	47,1	2,63	22	5301	44,5	3718
				22	5,45	44,8	3,84	19	7939	42,3	5345
Trugrade	°C						19,87				-
BBR											
				T (°C)	S (MPa)	m		T (°C)	S (MPa)	m	
S – Módulo de Rigidez	MPa	-	300	-12	125	0,343		-12	155	0,341	
m – coef. relaxação	-	0,3	-	-	-	-		-	-	-	
PG	-	-	-				70-22 (22)				70-22 (22)
PG M320 table 3	-	-	-								

Para um Jnrdiff menor que 75%:
 Jnr₃₂₀₀ < 4,0 kPa⁻¹ = Tipo S – Standard
 Jnr₃₂₀₀ < 2,0 kPa⁻¹ = Tipo H – Heavy
 Jnr₃₂₀₀ < 1,0 kPa⁻¹ = Tipo V – Very Heavy

Tipo S – Standard: tráfego padrão < 10 milhões ESAL (N° de cargas Equivalentes por Eixo no Padrão Americano)
 Tipo H – Heavy: tráfego pesado 10 a 30 milhões ESAL
 Tipo V – Very Heavy: tráfego muito pesado > 30 milhões ESAL

Figura 4.18: Os valores dos resultados obtidos pelo CENPES para os ensaios reológicos que estão na especificação brasileira e na SUPERPAVE, incluindo o MSCR.

Baseado nos resultados obtidos dos ensaios relacionados à especificação brasileira (figura 4.19), pode-se observar que o índice de suscetibilidade térmica (IST = - 0,31) da

amostra irradiada apresenta uma variação de 96,8% na sua sensibilidade para lado positivo em relação a amostra não irradiada ($IST = -0,61$), ou seja, a amostra irradiada indica um ligante mais oxidado (pouco sensível a elevadas temperaturas e quebradiços em temperaturas baixas). A viscosidade Brookfield da amostra irradiada teve aumento de 8,6%, que é um aumento pouco expressivo para indicar um processo de envelhecimento (oxidação) do ligante. Mesmo com essas variações pode-se observar que resultados permanecem dentro do limite estabelecido pela especificação brasileira

Ensaio	Unidade	Limites		2011-012898-20	CAP 50/70 LUBNOR típico
				Amostra bombardeada	(1386/06)
				1386_BOMB	1386_VG
Amostra Original		min	máx		
Penetração @ 15°C	1/10 mm	-	-	-	19
Penetração @ 25°C	1/10 mm	50	70	-	51
Penetração @ 35°C	1/10 mm	-	-	-	131
Ponto de Amolecimento	°C	46	-	53,5	52,2
IST	-	-1,5	0,7	-0,31	-0,61
Viscosidade Dinâmica 60°C	P	-	-	?	4720
Viscosidade Brookfield 60°C	cP	-	-	-	-
Viscosidade Brookfield 135°C	cP	274	-	570	525

Figura 4.19: Ampliação dos resultados das figuras 4.18.

Quanto à classificação *SURPERPAVE* (PG-*performance grade*) da amostra irradiada não teve alteração na sua classe (PG 70-22). Porém, os valores do ensaio de MSCR apresentaram o grau quente inferior da *superpave* e, também uma diferença entre a amostra padrão (típica) e a amostra irradiada (bombardeada), indicando alterações nas propriedades (J_{nr} e R) após a irradiação. Dessa forma, a amostra padrão (típica) que era adequada para tráfego padrão (PG-64S-22) passou a ser depois da irradiação adequada para tráfego pesado (PG 64H-22) (figura 4.20). Uma vez que o valor de J_{nr} está relacionado à suscetibilidade do ligante asfáltico à deformação permanente, então, pode-se dizer que a amostra irradiada é menos suscetível à deformação permanente.

MSCR @ 64°C			100 Pa	3200 Pa	Dif. %	100 Pa	3200 Pa	Dif. %		
%Rec	%		10,5	3,7	65,2	8	3	68		
Jnr	kPa-1		1,475	1,698	6,8	1,827	2,188	19,7		
MSCR @ 70°C			100 Pa	3200 Pa	Dif. %	100 Pa	3200 Pa	Dif. %		
%Rec	%		6	1,1	81,4	7	1	90		
Jnr	kPa-1		3,464	4,063	14,7	4,192	5,048	20		
PAV, 100°C, 20 h										
Cisalhamento Dinâmico Fadiga	-	-	T (°C)	G* (kPa)	δ (°)	G*senδ (kPa)	T (°C)	G* (kPa)	δ (°)	G*senδ (kPa)
			28				25	3500	46,6	2544
			25	3,59	47,1	2,63	22	5301	44,5	3718
			22	5,45	44,8	3,84	19	7939	42,3	5345
			19	8,19	42,5	5,54	-	-	-	-
Trugrade	°C		19,87				-			
BBR			T (°C)	S (MPa)	m	T (°C)	S (MPa)	m		
S – Módulo de Rigidez	MPa	-	300	-12	125	0,343	-12	155	0,341	
m – coef. relaxação		0,3	-	-	-	-	-	-		
PG	-	-	-	70-22 (22)			70-22 (22)			
PG M320 table 3	-	-	-							

Para um Jnr_{diff} menor que 75%:
 Jnr₃₂₀₀ < 4,0 kPa⁻¹ = Tipo S – Standard
 Jnr₃₂₀₀ < 2,0 kPa⁻¹ = Tipo H – Heavy
 Jnr₃₂₀₀ < 1,0 kPa⁻¹ = Tipo V – Very Heavy

Tipo S – Standard; tráfego padrão < 10 milhões ESAL (N° de cargas Equivalentes por Eixo no Padrão Americano)
 Tipo H – Heavy; tráfego pesado 10 a 30 milhões ESAL
 Tipo V – Very Heavy; tráfego muito pesado > 30 milhões ESAL

Figura 4.20: Ampliação dos resultados das figuras 4.18.

A figura 4.21 apresenta os resultados obtidos do ensaio de ponto de amolecimento do ligante LUBNOR irradiados com as doses de 0 a 300 kGy.

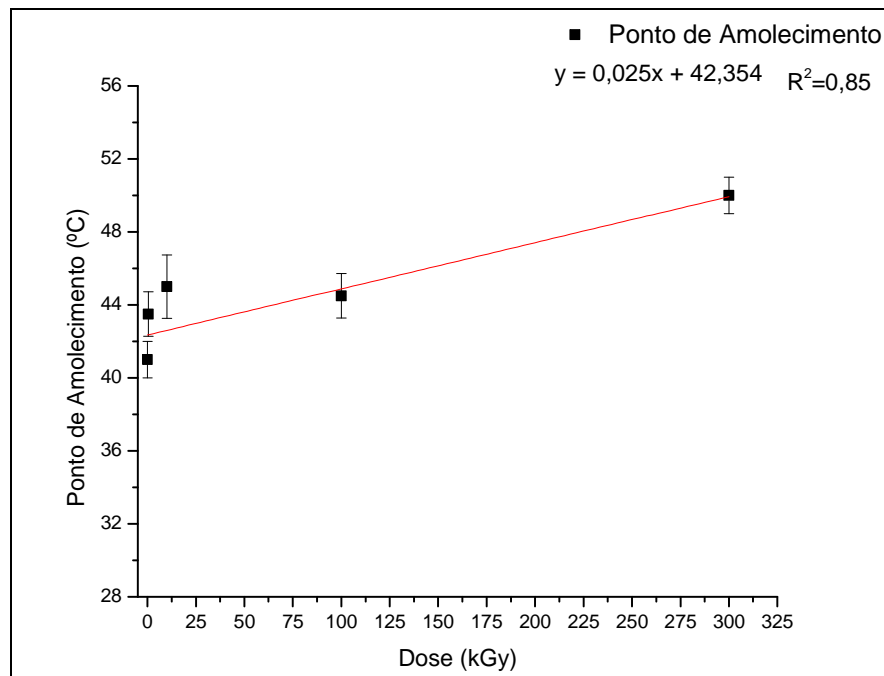


Figura 4.21: Variação do ponto de amolecimento do ligante LUBNOR em função da dose de irradiação.

Analisando os resultados obtidos no ensaio de ponto de amolecimento que são apresentados na figura 4.21, nota-se uma relação entre o aumento do ponto de amolecimento com a dose aplicada, sendo assim, quanto maior a dose aplicada maior será o valor do ponto de amolecimento. Este aumento do ponto de amolecimento concorda com os resultados obtidos no ensaio de penetração, pois o processo de irradiação gama provocou também a diminuição da penetração. Tais alterações físicas (aumento do ponto de amolecimento e a diminuição da penetração) são observadas no processo de envelhecimento do ligante asfáltico e também concordam com os resultados apresentados no trabalho de MOHAMMED et al. (2008) que mostrou o aumento no ponto de amolecimento dos ligantes asfálticos com avanço do tempo (5, 10, 15, 25 e 30 horas) em diferentes temperaturas (150, 163 e 175°C).

4.2.2 Ligante Asfáltico (REPAR)

4.2.2.1. Ensaio de Penetração

A figura 4.22 mostra os resultados obtidos no ensaio de penetração utilizando o ligante REPAR irradiado com as doses de 1 a 300 kGy, onde os resultados do ensaio de penetração de cada amostra não irradiada foi utilizada como padrão (amostra de controle). Para análise dos dados obtidos foi usado o procedimento de normalização que consiste em dividir o valor da medida obtida do ensaio de penetração de cada amostra irradiada pelo valor medido da amostra padrão.

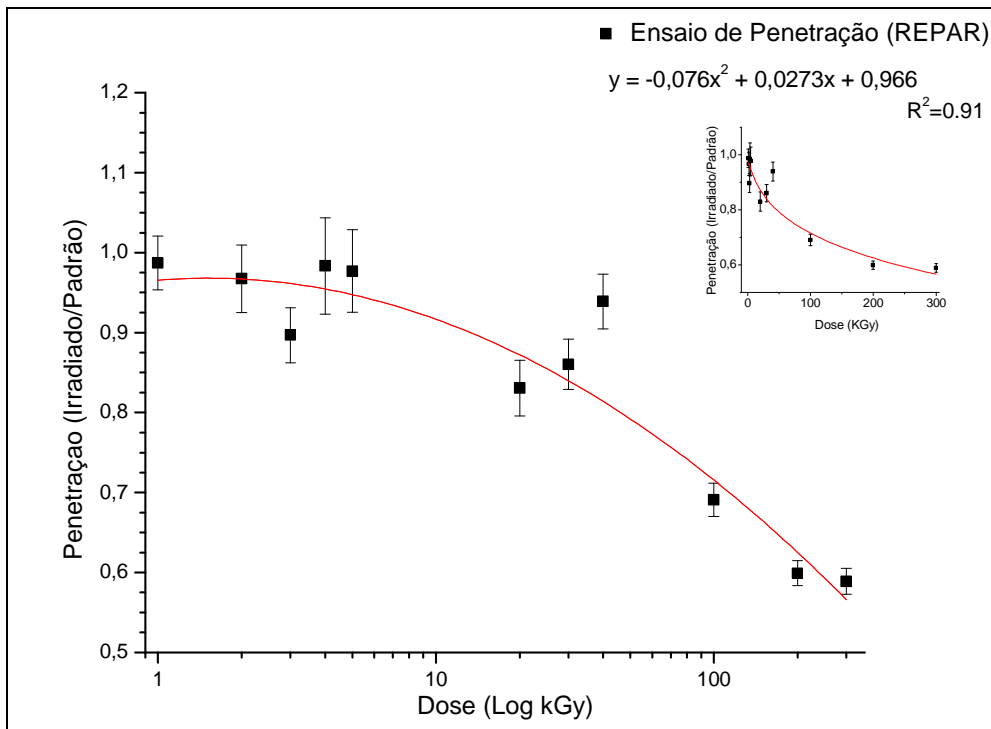


Figura 4.22: A curva normalizada do ensaio de penetração do ligante REPAR irradiado com várias doses nesta pesquisa. A figura inserida no canto superior a direita apresenta os mesmos resultados de penetração mudando somente a escala (linear) da dose.

Baseado nos resultados do ensaio de penetração (figura 4.22) observa-se uma relação entre a diminuição do valor medido do ensaio de penetração com o aumento da dose aplicada, ou seja, quanto maior a dose menor será o valor de penetração. Este comportamento demonstra que o processo de irradiação gama afeta as propriedades físicas (dureza) do ligante REPAR, sendo assim, aumentando a rigidez do ligante e está de acordo com os resultados apresentados no tópico 4.1 (mistura asfáltica) referentes aos ensaios realizados nas misturas asfálticas. Esse comportamento é semelhante ao observado no processo de envelhecimento de ligante asfáltico conforme mostrado em MOHAMMED *et al.* (2008) e também semelhante ao observados nos resultados de penetração do ligante LUBNOR.

Na figura 4.23 são mostrados os resultados obtidos nos ensaios de penetração das amostras ligante REPAR irradiada e irradiada-aquecida na estufa por 2 horas a 139 °C (temperatura de usinagem) para as várias doses estudadas como intuito de verificar a influencia do aquecimento pós-irradiação. Para análise dos dados foi utilizado o procedimento de normalização que consiste em dividir o valor medido do ligante

irradiado ou/e ligante irradiado e aquecido pelo valor da amostra padrão (amostra de controle).

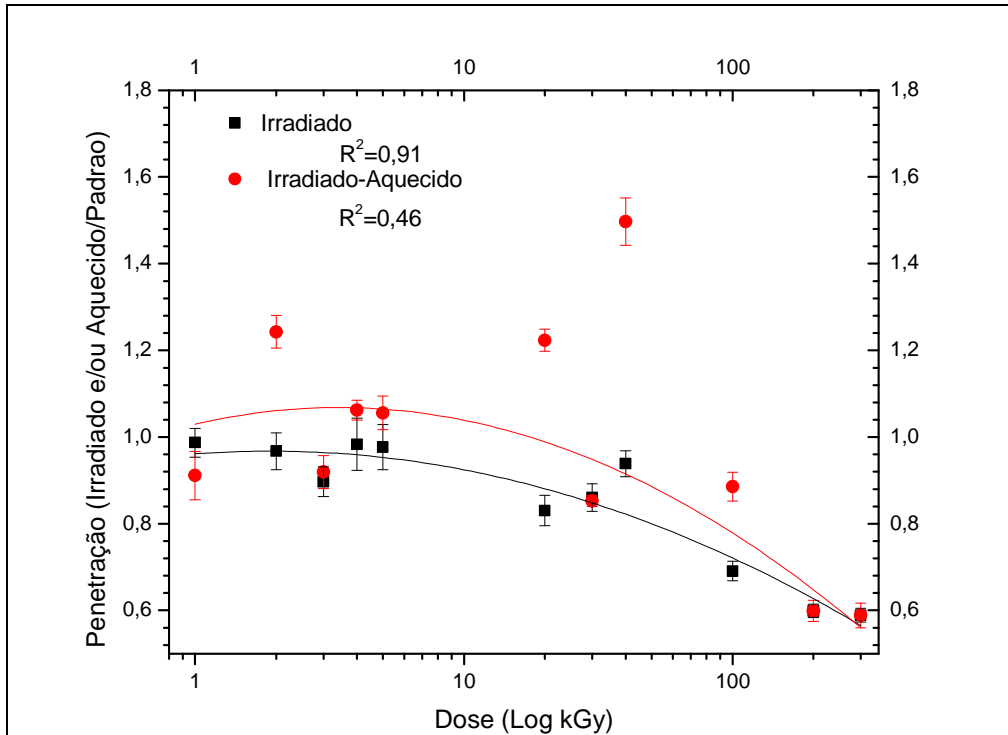


Figura 4.23: A comparação das curvas da razão da penetração do ligante REPAR irradiado e aquecido com várias doses com não irradiado nesta pesquisa.

Analisando os resultados obtidos do ensaio de penetração (figura 4.23), observa-se que após o aquecimento do ligante REPAR irradiado houve uma recuperação parcial da rigidez, mas não foi possível estabelecer um comportamento entre as doses aplicadas e a recuperação observada para o ligante irradiado e aquecido. Contudo, nota-se que o procedimento de irradiar e posteriormente aquecer a amostra na temperatura de 139 °C por duas horas afeta os efeitos causados pela irradiação gama no ligante REPAR. Este mesmo comportamento também foi verificado para o ligante LUBNOR.

A figura 4.24 mostra a imagem do ligante REPAR nas cápsulas utilizadas para o ensaio de penetração antes e depois de ser irradiado com a dose de 100 kGy

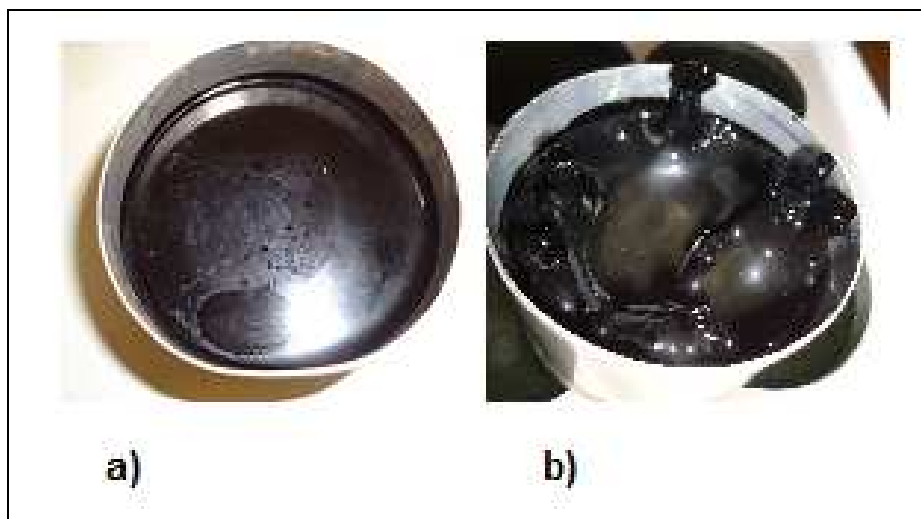


Figura 4.24: O ligante REPAR antes e depois de ser irradiado com a dose de 100 kGy desta pesquisa: a) Antes de ser irradiado b) Depois de ser Irradiado.

Observando a figura 4.24, nota-se a formação de gases com a dose de 100 kGy. As pesquisas de SHELL (1995), CATALDO *et. al.* (2004) e PETTERSSON *et. al.* (2001) relataram que a irradiação gama provoca a formação de gases. Foi verificado que existe um valor de dose inicial para observar a formação de gases e são diferentes para cada ligante (LUBNOR e REPAR). Conforme as pesquisas de BELTRAME *et. al.* (2010) e PAMPLONA (2013) os ligantes asfálticos podem ter a mesma classificação brasileira e propriedades reológicas similares, porém com composição percentual de cada elemento químico (Saturado, Aromático, Resina e Asfalto) diferente, conforme visto no ensaio SARA. Este mesmo comportamento também foi observado para o ligante da LUBNOR para a dose 50kGy. A diferença percentual da composição química do ligante asfáltico (SARA) pode ser um dos fatores que influenciam na dose que irá causar a formação dos gases em cada ligante.

Foi irradiado o ligante REPAR com várias doses (1; 2; 3; 4; 5; 10; 20; 30; 40; 50; 100; 200; 300kGy), entretanto, somente foi possível observar a formação de gases (fig 4.24) com as doses acima de 100kGy. Sendo assim, esse parâmetro foi utilizado inicialmente (escolha da dose) para irradiar o ligante a fim de realizar os ensaios: SARA, Curva Mestre e a viscosidade Brookfield para verificar possíveis modificações reológicas e química do CAP 50-70.

4.2.2.2. Ensaio de Viscosidade

A figura 4.25 apresenta os resultados do ensaio de viscosidade Brookfield do ligante REPAR nas temperaturas 135, 150, 165 e 170 °C . Duas (2) amostras (1 não irradiada e 1 irradiada com dose de 100kGy) foram aquecidas gradualmente na ordem crescente (135 a 170°C) e duas (2) amostras (1 não irradiada e 1 irradiada com dose de 100kGy) para analisar a influencia da metodologia (crescente ou decrescente) de aquecimento no ensaio de viscosidade Brookfield.

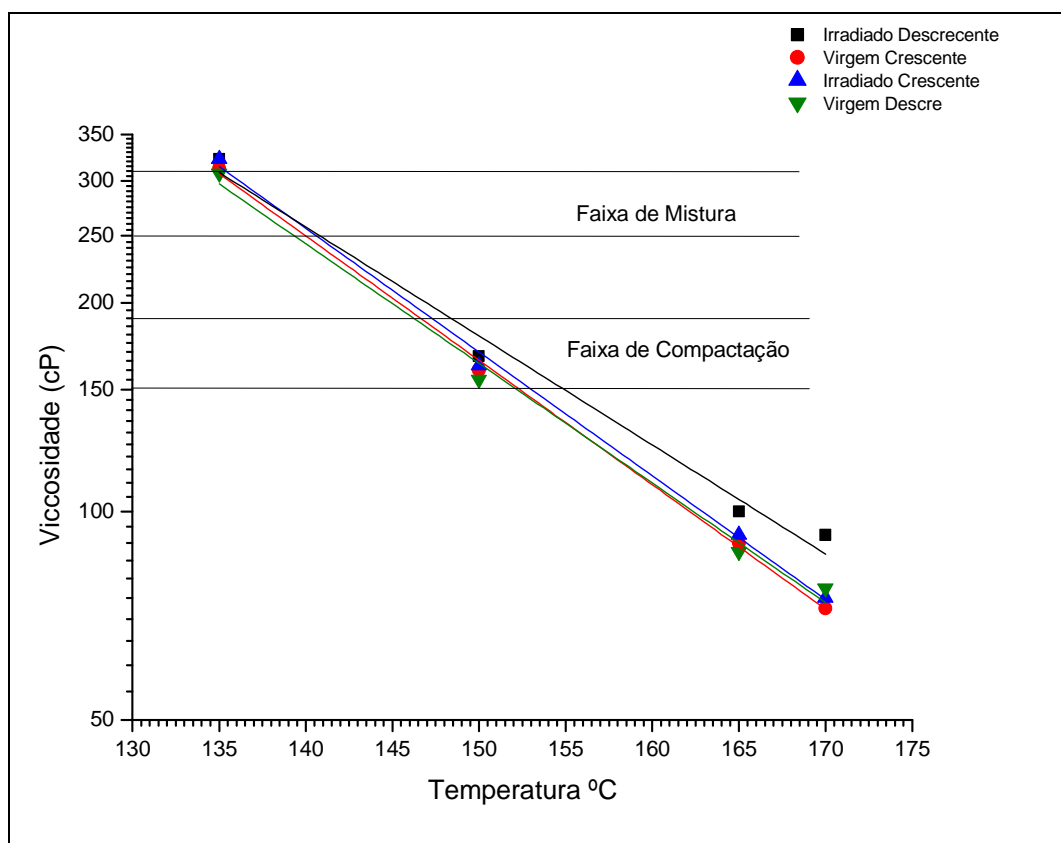


Figura 4.25: A viscosidade do ligante REPAR irradiado e não irradiado, variando o gradiente da temperatura desta pesquisa.

Analisando os resultados obtidos do ensaio de viscosidade Brookfield que são apresentados na figura 4.25, observa-se que a ordem do gradiente da temperatura não influenciou significativamente (variação aproximada de 2°C na faixa de mistura e compactação) no resultado dos valores de viscosidade. Os valores de viscosidades permanecem dentro da especificação brasileira, conseqüentemente, a trabalhabilidade do ligante REPAR irradiado com a dose de 100 kGy manteve-se parecido com o ligante

não irradiado independentemente da metodologia de execução de ensaio de viscosidade Brookfield.

4.2.2.3. Ensaio SARA (Saturado, Aromático, Resina e Asfalteno)

A figura 4.26 apresenta os resultados obtidos no ensaio SARA que utilizou duas amostras do CAP 50/70 REPAR sendo: uma irradiada a 100 kGy e a outra não irradiada (amostra padrão).

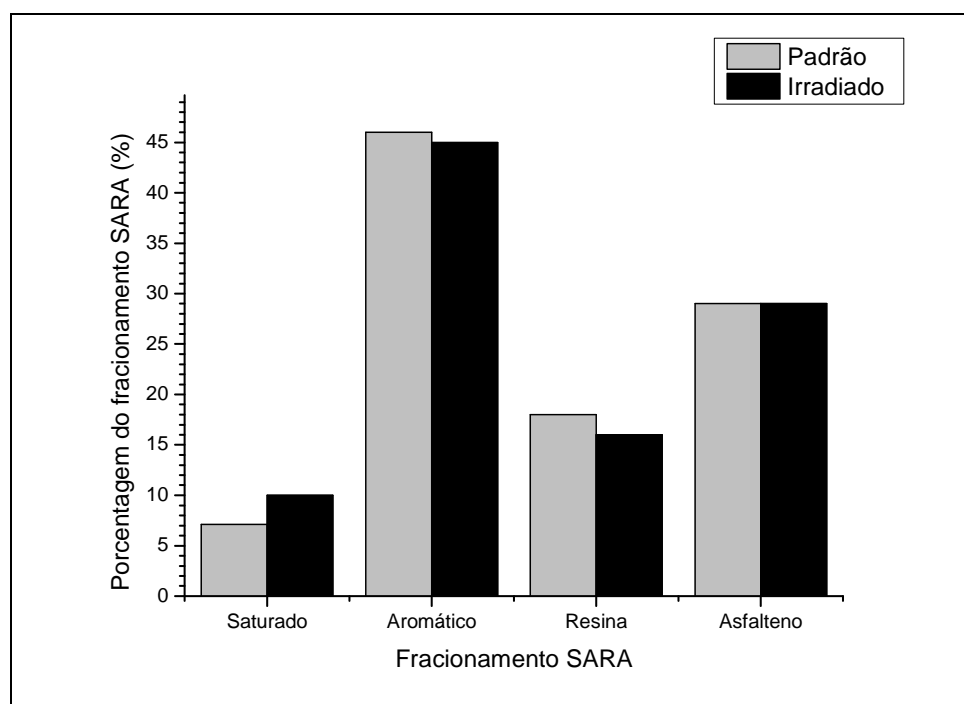


Figura 4.26: Resultado do ensaio SARA do ligante REPAR irradiado e não irradiado.

Analisando os resultados obtidos no ensaio SARA que são apresentados na figura 4.22, observa-se um aumento de 2,9% na concentração dos saturados, uma queda 1% nos aromáticos, uma queda de 2% nas resinas e uma constância na concentração de asfaltenos no ligante irradiado em comparação à amostra não irradiada. Portanto, o resultado do ensaio SARA indica um comportamento não esperado desta amostra se associado ao processo de envelhecimento do ligante asfáltico.

O ligante asfáltico proveniente da refinaria da Petrobras REPAR é oriundo de um petróleo com °API baixo (aproximadamente 23°API (CORRÊA, 2009)), sendo assim, a sua classificação é pesada (figura 4.13). Entretanto, o petróleo refinado na REPAR (23°API) tem o API mais alto do que na refinaria da LUBNOR (12°API).

Quando se compara este resultado com o obtido para o ligante LUBNOR, desta pesquisa, e com o resultado da pesquisa realizada por MOUAZEN *et al.* (2013) pode-se perceber que este não era o comportamento esperado devido ao processo de envelhecimento e nem ao processo de irradiação gama.

A pesquisa de MOUAZEN *et al.* (2013) analisou os efeitos nas propriedades químicas do ligante asfáltico (origem da Normandia, França) usado no encapsulamento de rejeitos nucleares (radiação gama). Foi observado através do ensaio SARA que os saturados diminuíram, os aromáticos e as resinas aumentaram e os asfaltenos permaneceram constantes à medida que a dose aplicada aumentava. A diminuição da porcentagem dos saturados é explicada pelo craqueamento e a formação de gases (hidrogênio e hidrocarbonetos leves) pela radiólise devido à interação entre a radiação gama e os alifáticos. A irradiação provoca a criação de “defeitos”, incluindo os insaturados (Dupla C=C e/ou tripla C≡C) ou a formação de anéis aromáticos. A presença de ligações insaturadas favorece a formação de um anel aromático. As porcentagens de aromáticos e resinas aumentaram pela redução no percentual de alifáticos. Portanto, a aromatização do ligante desta pesquisa citada ocorreu sob irradiação gama.

4.2.2.4. Curva Mestre

A figura 4.27 apresenta os resultados obtidos no CENPES/Petrobras referentes à curvas-mestre do ligante REPAR não irradiado (virgem) e o irradiado com a dose de 100kGy desta pesquisa.

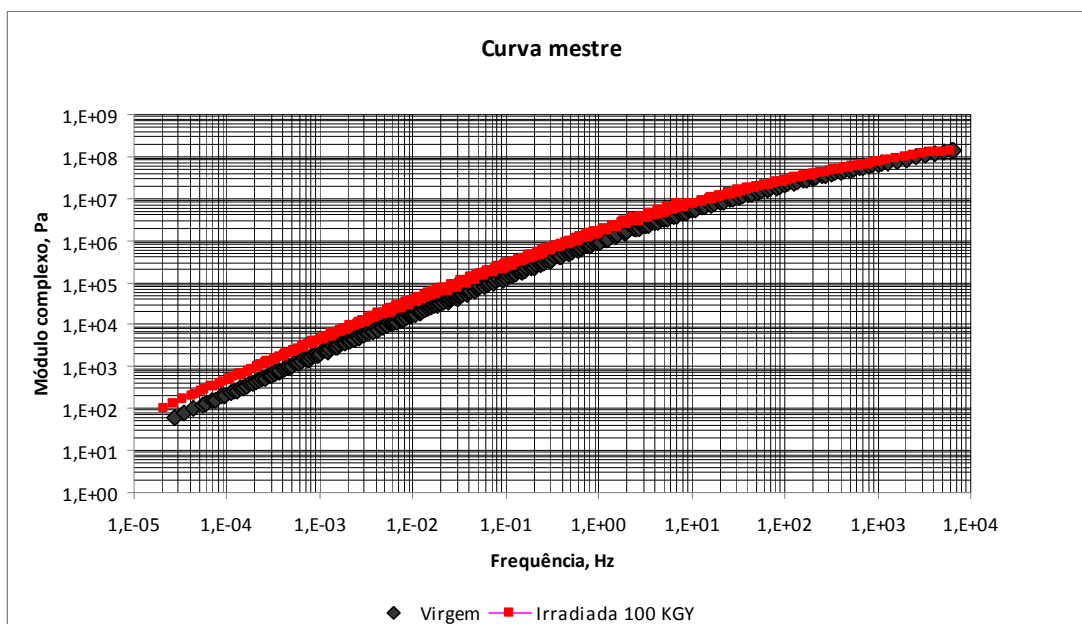


Figura 4.27: Curvas mestre, na temperatura de 25°C, para o REPAR, nas condições não irradiado e irradiado com a dose de 100kGy desta pesquisa (Fonte: CENPES/Petrobras).

Analisando as curvas-mestre do ligante asfáltico não irradiado e irradiado com a dose de 100kGy apresentado na figura 4.27, observa-se que o ligante irradiado está mais rígido do que não irradiado, ou seja, houve um aumento do módulo complexo do ligante irradiado de 66,3% no início da região da baixa frequência. Portanto, o ligante irradiado demonstra uma maior rigidez nas altas temperaturas indicando uma semelhança entre o processo de irradiação gama e o processo de envelhecimento com os resultados reportados nos trabalhos BANERJEE *et al*, 2012, BECHARA *et al*, 2008 e MASTROFINI *et al*, 2000 que associaram o aumento do módulo complexo na baixa frequência ao processo de envelhecimento do ligante asfáltico.

CAPÍTULO 5

5. Conclusões

Este trabalho de tese identificou mudanças nas propriedades reológicas, químicas e mecânicas nas amostras de ligante asfáltico e na mistura asfáltica devido ao processo de irradiação gama. As conclusões observadas pelas alterações das propriedades estudadas em virtude da irradiação são:

- Na avaliação das propriedades mecânicas (ensaios de módulo resiliência) das misturas asfálticas irradiadas e confeccionadas com o LUBNOR os resultados demonstraram uma relação entre o aumento do valor de MR com a dose aplicada indicando uma tendência de comportamento similar ao processo de envelhecimento observado em campo.
- Os resultados dos valores de MR da mistura asfáltica (REPAR) com o ligante asfáltico previamente irradiado a 50kGy (ligante irradiado antes da compactação da mistura asfáltica) e submetido às intempéries, apresentaram comportamento similar ao que era esperado no processo de envelhecimento apresentado em campo.
- Após analisar os resultados obtidos dos ensaios reológicos, físicos, químicos, morfológicos e mecânico (viscosidade, *superpave* e curva mestre, penetração e ponto de amolecimento, SARA, AFM e MR) pode-se concluir que houve mudanças em algumas propriedades (reológicas, física, química e mecânica) dos ligantes asfálticos e das misturas asfálticas devido ao processo de irradiação gama na faixa de dose de 1 a 300kGy e existe correlação entre os efeitos observados de algumas propriedades estudadas das amostras (ligante asfáltico e misturas asfáltica) com a dose aplicada.
- Através das imagens, obtidas pela técnica da microscopia força atômica, foi possível observar a alteração morfológica do ligante asfáltico provocado pelo processo de irradiação gama, onde a imagem do processo de irradiação mostrou-se diferente da imagem do processo de envelhecimento, apesar dos resultados que avaliam as propriedades físicas (penetração e ponto de

amolecimento) mostrarem que o comportamento do processo de irradiação é similar ao processo de envelhecimento.

- Os resultados dos ensaios de penetração e de ponto de amolecimento das amostras dos CAP 50-70 (LUBNOR e REPAR) apresentam uma correlação entre os valores obtidos dos ensaios com a dose aplicada. As alterações indicadas nos ensaios dos ligantes asfálticos indicam mudanças na consistência comparáveis as que são observadas no processo de envelhecimento do ligante por temperatura e oxidação.
- A viscosidade das amostras do CAP 50-70 (LUBNOR e REPAR) irradiadas (ensaio de viscosidade Brookfield) indicou não haver alterações significativas nas viscosidades do ligante irradiado nas 3 temperaturas estudadas. O ligante irradiado quando aquecido mantém sua trabalhabilidade.
- Os resultados de viscosidade e penetração (irradiada-aquecida) apontam que o aquecimento do CAP 50-70 na temperatura próxima de usinagem interfere nos efeitos causados pela irradiação gama.
- Os resultados dos ensaios da especificação *SUPERPAVE* demonstram que a classificação do PG (70-22) do ligante irradiado não sofreu alteração na sua classificação em relação ao ligante não irradiado, porém quando é observado o ensaio MSCR verifica-se que grau quente das amostras abaixaram e o ligante antes da irradiação era adequado para tráfego padrão (PG-64S-22) e, após a irradiação ficou adequado para tráfego pesado (PG 64H-22). Outras técnicas visam essa mudança na classificação do tráfego, por exemplo, adição de polímeros (EVA, SBS e asfalto-borracha). Então, a irradiação gama poderá ser uma alternativa no futuro na busca da melhoria do ligante asfáltico para pavimentação.
- O estudo das alterações da propriedade física (penetração) nos ligantes asfálticos devido à irradiação-aquecimento (RTFOT ou ESTUFA) demonstrou uma tendência à recuperação parcial das suas propriedades, porém não foi possível estabelecer uma relação (tendência de comportamento) entre a consistência do ligante após o processo de irradiação-aquecimento com a dose aplicada. Portanto, é necessário aprofundar os estudos do efeito do aquecimento sobre a irradiação gama

aplicada ao ligante asfáltico, visto que é indispensável o aquecimento do ligante para sua aplicação na pavimentação e representa também o motivo primordial no processo de envelhecimento do ligante devido às altas temperaturas (usinagem, transporte, aplicação) que são submetidos.

5.1. Sugestões para Estudos Futuros

Ao fim desse trabalho percebeu-se a necessidade de realizar estudos complementares para avaliar as propriedades reológicas, químicas e morfológicas nos ligantes irradiados nos seguintes tópicos da pesquisas:

- Estudar a influência do aquecimento do ligante após o processo de irradiação gama no ligante. Ciente que é indispensável o aquecimento do ligante para sua aplicação na pavimentação
- Estabelecer uma correlação entre o processo de irradiação com o processo de envelhecimento de misturas asfálticas observado em campo com a finalidade de verificar viabilidade do uso dessa técnica para simular, em laboratório, o processo de envelhecimento de campo.
- Aprofundar o estudo para verificar a viabilidade da implementação da técnica de irradiação gama em escala industrial visando à melhoria do ligante asfáltico.
- Estudar os efeitos (retardamento ou aceleração do envelhecimento) das misturas asfálticas com ligante previamente irradiado.
- Estudar os efeitos do processo de irradiação gama (agente reticulante (enxofre)) em ligantes asfálticos utilizando modificadores (SBS).
- Estudar outras faixas de dose de irradiação gama, por exemplo, com a dose de 16kGy a fim de verificar os mesmos efeitos observados com a dose de 50kGy (MSCR) com menor dose menor será o tempo de irradiação, melhorando a relação custo benefício.
- Estudar outras fontes de radiação (elétron ou nêutron), devido que o fator de qualidade da radiação é diferente para cada tipo de radiação.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AASHTO, **Guide for Design of Pavements Structures**. American Association of State Highway and Transportation Officials Washington, 2001.
- ALAM, M. T., CELINA, M., ASSINK, R. A., CLOUGH, R. L., GLILLEN, T. K., “¹⁷O NMR investigation of oxidative degradation in polymers under γ -irradiation” **Radiation Physics and Chemistry** v.60, pp. 121-127, 2001.
- ALENCAR, A., E., V., SOARES, S., DE A., SOARES, J., B., “Avaliação Química e Reológica do Envelhecimento de Liagante Asfáltico Modificado Por Eva e Fibra de Coco” *Congresso de Pesquisa e Ensino em Transporte- XXII ANPET*, Fortaleza, Ceara, BRA, 03-07 Novembro 2008.
- ALVES, A. L. S., NASCIMENTO, L. F. C., SUAREZ, J. C. M. “Comportamento Balístico de Compósito de Polietileno de Altíssimo Peso Molecular: Efeito da Radiação Gama” **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v.14, n.2, pp.105-111, 2004.
- ANDERSON, D. A., CHRISTENSEN, D. W., BAHIA, H. U. “Physical properties of asphalt cement and the development of performance-related specifications.”, **Journal of the Association of Asphalt Paving Technologists**, v. 60, pp. 437-456, 1991.
- ANDERSON, M. D'ANGELO, J., WALKER, D., “MSCR: a better tool for characterizing high-temperature performance properties”. **Asphalt – The magazine of the Asphalt Institute**, v. 25, n.2, pp. 15-23, 2010.
- AQUINO, K. A. S., SILVA, W. B., **Interação da Radiação Gama no Polietileno: Uma Contextualização no Ensino Médio**. In: Artigos da Feira Científica e Cultural da UFPE/CAP 2007, Recife, PE, 2007.
- ARAGÃO, R. M. L. “Propriedades do betume e da mistura betume-rejeito,” **In: Nuclebrás** , p. 39 , Belo Horizonte, 1980
- ARAÚJO M. F. A. S., 2007, *Efeito da Radiação Solar no Envelhecimento no Concreto Betuminoso Usinado a Quente*, Dissertação de M.Sc, UFOP, Belo Horizonte, Brasil.

AHN, H. –S., CHIZHIK, S. A., DUBRAVIN, A. M., KAZACHENKO, V. P., POPOV, V. V. “ Application of phase contrast imaging atomic force microscopy to tribofilms on DLC coatings” **WEAR**, v. 249, pp 617-625 2001.

ASPHALT INSTITUTE, **Implementation of the multiple stress creep recovery test and specification**. In: Asphalt Institute Technical Advisory Committee, Federal Highway Administration, Lexington, K.Y., 2010

ASTM C 127, **Standard Test Method for Density, Relative Density (Specific Gravity), and Absorption of Coarse Aggregate**. American Society for Testing and Materials. ASTM C 127, 2007.

ASTM C 128, **Standard Test Method for Density, Relative Density (Specific Gravity), and Absorption of Fine Aggregate**. American Society for Testing and Materials. ASTM C 128, 2007.

ASTM C 131, **Standard Test Method for Resistance to Degradation of Small Size Coarse Aggregate by Abrasion and Impact in the Los Angeles Machine**. American Society for Testing and Materials. ASTM C 131, 2006.

ASTM C 136-06, **Standard Test Method for Sieve Analysis of Fine and Coarse Aggregates**. American Society for Testing and Materials. ASTM C 136, 2006.

ASTM D 5, **Standard Test Method for Penetration of Bituminous Materials**. American Society for Testing and Materials. ASTM D 5, 1997.

ASTM D 1754, **Standard Test Method for Effect of Heat and Air on Asphaltic Materials (Thin-Film Oven Test)**. American Society for Testing and Materials ASTM, D 1754, 1997.

ASTM D 2041, **Standard Test Method for Theoretical Maximum Specific Gravity and Density of Bituminous Paving Mixtures**. American Society for Testing and Materials ASTM, D 2041, 2000.

ASTM D2726, **Standard Test Method for Bulk Specific Gravity and Density of Non-Absorptive Compacted Bituminous Mixtures**. American Society for Testing and Materials ASTM, D 2726, 2000.

ASTM. D 2041-03: **Standard Test Method for Theoretical Maximum Specific Gravity and Density of Bituminous Paving Mixtures**. American Society for Testing and Materials. ASTM D 2041, 2003

- ASTM. D 4123-82: **Standard Test Method for Indirect Tension Test for Resilient Modulus of Bituminous Mixtures**. American Society for Testing and Materials. ASTM D 4123, 1982.
- ASTM D 4124 **Standard Test Method for separation of asphalts into four fractions**. American Society for Testing and Materials ASTM D 4124, 2001.
- AZEREDO, S. R., 2011, *Estudo do Envelhecimento de Ligantes Asfáltico Usando a Técnica de Espalhamento Coerente de Raios X*. Dissertação de M.Sc., COPPE/UFRJ, RJ, Brasil.
- BAHIA, H. U. *et al.* **Characterization of modified asphalt binders in Superpave mix design**. In: NCHRP Report 459, National Cooperative Highway Research Program, Washington, D.C., 2001.
- BAN, G. H., KANG, D. H., “Effects of gamma irradiation for inactivating Salmonella Typhimurium in peanut butter product during storage”, **International Journal of Food Microbiology** v.171, pp. 48-53, 2014.
- BANERJEE, A., SMIT, A., DE F., PROZZI, J. A., “The Effect of Long-Term Aging on the Rheology of Warm Mix Asphalt Binders”, **FUEL** v. 97, pp. 603-611, 2012.
- BAZANI, D., L., M., 2008, *Caracterização de Polímeros Semicondutores para Uso em Sensores de Radiação Gama* Dissertação Msc. USP, São Paulo, Brasil.
- BECHARA, M. F., FAXINA, A. L., FABRI, G. T. P., LEITE, F. M., SOARES, J. B., SOARES, S. A. “Avaliação dos Efeitos dos Envelhecimentos a Curto e a Longo Prazos por meio de Curvas-Mestre”. In: **Instituto Brasileiro de Petróleo, Gás e Biocombustíveis – IBP no 19º Encontro de Asfalto**, Rio de Janeiro, Jun. 2008.
- BELTRAME, F. L., GUIMARÃES, A. C. R., “Um Estudo Comparativo sobre Envelhecimento de Ligante Asfáltico de Diversas Origens Utilizando Equipamento RTFOT”. *40ª RAPv- Reunião Anual de Pavimentação*, Rio de Janeiro, Brasil, 26-28 Outubro 2010.
- BERNADES FILHO, R., MATTOSO, L. H. C., **Estudo de Polímeros por Microscopia de Força Atômica**. In: Comunicado Técnico 53, Embrapa, São Carlos, SP, 2003.

- BERNARDI, M. R. B., SPOTO, M. H. F. “Efeito da Radiação Gama sobre o Perfil Sensorial de Suco de Laranja”, **Ciênc. Tecnol. Aliment.** v.23, n.1, pp.28-32, jan-abr. 2003.
- BERNAT, P., 1994, *Etude du Comportement des Enrobés Bitumineux sous Irradiation Gamma Influence des Constituants Provenant du Procédé STE3 de Decontamination des Effluents Liquides*, Tese de D.Sc., Université Rene Descartes, Paris, França.
- BERNUCCI, L. B., MOTTA, L. M.; CERATTI, J. A. P., SOARES, J. B., **Pavimentação Asfáltica: Formação Básica para Engenheiros**. 3 ed. Rio de Janeiro, RJ, 2010.
- BETTINI, S., H., P., 1992, *Estudo do Efeito da Radiação Gama sobre as Propriedades de Blendas Baseadas em Polipropileno Isotático*, Dissertação M.Sc., UEC, Campinas, Brasil.
- BEZE L., **Recyclage à Chaud des Agregats D’enrobés Bitumineux: Identification de Traceurs D’homogeneité du Mélange entre Bitume Vieilli et Bitume Neuf d’ Apport**. Thèse de Doctorat de l’Université Paul Cézanne - Faculté des Sciences et Techniques, 2008.
- BICHERON G., BRULÉ B., MIGLIORI F., “Régénération des liants pour enrobés: méthodologie d’étude en laboratoire.”, **Exemple de quelques cas de chantiers. Bull. Liaison Labo. P. Ch.**, v 143, pp.104-110, mai/jun 1986
- BINNING, G., QUATE, C. F., GERBER, C. “Atomic Force microscopy”. **Physical Review Letters**, v. 56, n.9, pp. 930-933, 1986
- BIRAL AR., **Radiações ionizantes para médicos, físicos e leigos**. 1ºed. Florianópolis, Insular, 2002; 232.
- BITTENCOURT, G., A., 2011, *Efeito da Radiação Gama em Blindagens Balísticas Compósitas de Poliaramida*, Dissertação M.Sc., IME, Rio de Janeiro, Brasil
- BRANCO, V. T. F. C., 2004, *Caracterização de Mistura Asfáltica com o uso de Escória de Aciaria como Agradado*, Tese de D. SCc., COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.
- BRANTHAVER, J. F., PETERSEN, J. C., ROBERTSON, R. E., DUVALL, J. J., KIM, S. S., HARNSBERGER, P. M., MILL, T., ENSLEY, E. K., BARBOUR, F. A.,

SCHABRON, J. F., Binder Characterization and Evaluation Volume 2: Chemistry, Washington, Strategic Highway Research Program National Research Council, 1993.

BRASIL, **Resolução n.21 de 26 de janeiro 2001**. Diário Oficial da União, Brasília, 2001.

BRAZ, D., 1997, *Tomografia Computadorizada no Estudo da Mecânica da Fratura Misturas Asfálticas*. Tese de D.Sc., COPPE/UFRJ, RJ, Brasil.

BRAZ, D., LOPES, R. T., MOTTA, L. M .G. “Computed tomography: an evaluation of the effect of adding polymer SBS to asphaltic mixtures used in paving”, **Applied Radiation and Isotopes** v. 53, pp. 725-729, 2000.

BRAZ, L., M., NETO V., A., Carignani, F., L., Fernandes A., O., D., P., Hamerschalk, N., Zuanella, L., S., Silva M., de F., dos S., Okumura I., L., de S., e M., “A Study on the Fortuitons Advantage of Gamma Irradiation in the Prophylaxis of Transmissible Malaria by Blood Transfusion”, **Rev. Soc. Bras. Med. Trop.**, v.31, n.6, 1998.

BRINGEL, R. M., 2007, *Estudo Químico e Reológico de Ligantes Asfálticos Modificados por Polímeros e Aditivos*. Dissertação de M.Sc. UFC, CE, Brasil.

BRULÉ, B., EL LAVAL, C., Etude Experimentale de La Compatibilit´r de Resin Epoxydes avec lê Bitume, Rapport de Recherche n°40, Paris LCPC 1974.

BUCHALLA, R., SCHUTTLE, C., BOGL, K. W., “Effects of ionizing radiation on plastic food packaging materials: a review. 1. Chemical and physical changes.”, **Journal of food protection** v. 56 n. 11 p.998, 1993.

BUENO, P. H. S., 2008, *Efeito da Radiação Gama e do Tipo de Embalagem sobre as Características Microbiológicas, Físico-Químicas e Sensoriais de Peito de Frango Refrigerado* Dissertação de M.Sc., EV/UFGM, Minas Gerais, MG, Brasil.

CBE, líder em esterilização. Disponível em:

<http://www.cbesa.com.br/tecnologia_vantagens.php> Acesso em: 01 abr. 2013, 15:49.

CHAVES, R., C., 2012, *Desenvolvimento de um sistema dosimétrico para o controle de qualidade nos tratamentos de câncer de mama*, Dissertação de M.Sc., COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

- CHATERGOON, L., WHITING, R., GRIERSON, L., PETERS, T., SMITH, C., “Use of size distribution and viscosity to distinguish asphalt colloidal types”, **journal of fuel** v.74, n.2, pp. 301-304, 1995.
- CHRISTENSEN, J. R., ANDERSON, D. A. “Interpretation of dynamic mechanical test data for paving grade asphalt cements.”, **Journal of the Association of Asphalt Paving Technologists**, v. 61, pp. 67-116, 1992.
- COLERI, E., HARVEY, J. T., YANG, K., BOONE, J. M. " Development of a micromechanical finite element model from computed tomography images for shear modulus simulation of asphalt mixtures” **Construction and Building Materials** v. 30, pp. 783-793, 2012.
- COLOMBO, M. A. DA SILVA (2004) *Estudo do Efeito da Radiação Ionizante sobre as Propriedades Mecânicas da Poliamida 6,6*, *Dissertação*, Universidade São Paulo, SP, BRA.
- CAMPBELL, P.G., WROGHT J.R., “Infrared Spectra of Asphalts: Some Aspects of the Changes Caused by Photooxidation.”. **Journal of Research of the National Bureau of Standards – Engineering and Instrumentation**. v.68c, n.2, 1964.
- CNT, **Boletim Estatístico - CNT** In: Confederação Nacional do Transporte, Brasília, DF, 2011.
- CNT, **Pesquisa CNT de Rodovias** In: Confederação Nacional do Transporte, Brasília, DF, 2010.
- CNT, **Boletim Plano CNT de Transporte e Logística 2011** In: Confederação Nacional do Transporte, Brasília, DF, 2011.
- CNT, SEST, SENAT, **Relatório Pesquisa CNT de Rodovias 2011**. In: Confederação Nacional do Transporte, Brasília, DF, 2011.
- CORBETT, L. W., PETROSSI, U. “Differences in distillation and solvent asphalt” **Industrial Engineers Chemical Production, Research & Development**, v. 17, pp.342, 1978.
- CORBETT L.W., SWARBRICK R.E., “Composition analysis used to explore asphalt hardening”. **Proc Assoc Asphalt Paving Techn** v.29, n.12 ,pp.104, 1960.

- CARDOSO, E.C.L., SCAGLIUSI, S.R., PARRA, D.F., LUGÃO, A.B., “Gamma-irradiated cross-linked LDPE foams: Characteristics and properties.” **Radiation Physics and Chemistry**. v.84 pp 170-175, 2013.
- CARNEIRO, F.L. (1953) *Um Novo Método para a Determinação da Resistência à Tração dos Concretos*. Comunicação 5. Reun. Ass. Bras. Normas Técnicas. Publ. Inst. Nac. Tecnol., Rio de Janeiro, (Publicado no boletim nº13, RILEM, série antiga. Paris, 1953, p. 103-107).
- CORRÊA, J. S., 2009, *Parque industrial de refino no Brasil – características atuais e perspectivas futuras*. Dissertação de M.Sc., EQ/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.
- COSTA, A. C., FERREIRA M., LEAL V. S., SOARES M. C. E AJDELSZTAJN L. Efeito da Radiação Gama sobre a Resistência de Polietileno de Alta Densidade. **Revista Matéria**, v. 6, n. 2. 2002.
- CATALDO, F., KEHEYAN, Y., BACCARO, S., “The effect of gamma-irradiation of anthracite coal and oil bitumen” **Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry**, v. 262, n.2, pp. 443-450, 2004.
- CAVALCANTE, D. G., SILVA, L. C. P., GUIMARÃES, D. M. D. A., MENDONÇA, R. M., SOUZA, R. J., FROTA, C. A., “Efeito da Adição do Polímero Eva nas Propriedades Reológicas do Cimento Asfáltico de Petróleo Aplicado em Manuas – AM” *6º Congresso Brasileiro de Pesquisa e Desenvolvimento em Petróleo e Gás*, Florianópolis, Santa Catarina, Brasil, 9 a 13 de Outubro de 2011.
- CAVALCANTI, L. S., *Efeito de Alguns Modificadores de Ligantes na Vida de Fadiga e Deformação Permanente de Misturas Asfálticas*. Dissertação de M.Sc., COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 2010.
- D’IPPOLITO, G., MEDEIROS R., B., “EXAMES RADIOLÓGICOS NA GESTAÇÃO”, **Radiol Brás** v.38, n.6, PP. 447-450, 2005.
- D’ANGELO, J.; DONGRÉ, R., “Practical Use of Multiple Stress Creep and Recovery Test: Characterization of Styrene-Butadiene-Styrene Dispersion and Other Additives in Polymer-Modified Asphalt Binders”. **Transportation Research Record. Washington**, n. 2126, pp. 73-82, 2009.

- D'ANGELO, J. et al. "Revision of the Superpave high-temperature binder specification: the multiple stress creep recovery test.", **Journal of the Association of Asphalt Paving Technologists**. White Bear Lake, v. 76, p. 123-162, 2007.
- DEPARTAMENTO NACIONAL DE INFRAESTRUTURA DE TRANSPORTES - DNIT. 135/2010-ME. **Determinação do Módulo de Resiliência - Método de Ensaio**. Rio de Janeiro, 2010.
- DEPARTAMENTO NACIONAL DE INFRAESTRUTURA DE TRANSPORTES - DNIT. 136/2010-ME. **Determinação da resistência à tração por compressão diametral - Método de Ensaio**. Rio de Janeiro, 2010.
- DNIT, **Manual de Pavimentação**. 3. ed. Rio de Janeiro, 2006.
- DNIT, **Relatório dos Levantamentos Funcionais das Rodovias Federais** In: DNIT, Sistema Gerencia de Pavimentos - SGP, Brasília, DF, 2011.
- DNIT, Plano Nacional de Viação In: Departamento Nacional Infra-estrutura de Transporte, Brasília, DF, 2011.
- DOMINGOS, M., D., I., 2011, *Caracterização do Comportamento Fluencia-Recuperação de Ligantes Asfálticos Modificados Virgens e Envelhecidos*, Dissertação M.Sc. EESC, São Carlos, SP, Brasil.
- DOURADO, E. R., 2011, *Análise de Superfícies de Ligantes Asfálticos Convencionais e Modificados*, Tese de D. SC., COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.
- FARAH, M. A., **Petróleo e seus derivados: definição, constituição, aplicação, especificações, características de qualidade**, Rio de Janeiro, LCT, 2012.
- FERNANDES, B., M., P., 2009, *Influência do Processo de Reticulação no Comportamento de um Compósito de Poli(Dimetilsiloxano)*. Dissertação M.Sc., IME, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.
- FORSTER, P. L., PARRA, D. F., KAI, J., BRITO, H. F., LUGAO, A. B., "Influence of gamma irradiation on photoluminescence properties of polycarbonate films doped with Eu³⁺- β -diketonate complex", **Radiation Physics and Chemistry** v. 84, pp. 47-50, 2013.

- FRANÇA, C. L., BARBOZA, K. M., “Uso da radiação Gama com Fonte de Cobalto-60 na Desinfestação de Acervos Documentais” **Revista Brasileira de Arqueometria, Restauração e Conservação** v.3, 2011.
- FREITAS, R. D., 2010, *Efeito da adição de Resíduos de Gesso da Industria da Construção nas Propriedades Mecânicas do Concreto Asfáltico Usinado a Quente*, Dissertação M.Sc. UFCG, Campina Grande, PB, Brasil.
- GODOI, L., 2011, *Estudo Do Comportamento dos Ligantes Asfálticos Utilizados na Imprimação Asfáltica Relacionados à Emissão de Vocês*. Dissertação de M.Sc., PIPE/UFPR, Curitiba, PR, Brasil.
- GOULAS, A. E., RIGANAKOS, K. A., KONTOMINAS, M. G., “Effect of ionizing radiation on physicochemical and mechanical properties of commercial multilayer coextruded flexible plastics packaging materials”, **Radiation Physics and Chemistry** v. 68, pp. 865-872, 2003.
- GRUENWALD, G., “Chemical properties of polymeric materials”. In: GRUENWALD, G., *Plastics. How structure determines properties*, chapter 10, Munich, Hanser, 1993.
- GUZELLA, M. F. R., 2010, *Desenvolvimento de processo para imobilização de rejeitos de usinas nucleares utilizando betumes nacionais*, Tese de D.Sc., UNICAMP, Campinas, SP, Brasil.
- HALIM, A. MOHAMMED, A. K. MORSHED, K., “The effect of Ageing on Physical and Chemical Properties of Asphalt Cement” **Iraqi Journal of Chemical and Petroleum Engineering**, v.9, n.2, pp. 9-15, June 2008.
- HEITLER, W., **The Quantum Theory of Radiation**, 3 ed. New York, Dover Publication, 1953.
- INMET, *Instituto Nacional de Meteorologia* (2014). Disponível em: <http://www.inmet.gov.br> Acesso em 20 out. 2014, 21:29
- INSTITUTO DE ASFALTO, **Manual de asfalto**, Série do Manual N° 4 (MS-4), Ed. 1989.
- KARSLI, N. G., AYTAC, A., AKBULUT, M., DENIZ, V., GÜVEN, O., “Effects of irradiated polypropylene compatibilizer on the properties of short carbon fiber

- reinforced polypropylene composites” **Radiation Physics and Chemistry** v.84, pp. 74-78, 2013.
- LIN, J. R., LIAN, H., SADEGHI K. M., YEN, T. F., “Asphalt colloidal types differentiated by korcak distribution”, **journal of fuel** v.70, pp.1439-1444, Dec. 1991.
- LIMA, C. DE S., 2008, *Caracterização de Ligantes Asfálticos Modificados com Borracha de Pneu e Aditivos*. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal do Ceará, CE, Brasil.
- LEITE, L. F. M. E CAMILLO, M. C. F., “ Caracterização de Cimentos Asfálticos através da Técnica de HP-GPC.” **In: 9º Encontro de Asfalto do IBP**, pp. 231-260 v. 1, Rio de Janeiro, Maio. 1988.
- LEITE, L. F. M., 1999, *Estudos de Preparo e Caracterização de Asfaltos Modificados por Polímero*. Tese de D. Sc. IMA/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.
- LEITE, L. M., ODA, S., NASCIMENTO, L. H., CHACUR, M. E MOTTA L.G, “Estudo do Envelhecimento do Cimento Asfáltico de Petróleo Efeito dos Parâmetros de Dosagem da Mistura Asfáltica” **In: XXIV Congresso de Pesquisa e Ensino em Transporte-XXIV anpet** , Salvador,Nov. 2010.
- LESUEUR, D., “The colloidal structure of bitumen: consequences on the rheology and on the mechanism of bitumen modification”, **Adv Colloid Interface Sci**, v. 42, pp. 145, 2009.
- LIMA, A., T., 2003, *Caracterização Mecânica de Misturas Asfálticas Recicladas a Quente*. Dissertação de Msc. UFC, Fortaleza, Brasil.
- LIMA, A. T., AQUINO, A. S. K., “Efeito plastificação e estabilizante de nanoesferas de sulfeto de antimônio na matriz do PVC exposto a radiação gama.” **In:52º Congresso Brasileiro de Química**, Recife, Pernambuco, BRA, 14-18 Out 2012.
- LIMA, A., T., 2003, *Caracterização Mecânica de Misturas Asfálticas Recicladas a Quente*. Dissertação de Msc. UFC, Fortaleza, Brasil.
- LUCENA, M. C. C., SOARES, S. A., SOARES, J. B., LEITE, L. F. M., “Reologia de asfalto brasileiros puros e modificados por SBS”**In: XVIII Congresso de Pesquisa e Ensino em Transporte –XVIII ANPET**, Florianópolis-SC, Nov. 2004.

- MARQUES, G., L., DE O., 2004, *Utilização do Módulo de Resiliência como Critério de Dosagem de Mistura Asfáltica; Efeito da Compactação por Impacto e Giratória* Tese de D.Sc, COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.
- MACHADO M. L. C. 2008, *Estudo das Propriedades Mecânicas e Térmicas do Polímero Biodegradável Poli-3-Hidroxi-butirato (PHB) e de Compósitos PHB/Pó de Madeira*, Dissertação. Universidade São Paulo, SP, BRA.
- MACHADO, M. L. C., PEREIRA, N. C., MIRANDA, L. F., TERENCE, M. C. “Estudo das Propriedades Mecânicas e Térmicas do Polímero Poli-3-Hidroxi-butirato (PHB) e de Compósitos PHB/Pó de Madeira” **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v.20, n.1, pp.65-71, 2010.
- MANO, E.B., **Introdução a polímeros**, Editora Edgard Blücher Ltda., p.1, 2001.,
- MASSON, J. F., LEBLOND. V., MARGESON. J, “Bitumen morphologies by phase-detection atomic force microscopy”, **Journal of Microscopia**, v. 221, n.1, pp. 17-29 (2006)
- MASTROFINI, D. SCARSELLA, M. “The application of rheology to the evaluation of bitumen ageing”, **Fuel**, v.79, pp. 1005-1015, 2000.
- MCGENNIS R.B., ANDERSON T.M., KENNEDY T.W., SOLAIMANIAN M - Background of SUPERPAVE asphalt mixture design and analysis - Report FHWA 95-003 Nov, 1994
- MEDINA, J., **Mecânica dos Pavimentos**. Ed. UFRJ, RJ, 1997.
- MELLO, M. S., 2010, *Incertezas dos Parâmetros Avaliados por um Sistema Postal em Controle de Qualidade para Feixes de Fótons em Radioterapia*. Dissertação M.Sc., COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.
- MELLO, M., S., BRAZ D., MOTTA G. M. L., ODA S. E LEITE M. F. L. “Estudo de mistura e ligante asfáltico irradiado” In: **XVI Congresso Ibero-Latinoamericano do Asfalto, XVI CILA**, pp, 1015-1022, Rio de Janeiro, Nov.2011.
- MIGLIORI, F. e CORTÉ, J.F, **Comparative Study of RTFOT and PAV aging Simulation Laboratory Test**. In:TRB. National Research Council, Washington, D.C, 1998.

- MIRANDA, M. B., HORRI, J., ALCARDE, A. R. “Estudo do Efeito da Irradiação Gamma (^{60}CO) na Qualidade da Cachaça e no Tonel de Envelhecimento”, **Ciênt. Tecnol. Aliment.** v.26, n.4, pp.772-778, out-dez. 2006.
- MIRZA, M.W., WITCZAK, M.W., “Development of a Global Aging System for Short and Long Term Aging of Asphalt Cements”. **Association of Asphalt Paving Technologists–AAPT**, v 74, pp 393-430, 1995.
- MODARRES, A., NEJAD, F. M., KAVUSSI, A., HASSANI, A., SHABANZADEH, E., “A parametric study on the laboratory fatigue characteristics of recycled mixes”, **Construction and Building Materials**, v. 25, pp. 2085-2093 2011.
- MOHAMMED, A. H. A. K., MORSHED, K., “The Effect of Ageing on Physical and Chemical Properties of Asphalt Cement”, **Iraqi Journal of Chemical and Petroleum Engineering** v.9, n.2, pp 9-15, Jun. 2008.
- MOTHÉ, M. G., 2009, *Estudo do Comportamento de Ligantes Asfálticos por Reologia e Análise Térmica*, Dissertação Msc EQ/UFRJ, Rio de Janeiro, Brasil.
- MORAES, M. B. DE, PEREIRA, R. B., SIMÃO, R. A., LEITE, L. F. M. “High temperature AFM study of CAP 30/45 pen grade bitumen”, **Journal of Microscopy** v.239, n.1, pp. 46-53, 2010.
- MOREIRA, L. S., 2009, *Avaliação de Mistura Asfáltica Utilizada na Malha Rodoviária Paraense: Estudo de Caso*, Monografia - Depto Eng. Civil, UNAMA, Belém, PA, Brasil.
- MOTTA, L. M. G., TONIAL, I., LEITE, L. M., CONSTANTINO, R. S., **Princípios do projetos e análise Superpave de misturas asfálticas**. In: IBP, Rio de Janeiro, RJ, 1996.
- MOUAZEN, M., POULESQUEN, A., BART, F., MASSON, J., CHARLOT, M., VERGNES, B., “Rheological, structural and chemical evolution of bitumen under gamma irradiation”, **Fuel Processing Technology**, v.114, pp. 144-153, 2013.
- MOUAZEN, M., POULESQUEN, A., BART, F., VERGNES B., “Effect of c irradiation on nuclear bituminized waste products (BWP): X-ray microtomography and rheological characterization”, **Journal of Nuclear Materials** v. 419, pp. 24-31, 2011.

- MTURI, G. A. J., ZOOROB, S. E., CONNELL, J. O., “Effect of shear rate on bitumen viscosity measurements – Relevance to high temperature processing of bituminous products”. In: **10 th Conference on Asphalt Pavements for SOUTHERN AFRICA**, KwaZulu-Nata, South Africa, Sept. 2011.
- NANDA, P., MAITY, S., PANDEY, N., RAY, R., THAKUR, A.K., TARAFDAR, S., “Conductivity enhancement in polymer electrolytes on gamma irradiation” **Radiation Physics and Chemistry** v.80, pp. 22-27, 2011.
- NASCIMENTO, M. V., 2011, *Estudos do Comportamento Mecânico de Misturas Asfálticas Recicladas*. Dissertação de Msc. UFCG, Campina Grande, PB, Brasil.
- NEGRÃO, D., P., 2006, *Estudo de Asfaltos Modificados por Polímeros do Tipo Ret para Aplicações em Pavimentos*. Dissertação de Msc. USP, São Paulo, Brasil.
- NOUAILHETAS, Y., ALMEIDA, C. E. B., **Radiações Ionizantes e a Vida**. In: Programa de Informação da Comissão Nacional de Energia Nuclear, Rio de Janeiro, RJ, 1998.
- OKUMA, E., **Radiação: efeitos, riscos e benefícios**. São Paulo, Harbra, 1988.
- OYEKUNLE, L. O., “Certain Relationships between Chemical Composition and Properties of Petroleum Asphalts from Different Origin”, **Oil & Gas Science and Technology - Rev. IFP**, v. 61, n. 3, pp. 433-441, 2006.
- PAMPLONA, T. F., 2013, *Efeito da adição de ácido polifosfórico em ligantes asfálticos de diferentes fontes*, Dissertação M.Sc., EESC/USP, São Carlos, SP, Brasil.
- PAULI, A.T., BRANTHAVER, J.F., ROBERTSON, R.E., GRIMES, W. “ Atomic force microscopy investigation of SHRP asphalts” In: **Symposium on Heavy Oil and Resid Compatibility and Stability**, pp. 110-114, , San Diego, California, 2001.
- PETERSEN J.C., “Quantitative functional group analysis of asphalts using differential infrared spectrometry and selective chemical reactions: theory and application”, **Transport. Res. Rec.**, 1096, pp. 1-11, 1986.
- PETTERSSON, M., KONSULT-AB M. E. K., **Characterisation of bitumenised waste in SFR-1**. In: SKB Rapport R-01-26, Swedish Nuclear Fuel and Waste Management Co, Stockholm, 2001.

- PIZZORNO, B., S., 2010 *Efeito do Solvente e da Temperatura na Morfologia superficial do Cimento Asfáltico de Petróleo*, Dissertação M.Sc COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, Brasil.
- PIZZORNO, B., S., 2014 *Cimento Asfáltico de Petróleo Puro e Modificado com suas Frações Fundamentais: Um Estudo por Microscopia de Força Atômica*, Tese D.Sc COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, Brasil.
- PORTAL PLÁSTICO, Texto Reproduzido da Ver. Plástico Moderno ed. nº312 Ago 2000, A tolerância dos polímeros à radiação. Disponível em: www.plastico.com.br/repostagem.php?rrid=732. Acesso em 08 abr.2013, 13:09.
- PORTO, K. M. B. G., 2013, *Efeitos da Radiação Gama (Cobalto-60) nas Principais Propriedades Físicas e Químicas de Embalagens Compostas por Papel Grau Cirúrgico e Filme Plástico Laminado, Destinadas à Esterilização de Produtos para Saúde*. Dissertação de M.Sc., IPEN/USP, São Paulo, SP, Brasil.
- QUELHAS, A. D., *et al.* **Processamento de Petróleo e Gás: petróleo e seus derivados, processamento primário, processos de refino, petroquímico, meio ambiente**, Rio de Janeiro, LTC, 2012.
- RADI, P. A., SANTOS, L. V., BONETTI, L. F., TRAVA-AIROLDI, V. “Tribologia, Conceitos e Aplicações”. In: **Anais do 13º Encontro de Iniciação Científica e Pós-Graduação do ITA – XIII ENCITA/2007**, São José dos Campos, SP, Brasil, Out. 2007.
- RAHN R. O. “Chemical dosimetry using an iodide/iodate aqueous solution: application to the gamma irradiation of blood”, **Applied Radiation and Isotopes**, v.58, n.1, pp. 79-84, 2003.
- RAMOS, C. TONIAL, I. MOTTA, L. LEITE, L. “Três anos de observação do trecho experimental Rio Orla” In: **12º Encontro de Asfalto-IBP**, pp. 74-93, Dez. 1994.
- READ J. E D. WHITEOAK 2003 **The Shell Bitumen Handbook** – 5ª ed 2003.
- REBELO, L.M., SOUSA, J. S., ABREU, A.,S., BARONI, M. P. M. A., ALENCAR, A. E. V., SOARES, S. A., FILHO, J. M., SOARES, J. B., 2014 “Aging of asphaltic binders investigated with atomic force microscopy”, **Fuel**, Vol. 117, pp. 15-25.

- RELA, P., R., “Utilização da Radiação Ionizante na esterilização de produtos médicos e farmacêuticos” **Rev. Sociedade Brasileira de Controle de Contaminação** n.4, pp. 10-16, Set-Out. 2001.
- RIBEIRO R. P. 2006, *Efeito da Radiação Gama no Comportamento IN VITRO de um Copolímero Bioabsorvível*, Dissertação. Instituto Militar Engenharia, RJ, BRA.
- RODRIGUES, J. A. A., 2000, *Vidro Comercial como Detector e Medidor de Radiação Num Irradiador de Grande Porte*, Dissertação M. Sc. IPEN, São Paulo, Brasil.
- SCAPIN, M. A. 2008, *Estudo de Remoção de Elementos Inorgânicos e Degradação de Compostos Orgânicos por Radiação Gama em Óleos Lubrificantes Usados*, Dissertação. Universidade São Paulo, São Paulo, SP, BRA.
- SERGEANT, G. D., LEUNG, R. BARRETT D., “The effect of aging on the viscosity of bitumens produced from shale oil”, **Fuel Processing Technology**, v. 37, pp. 67-72, 1994.
- SHELL, **The Shell Bitumen Industrial Handbook** . 1. ed. Guildford, Surrey, 1995.
- SIDDIQUI, M. N., ALI, M. F., SHIROKOFF, J. “Use of X-ray diffraction in assessing aging pattern of asphalt fractions”, **FUEL** v. 81, pp 51-58 2002.
- SILVA, D. A., 2011, *Avaliação Dosimétrica em Cirurgias Ortopédicas Guiadas por Fluoroscopia*, Dissertação. Universidade Federal Sergipe, São Cristóvão, SE, Brasil.
- SILVA, J. P. S., 2011. *Avaliação dos efeitos de produtos rejuvenescedores em misturas asfálticas*. Tese de D. Sc., ENC/UnB, Brasília, DF, Brasil.
- SILVA, L.S., 2005, *Contribuição ao estudo do envelhecimento de ligantes asfálticos. Influência da adição de polímeros e comportamento frente à radiação UV*. Tese de D. Sc. PPGEM/UFRGS, Porto Alegre, RS, Brasil.
- SINGH, A., “Irradiation of polymer blends containing a polyolefin”, **Radiation Physics and Chemistry** v. 60, pp. 453-459, 2001.
- SOARES, J. B. MOTTA, L. M.G. LEITE, L. M. “Quatro anos de Observação da Pista Experimental do Ceará” **In: XIII Congresso de Pesquisa e Ensino em Transporte-ANPET**, v.1, pp. 263-272, São Carlos, 1999.

- SPIECKER, P., GAWRYS, K., TRAIL, C., KILPATRICK, P., “Effects of petroleum resins on asphaltene aggregation and water-in-oil emulsion formation,” **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**. v 220, n. 1-3, pp. 9-27, 2003.
- SPINKS, J. W. T., WOODS, R. J., **An introduction to radiation chemistry**. New York, John Wiley e Sons, 1990.
- SUAREZ, J. C. M., Bonelli, C. M. C., Eltom, A. E., Mano, E. B. “Comportamento Físico-Químico de uma Mistura LDPE/HDPE Irradiada: Efeito da Atmosfera”, **Tecnologia em Metalurgia e Materiais**, v.2, n.1, pp. 18-23, Jul-Set. 2005.
- TAVARES, D. S., 2012, *Avaliação Laboratorial de Mistura Asfáltica do Tipo SMA com Agregado Siderúrgico*, Dissertação de M.Sc., COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.
- TERENCE M. C. 1996 *Efeito da Radiação Gama no Policarbonato Nacional Durolon[®] FN2200*, Dissertação de M.Sc, Universidade São Paulo, SP, Brasil.
- THOMAS, J. E., **Fundamentos de engenharia de petróleo**, Petrobras, Rio de Janeiro, RJ, 2001.
- TONIAL, I., A., 2001, *Influência do envelhecimento do revestimento asfáltico na vida de fadiga de pavimentos*. Dissertação de M.Sc. COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil
- VALCKE, E., RORIF, F., SMETS, S., “Ageing of EUROBITUM bituminized radioactive waste: An ATR-FTIR spectroscopy study”, **Journal of Nuclear Materials** v. 393, pp. 175-185, 2009.
- VASCONCELOS, K. L., 2004, *Comportamento Mecânico de Misturas Asfálticas à Quente Dosadas pelas Metodologias Marshall e Superpave com Diferentes Granulometrias*. Dissertação de Msc. Depto Engenharia de Transportes/UFC, Fortaleza, Brasil.
- VIANNA, G. A. B., *O MITO DO RODOVIARISMO BRASILEIRO* (2007) Disponível em: <http://pt.scribd.com/doc/50804833/3/Extensao-territorial-e-populacao> Acesso em 30 mar. 2013, 23:59.

- VODÁK, F. TRITÍK, K, SOPKO V. KAPICKOVÁ, O. DEMO, P. “Effect of γ -irradiation on strength of concrete for nuclear-safety structures”, **Cement and Concrete Research**, v.35 pp. 1447-1451, 2005.
- VUOLO, J. H., **Fundamentos da Teoria de Erros**. 2 ed. São Paulo, Edgard Blucher, 1996.
- WALCZAK, I., 2000, *Détermination des produits organiques d'altérations chimiques et radiochimiques du bitumen. Applications aux enrobés bitumes*, Tese de D.Sc., Institut National des Sciences appliquées de Lyon, Villeurbanne, França.
- WEBER, R., P., 2004, *Comportamento Mecânico e Balístico de um Compósito Laminado de Policarbonato*, Dissertação M. Sc. IMA. Rio de Janeiro, Brasil.
- WHIEHE I,A; KENNEDY, R, J. “The Oil Compatibility Model and Crude Oil incompatibility”, **Energy & Fuels** v.14, pp. 56-59, 2000.
- WHITEOAK, D., 1991 **The Shell Bitumen Handbook**, - 1° ed. reprinted 1990, Inglaterra.
- XIAOHU, L. ISACSSON, U., “Effect to ageing on bitumen chemistry and rheology”, **Construction and Building Materials**, v.16, pp. 15-22, 2002
- YEN, T. F. “Asphaltene/resin plus oil interconversion: na investigation into colloidal modelo f asphaltenes.” In: **Workshop the Chemical Components and Structure of Asphaltic Materials**, Roma, 1991.
- YOSHIMURA, E. M., “Radiation Physics: interaction of radiation with matter”, **Rev. Brasileira de Física Médica**, v. 3, n.1, pp. 57-67, 2009.
- YOU, Z., ADHIKARI, M., KUTAY, M. E., “Dynamic modulus simulation of the asphalt concrete using the X-ray computed tomography images”, **Materials and Structures** v. 42, pp 617-630, 2009.
- ZHANG, Y. H.; HUANG, Y.D.; LIU, L.; WU,L. “Surface modification of aramid fibers with g-ray radiation for improving interfacial bonding strength with epoxy resin.”, **Journal of Applied Polymer Science**, v.106, pp. 2251–2262, 2007.
- ZHANH, H. L., YU, Y. J., FENG, Z. G., XUE, L. H., WU, S. P., “Effect of aging on the morphology of bitumen by atomic force microscopy”, **Journal of Microscopy** v. 246, n. 1, pp 11-19, 2012

- ZAHARESCU, T., FERARU, E., PODINA, C., “Thermal stability of gamma irradiated ethylene-propylene-diene monomer/divinely benzene systems”, **Polymer Degradation and Stability**, v. 87, pp. 11-16, 2005.
- ZANG, H., YU, J., WANG, H., XUE, L., “Investigation of microstructures and ultraviolet aging properties of organo-montmorillonite/SBS modified bitumen”, **Materials Chemistry and Physics** v.129, pp. 769-776, 2011.
- ZHANPING, Y., SANJEEV, A., M. EMIN K. “Dynamic modulus simulation of the asphalt concrete using the X-ray computed tomography images”, **Materials and Structures**, v. 42, pp. 617-630, 2009.
- ZIMEK, Z., PRZYBYTNIAK, G., RAFALSKI, A., KORNACKA, E., “Radiation Resistance of Polypropylene Modified by Amine Stabilizers versus PP Copolymers”. In: Controlling of Degradation Effects in Radiation Processing of Polymers, *IAEA-TECDOC-1617*, publication IAEA, pp.129-139, 2009.

ANEXOS

Anexo 1

A tabela A1 seguinte contém a especificação vigente brasileira de cimento asfáltico de petróleo (CAP). A classificação do CAP é feita pelo ensaio de penetração (BERNUCCI *et al.* 2010).

Características	Unidade	Limites				Métodos	
		CAP 30-45	CAP 50-70	CAP 85-100	CAP 150-200	ABNT	ASTM
Penetração (100g, 5s, 25°C)	0,1mm	30 a 45	50 a 70	85 a 100	150 a 200	NBR 6576	D 5
Ponto de amolecimento, mín.	°C	52	46	43	37	NBR 6560	D 36
Viscosidade Saybolt-Furol							
a 135°C, mín.	s	192	141	110	80	NBR 14950	E 102
a 150°C, mín.		90	50	43	36		
a 177°C		40 a 150	30 a 150	15 a 60	15 a 60		
Viscosidade Brookfield							
a 135°C, mín. SP 21, 20rpm, mín.	cP	374	274	214	155	NBR 15184	D 4402
a 150°C, mín.		203	112	97	81		
a 177°C, SP 21		76 a 285	57 a 285	28 a 114	28 a 114		
Índice de Suscetibilidade Térmica		(-1,5) a (+0,7)	(-1,5) a (+0,7)	(-1,5) a (+0,7)	(-1,5) a (+0,7)	-	-
Ponto de fulgor, mín.	°C	235	235	235	235	NBR 11341	D 92
Solubilidade em tricloroetileno, mín.	% massa	99,5	99,5	99,5	99,5	NBR 14855	D 2042
Dutilidade a 25°C, mín.	cm	60	60	100	100	NBR 6293	D 113
Efeito do calor e do ar a 163°C por 85 minutos							
Varição em massa, máx.	% massa	0,5	0,5	0,5	0,5		D 2872
Dutilidade a 25°C, mín.	cm	10	20	50	50	NBR 6293	D 113
Aumento do ponto de amolecimento, máx.	°C	8	8	8	8	NBR 6560	D 36
Penetração retida, mín. (*)	%	60	55	55	50	NBR 6576	D 5


(*) Relação entre a penetração após o efeito do calor e do ar em estufa RTFOT e a penetração original, antes do ensaio do efeito do calor e do ar.

Anexo 2

O anexo 2 contém a designação da AASTHO (MP 19-10) para especificação padrão Grau de Desempenho para ligante asfáltico usando MSCR.

Standard Specification for

**Performance-Graded Asphalt Binder Using
Multiple Stress Creep Recovery (MSCR)
Test**



AASHTO Designation: MP 19-10

1. SCOPE

1.1. This specification covers asphalt binders graded by performance using the multiple stress creep recovery (MSCR) test. Grading designations are related to the average seven-day maximum pavement design temperature, minimum pavement design temperature, and traffic loading.

1.2. This specification incorporates TP 70 for determining non-recoverable creep compliance, J_{nr} . "S", "H", "V", or "E" grades must be specified for standard, high, very high, or extremely high traffic loading, respectively.

Note 1—For asphalt cements graded by viscosity at 60°C, see M 226.

Note 2—For Performance-Graded Asphalt Binder, see M 320.

2. REFERENCED DOCUMENTS

2.1. *AASHTO Standards:*

- M 226, Viscosity-Graded Asphalt Cement
- M 320, Performance-Graded Asphalt Binder
- M 323, Superpave Volumetric Mix Design
- R 28, Accelerated Aging of Asphalt Binder Using a Pressurized Aging Vessel (PAV)
- R 29, Grading or Verifying the Performance Grade (PG) of an Asphalt Binder
- R 35, Superpave Volumetric Design for Hot Mix Asphalt (HMA)
- T 40, Sampling Asphalt Materials
- T 44, Solubility of Bituminous Materials
- T 48, Flash and Fire Points by Cleveland Open Cup
- T 55, Water in Petroleum Products and Bituminous Materials by Distillation (Discontinued)
- T 240, Effect of Heat and Air on a Moving Film of Asphalt Binder (Rolling Thin-Film Oven Test)
- T 313, Determining the Flexural Creep Stiffness of Asphalt Binder Using the Bending Beam Rheometer (BBR)
- T 314, Determining the Fracture Properties of Asphalt Binder in Direct Tension (DT)
- T 315, Determining the Rheological Properties of Asphalt Binder Using a Dynamic Shear Rheometer (DSR)

TS-2b MP 19-1 AASHTO

- T 316, Viscosity Determination of Asphalt Binder Using Rotational Viscometer
- TP 70, Multiple Stress Creep Recovery (MSCR) Test of Asphalt Binder Using a Dynamic Shear Rheometer (DSR)

2.2. *ASTM Standards:*

- D 8, Standard Terminology Relating to Materials for Roads and Pavements
- D 5546, Standard Test Method for Solubility of Asphalt Binders in Toluene by Centrifuge

3. TERMINOLOGY

3.1. *Definitions:*

- 3.1.1. Definitions for many terms common to asphalt binder are found in ASTM D 8.
- 3.1.2. *asphalt binder*—an asphalt-based cement that is produced from petroleum residue either with or without the addition of non-particulate organic modifiers.

4. ORDERING INFORMATION

- 4.1. When ordering under this specification, include in the purchase order the performance grade (PG) of asphalt binder required and the grade (e.g., MP 19, PG 64-22, Grade S).
- 4.2. The required environmental asphalt binder grades may be selected by following the procedures described in M 323 and R 35, except do not use the “grade bumping” procedure in M 323. Select the environmentally appropriate high and low temperature grades and the appropriate “S”, “H”, “V”, or “E” grade for the expected traffic level and traffic load rate.
- 4.2.1. Standard Grade “S” in most typical situations will be for traffic levels fewer than 10 million Equivalent Single Axle Loads (ESALs) and less than the standard traffic load rate (>70 km/h).
- 4.2.2. High Grade “H” in most situations will be for traffic levels of 10 to 30 million ESALs or slow-moving traffic (20 to 70 km/h).
- 4.2.3. Very High Grade “V” in most situations will be for traffic levels of greater than 30 million ESALs or standing traffic (<20 km/h).
- 4.2.4. Extremely High Grade “E” in most situations will be for traffic levels of greater than 30 million ESALs and standing traffic (< 20 km/h) such as toll plazas or port facilities.
- Note 3**—“Grade bumping” is accomplished by using “H”, “V”, or “E” grades and not by increasing the PG high temperature grade as recommended in M 323.

5. MATERIALS AND MANUFACTURE

- 5.1. Asphalt binder shall be prepared by the refining of crude petroleum by suitable methods, with or without the addition of modifiers.
- 5.2. Modifiers may be any organic material of suitable manufacture that is used in virgin or recycled condition and that is dissolved, dispersed, or reacted in asphalt binder to enhance its performance.

- 5.3. The asphalt binder shall be homogeneous, free from water and deleterious materials, and shall not foam when heated to 175°C.
- 5.4. The asphalt binder shall be at least 99.0 percent soluble as determined by T 44 or ASTM D 5546.
- 5.5. This specification is not applicable for asphalt binders in which fibers or other discrete particles are larger than 250 µm in size.
- 5.6. The grades of asphalt binder shall conform to the requirements given in Table 1.

6. SAMPLING

- 6.1. The material shall be sampled in accordance with T 40.

7. TEST METHODS

- 7.1. The properties outlined in Sections 5.3, 5.4, and 5.6 shall be determined in accordance with R 28, T 44 or ASTM D 5546, T 48, T 55, T 240, T 313, T 314, T 315, T 316, and TP 70.

8. INSPECTION AND CERTIFICATION

- 8.1. Inspection and certification of the material shall be agreed upon between the purchaser and the seller. Specific requirements shall be part of the purchase contract. The seller shall provide material handling and storage procedures to the purchaser for each asphalt binder grade certified.

9. REJECTION AND RETESTING

- 9.1. If the results of any test do not conform to the requirements of this specification, retesting to determine conformity is performed as indicated in the purchase order or as otherwise agreed upon between the purchaser and the seller.

10. KEYWORDS

- 10.1. Asphalt binder; asphalt cement; direct tension; flash point; modifier; multiple stress creep recovery (MSCR); performance specifications; pressure aging; rheology.

Table 1—Performance-Graded Asphalt Binder Specification^a

Performance Grade	PG 46			PG 52						PG 58					
	34	40	46	10	16	22	28	34	40	46	16	22	28	34	40
Average 7-day max pavement design temp, °C ^b	<46			<52						<58					
Min pavement design temp, °C ^b	>-34	>-40	>-6	>-10	>-6	>-22	>-28	>-34	>-40	>-46	>-16	>-22	>-28	>-34	>-40
Original Binder															
Flash point temp, T 48, min °C	230														
Viscosity, T 316: ^c max 3 Pa·s, test temp, °C	135														
Dynamic shear, T 315: ^d G*/sinδ, min 1.00 kPa ^e test temp @ 10 rad/s, °C	46			52						58					
Rolling Thin-Film Oven Residue (T 240)															
Mass change, max, percent/ ^f	1.00														
MSCR, TP 70: Standard Traffic "S" Grade J _{w,3.2} , max 4.0 kPa ⁻¹ J _{w,0.8} , max 75% test temp, °C	46			52						58					
MSCR, TP 70: Heavy Traffic "H" Grade J _{w,3.2} , max 2.0 kPa ⁻¹ J _{w,0.8} , max 75% test temp, °C	46			52						58					
MSCR, TP 70: Very Heavy Traffic "V" Grade J _{w,3.2} , max 1.0 kPa ⁻¹ J _{w,0.8} , max 75% test temp, °C	46			52						58					
MSCR, TP 70: Extremely Heavy Traffic "E" Grade J _{w,3.2} , max 0.5 kPa ⁻¹ J _{w,0.8} , max 75% test temp, °C	46			52						58					
Pressurized Aging Vessel Residue (R 28)															
PAV aging temp, °C ^g	90			90						100					
Dynamic shear, T 315: "S" Grade G* sinδ, max 5000 kPa ^e test temp @ 10 rad/s, °C	10	7	4	25	22	19	16	13	10	7	25	22	19	16	13
Dynamic shear, T 315: "H", "V", "E" Grades G* sinδ, max 6000 kPa ^e test temp @ 10 rad/s, °C	10	7	4	25	22	19	16	13	10	7	25	22	19	16	13
Creep stiffness, T 313: ^h δ, max 300 MPa m-value, min 0.300 test temp @ 60 s, °C	-24	-30	-36	0	-6	-12	-18	-24	-30	-36	-6	-12	-18	-24	-30
Direct tension, T 314: ⁱ Failure strain, min 1.0% test temp @ 1.0 mm/min, °C	-24	-30	-36	0	-6	-12	-18	-24	-30	-36	-6	-12	-18	-24	-30

^a MSCR testing on RTFO residue should be performed at the PG grade based on the environmental high pavement temperature. Grade bumping is accomplished by requiring a lower J_w value while testing at the environmental temperature.

^b Pavement temperatures are estimated from air temperatures using an algorithm contained in the LTPP Bind program, may be provided by the specifying agency, or by following the procedures as outlined in M 323 and R 35, excluding the provisions for "grade bumping".

^c This requirement may be waived at the discretion of the specifying agency if the supplier warrants that the asphalt binder can be adequately pumped and mixed at temperatures that meet all applicable safety standards.

^d For quality control of unmodified asphalt binder production, measurement of the viscosity of the original asphalt binder may be used to supplement dynamic shear measurements of G*/sinδ at test temperatures where the asphalt is a Newtonian fluid.

^e G*/sinδ = high temperature stiffness and G* sinδ = intermediate temperature stiffness.

^f The mass change shall be less than 1.00 percent for either a positive (mass gain) or a negative (mass loss) change.

^g The PAV aging temperature is based on simulated climatic conditions and is one of three temperatures, 90°C, 100°C, or 110°C. Normally the PAV aging temperature is 100°C for PG 58-xx and above. However, in desert climates, the PAV aging temperature for PG 70-xx and above may be specified as 110°C.

^h If the creep stiffness is below 300 MPa, the direct tension test is not required. If the creep stiffness is between 300 and 600 MPa, the direct tension failure strain requirement can be used in lieu of the creep stiffness requirement. The m-value requirement must be satisfied in both cases.

Table 1—Performance-Graded Asphalt Binder Specification^a (continued)

Performance Grade	PG 64 ^b						PG 70					
	10	16	22	28	34	40	10	16	22	28	34	40
Average 7-day max pavement design temp, °C ^c	<70											
Min pavement design temp, °C ^d	>-10	>-16	>-22	>-28	>-34	>-40	>-10	>-16	>-22	>-28	>-34	>-40
Original Binder												
Flash point temp, T 48, min °C ^e	230											
Viscosity, T 316 ^f max @ Pass, test temp, °C ^g	135											
Dynamic shear, T 315 ^h G*·sinδ, min 1.00 kPa ⁱ test temp @ 10 rad/s, °C ^j	64						70					
Rolling Thin-Film Oven Residue (T 240)												
Mass change, max, percent ^k	1.00											
MSCR, TP 70: Standard Traffic "S" Grade <i>J_{er,12}</i> , max 4.0 kPa ^l <i>J_{er,0.6}</i> , max 75% test temp, °C ^m	64						70					
MSCR, TP 70: Heavy Traffic "H" Grade <i>J_{er,12}</i> , max 2.0 kPa ^l <i>J_{er,0.6}</i> , max 75% test temp, °C ^m	64						70					
MSCR, TP 70: Very Heavy Traffic "V" Grade <i>J_{er,12}</i> , max 1.0 kPa ^l <i>J_{er,0.6}</i> , max 75% test temp, °C ^m	64						70					
MSCR, TP 70: Extremely Heavy Traffic "E" Grade <i>J_{er,12}</i> , max 0.5 kPa ^l <i>J_{er,0.6}</i> , max 75% test temp, °C ^m	64						70					
Pressurized Aging Vessel Residue (R 28)												
PAV aging temp, °C ⁿ	100						100 (110)					
Dynamic shear, T 315: "S" Grade G*·sinδ, max 5000 kPa ^o test temp @ 10 rad/s, °C ^p	31	28	25	22	19	16	34	31	28	25	22	19
Dynamic shear, T 315: "H," "V," "E" Grades G*·sinδ, max 6000 kPa ^o test temp @ 10 rad/s, °C ^p	31	28	25	22	19	16	34	31	28	25	22	19
Creep stiffness, T 313 ^q <i>S</i> , max 300 MPa <i>m</i> -value, min 0.300 test temp @ 60 s, °C ^r	0	-6	-12	-18	-24	-30	0	-6	-12	-18	-24	-30
Direct tension, T 314 ^s Failure strain, min 1.0% test temp @ 1.0 mm/min, °C ^t	0	6	12	18	24	30	0	6	12	18	24	30

- ^a MSCR test on RTFO residue should be performed at the PG grade based on the environmental high pavement temperature. Grade bumping is accomplished by requiring a lower *J_{er}* value while testing at the environmental temperature.
- ^b Pavement temperatures are estimated from air temperatures using an algorithm contained in the I.TPP Bind program, may be provided by the specifying agency, or by following the procedures as outlined in M 323 and R 35, excluding the provisions for "grade bumping".
- ^c This requirement may be waived at the discretion of the specifying agency if the supplier warrants that the asphalt binder can be adequately pumped and mixed at temperatures that meet all applicable safety standards.
- ^d For quality control of unmodified asphalt binder production, measurement of the viscosity of the original asphalt binder may be used to supplement dynamic shear measurements of G*·sinδ at test temperatures where the asphalt is a Newtonian fluid.
- ^e G*·sinδ = high-temperature stiffness and G*·sinδ = intermediate temperature stiffness.
- ^f The mass change shall be less than 1.00 percent for either a positive (mass gain) or a negative (mass loss) change.
- ^g The PAV aging temperature is based on simulated climatic conditions and is one of three temperatures, 90°C, 100°C, or 110°C. Normally the PAV aging temperature is 100°C for PG 55-xx and above. However, in desert climates, the PAV aging temperature for PG 70-xx and above may be specified as 110°C.
- ^h If the creep stiffness is below 300 MPa, the direct tension test is not required. If the creep stiffness is between 300 and 600 MPa, the direct tension failure strain requirement can be used in lieu of the creep stiffness requirement. The *m*-value requirement must be satisfied in both cases.

Table 1—Performance-Graded Asphalt Binder Specification^a (continued)

Performance Grade	PG 76					PG 82				
	10	16	22	28	34	10	16	22	28	34
Average 7-day max pavement design temp, °C ^b	<76					<82				
Min pavement design temp, °C ^b	>-10	>-16	>-22	>-28	>-34	>-10	>-16	>-22	>-28	>-34
Original Binder										
Flash point temp, T 48, min °C	230									
Viscosity, T 316: ^c max 3 Pa·s, test temp, °C	135									
Dynamic shear, T 315: ^d G*/sin δ, min 1.00 kPa ^e test temp @ 10 rad/s, °C	76					82				
Rolling Thin-Film Oven Residue (T 240)										
Mass change, max, percent ^f	1.00									
MSCR, TP 70: Standard Traffic "S" Grade $J_{w0.5}$, max 4.0 kPa ⁻¹ $J_{w0.05}$, max 75% test temp, °C	76					82				
MSCR, TP 70: Heavy Traffic "H" Grade $J_{w0.5}$, max 2.0 kPa ⁻¹ $J_{w0.05}$, max 75% test temp, °C	76					82				
MSCR, TP 70: Very Heavy Traffic "V" Grade $J_{w0.5}$, max 1.0 kPa ⁻¹ $J_{w0.05}$, max 75% test temp, °C	76					82				
MSCR, TP 70: Extremely Heavy Traffic "E" Grade $J_{w0.5}$, max 0.5 kPa ⁻¹ $J_{w0.05}$, max 75% test temp, °C	76					82				
Pressurized Aging Vessel Residue (R 28)										
PAV aging temp, °C ^g	100 (110)					100 (110)				
Dynamic shear, T 315: "S" Grade G* sin δ, max 5000 kPa ^e test temp @ 10 rad/s, °C	37	34	31	28	25	40	37	34	31	28
Dynamic shear, T 315: "H", "V", "E" Grades G* sin δ, max 6000 kPa ^e test temp @ 10 rad/s, °C	37	34	31	28	25	40	37	34	31	28
Creep stiffness, T 313: ^h S, max 300 MPa m-value, min 0.300 test temp @ 60 s, °C	0	-6	-12	-18	-24	0	-6	-12	-18	-24
Direct tension, T 314: ⁱ Failure strain, min 1.0% test temp @ 1.0 mm/min, °C	0	-6	-12	-18	-24	0	-6	-12	-18	-24

^a MSCR test on RTFO residue should be performed at the PG grade based on the environmental high pavement temperature. Grade bumping is accomplished by requiring a lower J_w value while testing at the environmental temperature.

^b Pavement temperatures are estimated from air temperatures using an algorithm contained in the LTPP Bind program, may be provided by the specifying agency, or by following the procedures as outlined in M 323 and R 35, excluding the provisions for "grade bumping".

^c This requirement may be waived at the discretion of the specifying agency if the supplier warrants that the asphalt binder can be adequately pumped and mixed at temperatures that meet all applicable safety standards.

^d For quality control of unmodified asphalt binder production, measurement of the viscosity of the original asphalt binder may be used to supplement dynamic shear measurements of G*/sin δ at test temperatures where the asphalt is a Newtonian fluid.

^e G*/sin δ = high temperature stiffness and G* sin δ = intermediate temperature stiffness.

^f The mass change shall be less than 1.00 percent for either a positive (mass gain) or a negative (mass loss) change.

^g The PAV aging temperature is based on simulated climatic conditions and is one of three temperatures, 90°C, 100°C, or 110°C. Normally the PAV aging temperature is 100°C for PG 58-xx and above. However, in desert climates, the PAV aging temperature for PG 70-xx and above may be specified as 110°C.

^h If the creep stiffness is below 300 MPa, the direct tension test is not required. If the creep stiffness is between 300 and 600 MPa, the direct tension failure strain requirement can be used in lieu of the creep stiffness requirement. The m-value requirement must be satisfied in both cases.

Incerteza Padrão Tipo A

A avaliação do Tipo A da incerteza padrão utiliza princípios e métodos estatísticos, calculadas a partir de uma amostragem de medidas y_i , que convergem para distribuições estatísticas, tais como, a de Gauss - denominada distribuição normal ou de *student*, de acordo com os procedimentos estão descritos abaixo (MELLO, 2010):

1. Cálculo do valor médio das medidas:

$$\bar{y} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n y_i \quad (2.5)$$

2. Cálculo do desvio padrão da amostra:

$$\sigma(y_i) = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2} \quad (2.6)$$

3. Cálculo do desvio padrão médio:

$$\sigma(\bar{y}) = \frac{\sigma(y)}{\sqrt{n}} \quad (2.7)$$

Uma grandeza experimental deve ser sempre dada com a respectiva incerteza. De preferência, a incerteza deve ser indicada por meio da incerteza padrão (VUOLO, 1996). Por exemplo:

EX:

$$X \pm y$$

Onde:

X é o valor da medida

Y é valor da incerteza padrão.

A Incerteza (σ): Pode ser definida como desvio padrão da distribuição de erros, é a maneira mais usada, atualmente, para indicar a incerteza em trabalhos de física experimental (VUOLO, 1996);