Caracterización viscoelástica avanzada del comportamiento reológico de betunes rejuvenecidos

Mar Subarroca Gella
m.subarroca@sorigue.com
Núria Querol Solà
n.querol@sorigue.com
Marc Juárez Solans
m.juarezs@sorigue.com
Maria Argilés Rauret
maria.argiles@estudiantat.upc.edu

La evaluación de la eficacia de los rejuvenecedores en ligantes bituminosos se basa habitualmente en criterios simplificados, centrados en la recuperación de propiedades empíricas o en la reducción de la rigidez, lo que limita la capacidad para describir su comportamiento reológico real. En este contexto, el presente trabajo propone una metodología de caracterización reológica avanzada orientada a analizar la coherencia estructural del ligante a lo largo de todo el espectro tiempo–temperatura.
El enfoque se fundamenta en la combinación de barridos de temperatura, barridos múltiples temperatura–frecuencia y ensayos de fluencia–recuperación (MSCR), aplicados a ligantes con material fresado regenerados mediante distintos rejuvenecedores y betunes blandos. Este sistema permite interpretar de forma integrada la evolución del módulo complejo y del ángulo de fase en distintos dominios de solicitación.
Los resultados muestran que la simple reducción del módulo complejo no garantiza una correcta reorganización estructural del ligante, evidenciándose diferencias significativas en el ángulo de fase y en la respuesta en dominios de relajación largos. En particular, se identifican comportamientos anómalos asociados a una pérdida de coherencia en los mecanismos de relajación que no son detectables mediante criterios convencionales.
La metodología propuesta permite establecer criterios más robustos para la selección de rejuvenecedores, destacando el ángulo de fase como indicador clave de la calidad de la regeneración y la temperatura de cruce como el mejor descriptor de la estabilidad estructural relativa. En este sentido, se presenta como una herramienta general aplicable a diferentes proporciones de material reutilizado y estrategias de formulación, orientada a mejorar la interpretación del comportamiento reológico de ligantes bituminosos rejuvenecidos.

Palabras Clave: Betún reutilizado, rejuvenecedores, reómetro de corte dinámico (DSR), caracterización reológica, modulo complejo, ángulo de fase

The evaluation of rejuvenator effectiveness in asphalt binders is commonly based on simplified criteria, mainly focused on the recovery of empirical properties or stiffness reduction, which limits the ability to accurately describe their actual rheological behaviour. In this context, this study proposes an advanced rheological characterization methodology aimed at assessing the structural coherence of the binder across the full time–temperature spectrum.
The approach is based on the combined use of temperature sweeps, multiple temperature–frequency sweeps, and Multiple Stress Creep Recovery (MSCR) tests, applied to reclaimed asphalt containing binders regenerated using different rejuvenators and soft bitumens. This framework enables an integrated interpretation of both complex modulus and phase angle over different loading domains.
Results show that stiffness reduction alone does not ensure proper structural reorganization of the binder, revealing significant differences in phase angle and in the response within long relaxation time domains. In particular, anomalous behaviours associated with a loss of coherence in relaxation mechanisms are

identified, which are not detectable using conventional evaluation criteria.
The proposed methodology provides more robust criteria for rejuvenator selection, highlighting the phase angle as a key indicator of regeneration quality and the crossover temperature as the best descriptor of relative structural stability. It is presented as a general framework applicable to different reclaimed asphalt pavement (RAP) contents and formulation strategies, contributing to a more reliable interpretation of the rheological behaviour of recycled asphalt binders.

Keywords: Recycled bitumen, rejuvenators, dynamic shear rheometer (DSR), rheological characterization, complex modulus, phase angle.

1. INTRODUCCIÓN

El impulso al uso de técnicas de reciclado del material procedente del fresado en España se enmarca en la estrategia europea de descarbonización y economía circular, especialmente reforzada por el European Green Deal, el Plan de Acción para la Economía Circular y las nuevas normativas sobre residuos y materiales que priorizan la reutilización y el reciclado en sectores intensivos como la construcción. A nivel europeo, la reciente aprobación de normas que fortalecen la circularidad y restringen el traslado de residuos fuera de la UE ha incrementado la necesidad de valorizarlos localmente, favoreciendo soluciones como el reciclado de pavimentos asfálticos. En España, esta presión regulatoria converge con la actualización de los pliegos técnicos nacionales a través de la aprobación de las órdenes circulares 1 y 2/2023 que autorizan y promueven mayores porcentajes de material fresado en mezclas bituminosas. En este contexto, el sector avanza en el objetivo de optimizar su gestión y reutilización, garantizando que su reincorporación se realice conforme a criterios técnicos y ambientales adecuados.

A diferencia de otros materiales de construcción, el betún presente en el fresado conserva su capacidad de reorganización estructural, lo que permite su reutilización en distintos procesos de fabricación, tanto in situ como en central, y bajo diferentes condiciones térmicas. No obstante, el grado de envejecimiento del ligante y la proporción de material reutilizado condicionan de forma decisiva el comportamiento final del material. En este sentido, el empleo de aditivos rejuvenecedores resulta, en muchos casos, necesario para restaurar las propiedades del ligante y garantizar una respuesta mecánica efectiva y duradera.

Sin embargo, la evaluación de la eficacia de estos rejuvenecedores se basa habitualmente en criterios simplificados, como la recuperación de propiedades empíricas o la reducción de la rigidez del ligante, lo que puede conducir a interpretaciones incompletas del comportamiento viscoelástico del material. En particular, estos enfoques no permiten determinar si la reorganización interna del ligante se produce de forma coherente a lo largo de todo el espectro tiempo–temperatura [1], ni identificar posibles anomalías estructurales asociadas al proceso de regeneración.

2. OBJETIVO

El presente trabajo tiene como objetivo principal desarrollar una metodología de análisis reológico avanzado que permita evaluar la regeneración del ligante bituminoso desde una perspectiva estructural, más allá de los enfoques tradicionales basados exclusivamente en la reducción de rigidez o en la recuperación de propiedades empíricas.

De forma específica, el estudio tiene la finalidad de:

- Evaluar la utilidad de diferentes herramientas reológicas avanzadas (barridos de temperatura, barridos múltiples temperatura–frecuencia y ensayos de fluencia–recuperación) como base para una metodología integrada de análisis [1-7].
- Analizar la capacidad de distintos rejuvenecedores y estrategias de regeneración para restaurar de manera coherente la respuesta viscoelástica del ligante.
- Identificar patrones reológicos característicos que permitan diferenciar entre una simple reducción del módulo complejo y una verdadera reorganización

estructural del material.

• Establecer criterios que permitan detectar anomalías en el comportamiento del ligante, especialmente en condiciones dominadas por tiempos de relajación largos, es decir, a temperaturas elevadas y bajo solicitaciones de baja frecuencia (o largos tiempos de carga), representativas de condiciones de servicio con deformaciones lentas.

Cabe destacar que el objetivo del trabajo no es realizar una evaluación normativa de los rejuvenecedores, sino proponer un marco metodológico general que permita interpretar la respuesta reológica del ligante y facilitar la selección racional de soluciones de regeneración en sistemas bituminosos reutilizados.

3. METODOLOGÍA

La caracterización convencional de los ligantes bituminosos se apoya históricamente en ensayos empíricos como la penetración conforme la norma EN 1426 [9], el punto de reblandecimiento anillo–bola conforme la norma EN 1427 [10] y la viscosidad cinemática conforme la norma EN 12595 [11]. Estos parámetros permiten clasificar el material dentro de un rango normativo y verificar su comportamiento básico, pero su capacidad descriptiva es limitada: se trata de valores puntuales obtenidos en condiciones específicas que no capturan la naturaleza viscoelástica del ligante ni su evolución en el dominio tiempo–temperatura.

Esta limitación se acentúa cuando se incorporan rejuvenecedores. Una recuperación de penetración o una disminución del punto de reblandecimiento pueden indicar una reducción de rigidez, pero no permiten discernir si se ha producido una verdadera reorganización estructural del sistema coloidal del betún o simplemente una plastificación transitoria. En otras palabras, los ensayos empíricos informan de "cuánto se ha ablandado" el material, pero no de "cómo se comporta" estructuralmente tras la intervención.

Por este motivo, el presente trabajo propone un sistema de caracterización reológica avanzada orientado a analizar el comportamiento viscoelástico del ligante reutilizado en todo su espectro de solicitación. El enfoque se fundamenta en el uso de un reómetro de corte dinámico (DSR), tomando como referencia el procedimiento descrito en la norma EN 14770 [12], pero ampliando el rango de estudio más allá de su aplicación estrictamente normativa.

Sobre esta base se desarrolla un barrido combinado de temperatura de 5 a 80 ºC y frecuencia de 0 a 21 Hz [1-7] que permite generar una representación tridimensional del comportamiento del ligante. Este tratamiento posibilita estudiar el material en distintos regímenes tiempo–temperatura e identificar patrones que no se evidencian mediante un único valor de módulo complejo o penetración. Complementariamente, se incorpora el ensayo de fluencia–recuperación bajo múltiples esfuerzos repetidos (MSCR) [6-7], siguiendo las directrices generales de la norma EN 16659 [13], no con finalidad clasificatoria sino como herramienta interpretativa bajo cargas repetidas.

La combinación de ambos ensayos —barrido múltiple temperatura–frecuencia y MSCR— permite analizar de forma integrada la eficiencia disipativa del ligante y su estabilidad estructural relativa, es decir, el equilibrio entre almacenamiento y disipación de energía frente a variaciones térmicas y solicitaciones cíclicas.

4. CRITERIOS DE INTERPRETACIÓN REOLÓGICA PARA EVALUAR LA REESTRUCTURACIÓN DEL LIGANTE

Una vez definido el marco metodológico, resulta imprescindible establecer los criterios que se van a seguir para la evaluación de los resultados obtenidos.

En este contexto, el interés no se centra únicamente en constatar una reducción de rigidez, sino en identificar patrones reológicos compatibles con una restitución equilibrada de los mecanismos de almacenamiento y disipación de energía. Se establecen a continuación los criterios de lectura que permitirán interpretar las representaciones gráficas posteriores. Estos criterios se apoyan en el marco conceptual del espectro de relajación y la organización estructural del ligante:

Marco conceptual: espectro de relajación y organización estructural del ligante

El comportamiento reológico de un ligante bituminoso puede entenderse como la respuesta conjunta de diferentes componentes coloidales, cada uno con su pro-

pio tiempo de reacción frente a una solicitación mecánica. El conjunto de estos tiempos se conoce como espectro de relajación y representa los distintos tiempos que gobiernan la respuesta del material [1]: cuando la solicitación es más rápida que un tiempo característico determinado, la fracción asociada responde de forma predominantemente elástica; cuando es más lenta, esa misma fracción dispone de tiempo suficiente para relajarse y disipar energía de manera viscosa.

En el caso del betún, este espectro no se concentra en un único tiempo dominante —como podría sugerir una transición vítrea bien definida [1,4]— sino que se distribuye de forma amplia y continua, reflejando su naturaleza coloidal y la coexistencia de múltiples mecanismos de interacción estructural. Desde el punto de vista composicional, este comportamiento está gobernado por la denominada fracción SARA [14] (saturados, aromáticos, resinas y asfaltenos) [8], que describe las principales familias químicas del ligante y cuya interacción define tanto su organización interna como su respuesta reológica.

En términos reológicos:

- Dominios de relajación rápidos (tiempos de relajación cortos) reflejan respuestas dominadas por fracciones más móviles del sistema (saturados y aromáticos), donde los mecanismos viscosos tienen mayor peso relativo.
- Dominios de relajación lentos (tiempos de relajación largos) están asociados a estructuras con mayor grado de interacción interna (asfaltenos), cuya reorganización requiere más tiempo y que contribuyen de forma significativa al almacenamiento elástico de energía.

Limitaciones de la observación puntual

El ensayo de barrido de temperaturas conforme a EN 14770 [12], realizado a 1,59 Hz, responde a una condición frecuencial convencional adoptada en el ámbito de carreteras como referencia representativa de solicitaciones en servicio, cuyo origen se encuentra en los criterios del programa SHRP (Strategic Highway Research Program) y su desarrollo posterior en el sistema Superpave (Superior Performing Asphalt Pavements) [15]. Este enfoque permite establecer una base común de comparación entre ligantes y comenzar a distinguir tendencias entre materiales envejecidos y tratados.

No obstante, restringir el análisis a una única frecuencia limita la capacidad de detectar posibles anomalías en regímenes dominados por tiempos de relajación largos (frecuencias bajas). Dichas anomalías pueden no manifestarse de forma evidente en el dominio normativo, aunque sí pueden hacerse visibles a temperaturas elevadas o cuando se amplía el rango frecuencial. Por tanto, el análisis se extiende al barrido múltiple temperatura–frecuencia, lo que permite una lectura más completa del comportamiento viscoelástico.

Representación tridimensional y necesidad de seccionamiento

El barrido múltiple genera una representación tridimensional (figura 1) en la que pueden analizarse simultáneamente el módulo complejo (G*), sus componentes elástica (G') y viscosa (G''), el ángulo de fase (δ) y otras variables reológicas en función de temperatura y frecuencia.

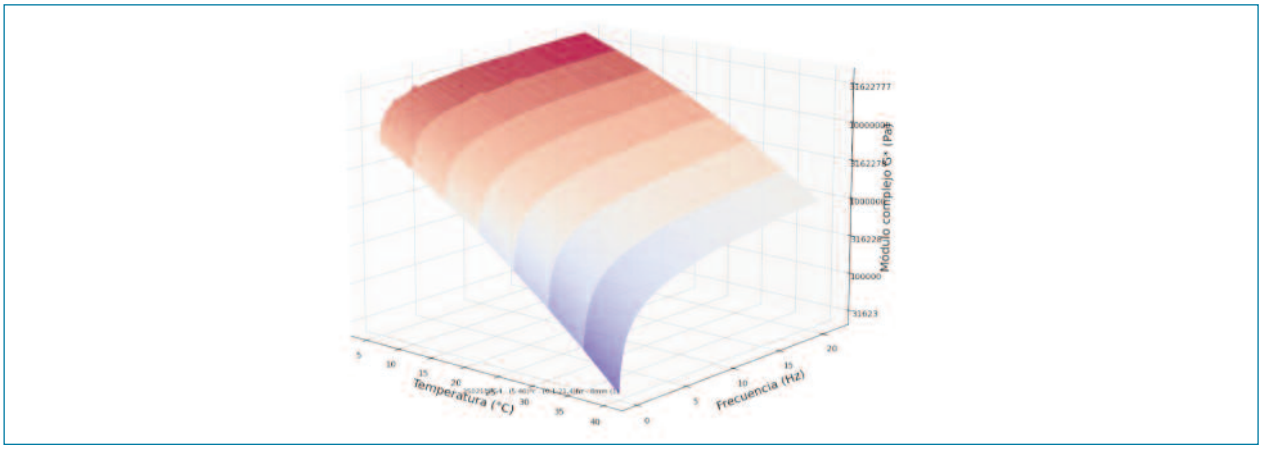


Figura 1. Ejemplo de módulo complejo en función de temperatura y frecuencia

Sin embargo, estas superficies 3D son de difícil lectura directa. Por ello, el análisis se apoya en planos seccionados:

- **Isócronas**: gráficos 2D en función de la temperatura a frecuencia constante.
- **Isotermas**: gráficos 2D en función de la frecuencia a temperatura constante.

A través de las isócronas se puede comparar tendencias, evaluar la sensibilidad térmica del material y detectar posibles divergencias en condiciones de temperatura elevada. No obstante, la superposición de curvas en este plano puede dificultar la identificación precisa de irregularidades estructurales.

En cambio, las isotermas ofrecen una sección transversal que separa mejor los datos y facilita la detección de comportamientos no lineales y desviaciones en regímenes dominados por frecuencias bajas, donde los mecanismos de relajación lenta adquieren mayor relevancia estructural.

De forma complementaria, se emplean diagramas de Black, que representan el módulo complejo (G*) en función del ángulo de fase (δ) independientemente de la temperatura y la frecuencia. Esta proyección permite evaluar la coherencia reológica del material y detectar desviaciones en el equilibrio entre almacenamiento y disipación de energía, aunque no es tan evidente de observar como en los planos temperatura–frecuencia de la temperatura de cruce que se explica en el siguiente subapartado. En particular, este diagrama ayuda a observar los desplazamientos o dispersiones anómalas a altos valores de temperatura (bajos módulos) que pueden indicar alteraciones en los mecanismos estructurales dominantes.

Temperatura de cruce como indicador de estabilidad relativa

Del análisis tridimensional de la componente elástica (G') y viscosa (G") (figura 2) se obtienen dos superficies cuya intersección define la condición:

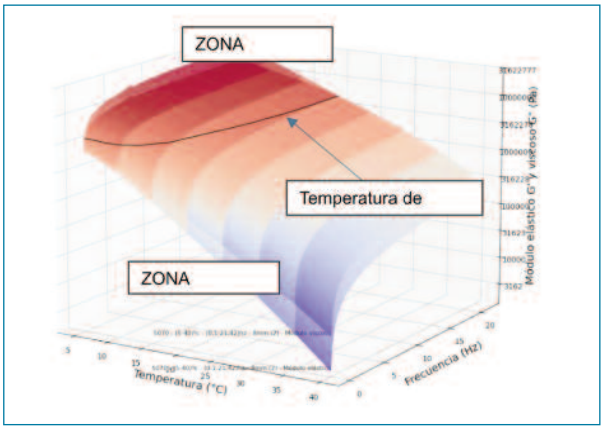


Figura 2. Ejemplo de la intersección entre el módulo elástico y viscoso

Esta intersección genera la denominada temperatura de cruce. Al proyectar la curva de cruce sobre el plano frecuencia–temperatura, se obtiene una representación que permite analizar la evolución del equilibrio entre almacenamiento y disipación de energía frente al incremento térmico. Sin embargo, la representación en los otros dos planos posibles no son métodos que puedan describir correctamente la jerarquía de patrones.

Desde un punto de vista reológico:

- Una temperatura de cruce más elevada indica que el componente elástico mantiene su predominio relativo en un rango térmico más amplio.
- Una temperatura de cruce más baja sugiere una transición más temprana hacia un comportamiento dominado por la disipación.

En este trabajo, la temperatura de cruce no se interpreta como un valor absoluto de desempeño, sino como un indicador comparativo de estabilidad relativa del equilibrio G'–G" entre distintas formulaciones.

Correlación con el ensayo de fluencia–recuperación

Desde una perspectiva complementaria, y trasladando el análisis al dominio de solicitaciones cíclicas a esfuerzo constante, el ensayo de fluencia–recuperación múltiple (MSCR), basado en la norma EN 16659 [13], proporciona representaciones bidimensionales de deformación de corte en función del tiempo y los ciclos de carga.

Aunque la norma europea EN 16659 [13] describe el procedimiento y los parámetros de evaluación sin establecer categorías de clasificación, en otros marcos nor-

mativos —como la norma estadounidense [6,7] AASHTO T350 [16]— el MSCR se utiliza con fines clasificatorios según la norma [6,7] AASHTO M332 [17]. En el presente estudio no se adopta ningún esquema de clasificación; los parámetros obtenidos se emplean exclusivamente como indicadores comparativos del comportamiento estructural.

Se ha observado que los parámetros derivados del MSCR presentan una correlación consistente con la evolución de la temperatura de cruce en el plano frecuencia–temperatura. Ambos enfoques, desde perspectivas distintas, permiten evaluar la estabilidad estructural relativa del ligante frente a solicitaciones repetidas y frente al incremento térmico. De este modo, el análisis en el dominio frecuencia–temperatura y el análisis en el dominio tiempo–esfuerzo convergen en una lectura estructural coherente del ligante.

5. CASO PRÁCTICO

El conjunto de resultados se basa en un escenario experimental correspondiente a una mezcla compuesta por un 25% de material fresado (RA) y un 75% de betún B50/70, cuyo objetivo reológico es reproducir el comportamiento de un betún B50/70 virgen mediante la adición de distintos rejuvenecedores, es decir, conseguir el mismo módulo complejo (G*) y ángulo de fase (δ). Como referencia adicional, se incluye un betún B70/100, así como una mezcla alternativa compuesta por 25% de RA y 75% de B160/220 sin rejuvenecedor, con el mismo objetivo de ajuste reológico.

La dosificación de los rejuvenecedores se determinó ajustando la cantidad necesaria para alcanzar una penetración equivalente a la de un B50/70 virgen, de acuerdo con la norma EN 1426. Todas las muestras fueron sometidas a envejecimiento mediante ensayo RTFOT (Rolling Thin Film Oven Test) de la norma EN 12607-1 [18] con el objetivo de simular el envejecimiento y determinar la sensibilidad a la oxidación.

Las muestras analizadas se estructuran de la siguiente manera:

- **M0**: B50/70 (M0.1–M0.5) y B70/100 (M0 – 70/100) como referencia objetivo.
- **M1**: RA + B50/70 (M1.1 y M1.2) como referencia de partida.
- **M2**: RA + B50/70 + rejuvenecedor A.
- **M3**: RA + B50/70 + rejuvenecedor B.
- **M4**: RA + B50/70 + rejuvenecedor C.
- **M5**: RA + B160/220 (M5.1 y M5.2).

Análisis mediante el barrido de temperaturas con parámetros de la norma EN 14770 (isócronas)

Como primer acercamiento, se presenta el módulo complejo obtenido mediante barrido de temperatura siguiendo la norma EN 14770 [12]. Dada la densidad de muestras, se dividen los resultados en dos gráficos: el primero en la figura 3 muestra únicamente los betunes objetivo M0 y las mezclas M1 de referencia de donde se parte. La muestra M1.1 no presenta resultados coherentes a temperaturas altas:

El segundo gráfico en la figura 4 muestra las mezclas

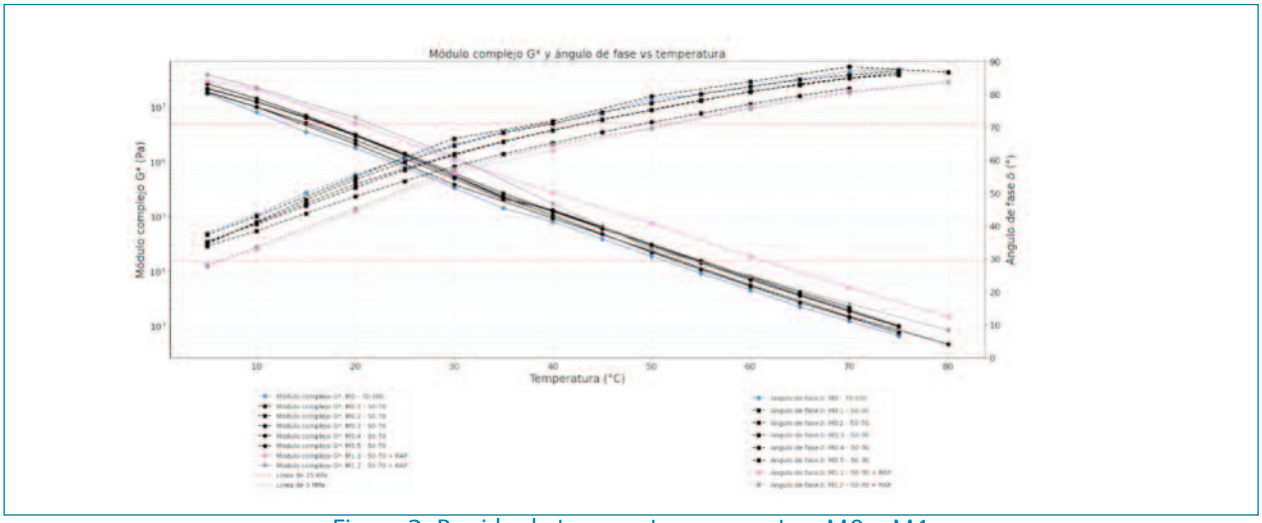


Figura 3. Barrido de temperaturas, muestras M0 y M1

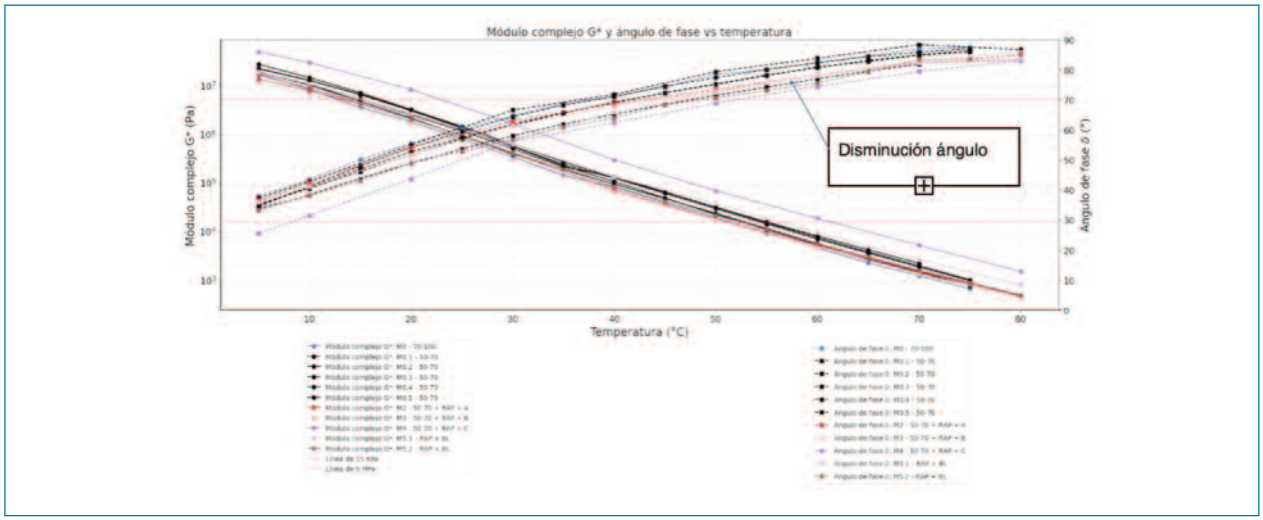


Figura 4. Barrido de temperaturas, muestras M0, M2, M3, M4 y M5

rejuvenecidas y con betunes blandos **(M2–M5)** comparadas con las mezclas objetivo **M0**:

Ante la dificultad visual para clasificar las muestras, se utilizan las referencias normativas de 5 MPa y 15 kPa con los resultados en la tabla 1 y tabla 2. Se observa que la mezcla rejuvenecida M3(B) es la que consigue siempre reducir más el módulo complejo incluso por debajo de M0(B70/100), mientras que la muestra M2(A) alcanza resultados por debajo de los valores objetivo M0(B50/70), y en cierta medida las muestras M5 mezcladas con el betún blando y sin rejuvenecedor. La muestra M4(C) es afectada por el efecto de la oxidación del RTFOT envejeciendo la muestra.

Tabla 1. Criterio de 5 MPa según la norma EN 14770

Posición según G* a 5 MPa	Muestra	Temperatura a G* = 5 MPa [°C]	Ángulo de fase (δ) [°]
1	M3 - 50-70 + RAP + B	11,84	42,97
2	M0 - 70-100	12,81	47,17
3	M5.2 - RAP + BL	13,36	41,41
4	M2 - 50-70 + RAP + A	13,72	46,72
5	M0.5 - 50-70	14,46	48,22
6	M0.2 - 50-70	15,14	47,01
7	M5.1 - RAP + BL	15,24	44,41
8	M0.3 - 50-70	16,53	47,77
9	M0.4 - 50-70	16,74	45,54
10	M0.1 - 50-70	17,02	50,42
11	M1.1 - 50-70 + RAP	20,12	44,61
12	M1.2 - 50-70 + RAP	21,46	47,00
13	M4 - 50-70 + RAP + C	22,96	47,36

Tabla 2. Criterio de 15 kPa según la norma EN 14770

Posición según G* a 15 kPa	Muestra	Temperatura a G* = 15 kPa [°C]	Ángulo de fase (δ) [°]
1	M3 - 50-70 + RAP + B	51,03	73,37
2	M2 - 50-70 + RAP + A	51,25	73,95
3	M0 - 70-100	51,48	78,88
4	M5.2 - RAP + BL	52,57	71,82
5	M0.1 - 50-70	52,62	71,82
6	M0.5 - 50-70	53,04	78,73
7	M0.3 - 50-70	54,49	80,66
8	M1.2 - 50-70 + RAP (*)	54,59	77,90
9	M0.2 - 50-70	54,89	72,35
10	M0.4 - 50-70	55,17	77,92
11	M5.1 - RAP + BL (**)	56,62	74,22
12	M1.1 - 50-70 + RAP	61,51	76,84
13	M4 - 50-70 + RAP + C	61,55	75,17

(*): Valor muy desviado, debería tener temperaturas más elevadas

(**): Valor un poco desviado, debería tener temperaturas más bajas

La simple disminución del módulo no garantiza la recuperación estructural: el análisis del ángulo de fase evidencia diferencias importantes. Aunque el criterio basado en valores de módulo complejo (como 5 MPa o 15 kPa) resulta útil para establecer puntos de comparación entre ligantes, su interpretación presenta limitaciones cuando se analiza el ángulo de fase. En estos puntos, las muestras no se encuentran necesariamente en estados estructurales equivalentes, sino en condiciones definidas únicamente por el valor del módulo complejo (G*). Por lo tanto, no es correcto hacer una jerarquía estructural del ángulo de fase (δ) en puntos definidos por un criterio del módulo complejo (G*), y sin una condición normativa para el ángulo de fase, el análisis es visual.

En particular, los ligantes con betún blando (M5) mantienen un carácter más elástico, mientras que las mezclas rejuvenecidas (M2(A) y M3(B)) alcanzan el rango de ángulo de fase de los betunes objetivo M0(B50/70), aunque esta tendencia se pierde a temperaturas elevadas. Esto indica que, si bien la rigidez se recupera o mejora, la reorganización interna del material no es completamente homogénea en todo el espectro térmico, mostrando anomalías principalmente en regímenes de temperatura alta donde dominan los tiempos de relajación largos.

Además, la muestra rejuvenecida M3(B) que es la que consigue reducir más el módulo complejo, no es la que aumenta más el ángulo de fase, es decir que la muestra M2(A) consigue mejor reestructuración respecto M3(B).

Análisis mediante el diagrama de Black

Como complemento al barrido de temperaturas conforme a la norma EN 14770 [12], se analiza el diagrama de Black obtenido a partir del barrido múltiple temperatura–frecuencia (0–80 °C; 0–21 Hz). En este caso se representan las muestras M0 (sin incluir el B70/100), M2(A), M3(B), M5.1 y M5.2.

En primer lugar, se presenta el diagrama en formato de distribución de puntos experimentales: |G*| frente a δ en la figura 5. Esta representación permite observar el comportamiento del ángulo de fase a lo largo de todo el

espectro reológico sin depender explícitamente de la temperatura. En la zona correspondiente a módulos bajos —asociados a temperaturas elevadas— las muestras rejuvenecidas M2(A) y M3(B) muestran una desviación respecto a la tendencia principal de los datos. Esta dispersión no se aprecia en las mezclas con betún blando M5.1 y M5.2, cuyos puntos mantienen una alineación más coherente con la referencia M0.

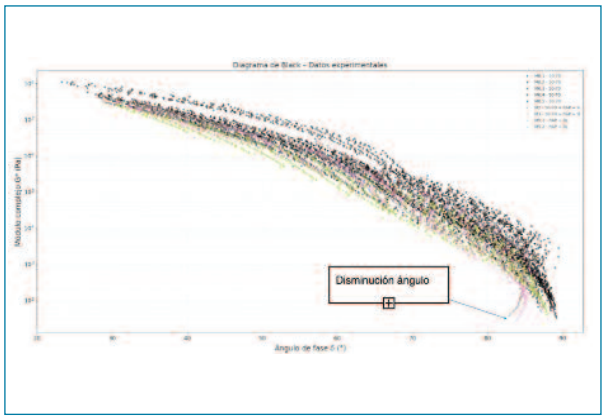


Figura 5. Diagrama de Black con datos experimentales, muestras M0, M2, M3, M5

Esta observación refuerza lo detectado previamente en el barrido de temperaturas: la reducción de rigidez conseguida con determinados rejuvenecedores no implica necesariamente una respuesta estructural homogénea en todo el dominio térmico, apareciendo irregularidades en regímenes de alta temperatura.

Posteriormente, al representar las mismas muestras mediante curvas suavizadas ajustadas con splines en la figura 6, se obtiene una visión más continua de la tendencia global. Aunque estas curvas sugieren que las mezclas con betún blando presentan un comportamiento ligeramente más elástico, el diagrama de Black —incluso con ajuste matemático— no constituye una herramienta suficientemente precisa para establecer de forma concluyente qué formulación mantiene un mayor predominio elástico o viscoso.

Por tanto, el diagrama de Black se emplea aquí como herramienta de verificación cualitativa de posibles anomalías en el ángulo de fase, especialmente a módulos bajos, pero no como criterio definitivo de caracterización estructural. La evaluación cuantitativa del equilibrio entre almacenamiento y disipación se abordará en

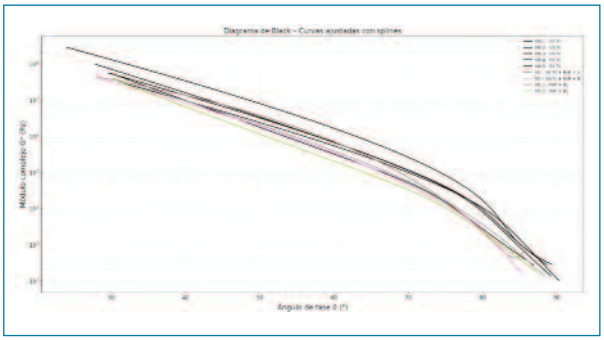


Figura 6. Diagrama de Black con ajuste de splines, muestras M0, M2, M3, M5

el siguiente bloque mediante el análisis de la temperatura de cruce.

Análisis mediante la temperatura de cruce

Tras comprobar que el diagrama de Black no permite caracterizar con suficiente precisión el equilibrio viscoelástico entre las muestras, se presenta el análisis de temperatura de cruce, el cual permite describir con mayor claridad la estabilidad estructural relativa del ligante.

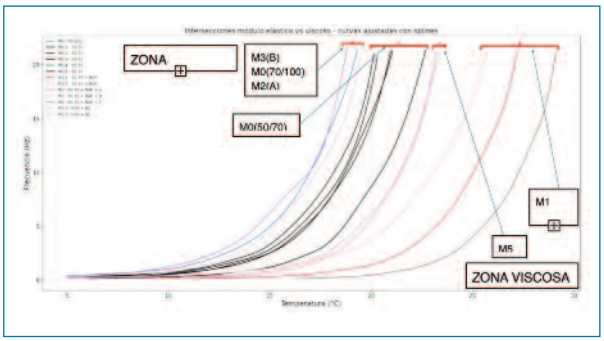


Figura 7. Temperatura de cruce, muestras M0, M1, M2, M3, M4 y M5

En la representación conjunta de todas las muestras en la figura 7 se observa con claridad la jerarquía estructural esperada: las mezclas de referencia de partida M1 se sitúan en posiciones más elásticas en el extremo derecho, mientras que los betunes objetivo M0(B50/70), de color negro, muestran un comportamiento más viscoso. El M0(B70/100) aparece desplazado ligeramente hacia la zona más viscosa, coherente con su menor rigidez.

Este gráfico permite además visualizar de forma directa el efecto de los dos enfoques de rejuvenecimiento considerados. Partiendo de las muestras de referencia

M1 desplazadas a la derecha, cuando se sustituye la fracción de ligante aportado por un betún blando (M5), las curvas permanecen claramente desplazadas hacia la zona elástica respecto a los betunes objetivo M0(B50/70), indicando que este método resulta poco eficaz para reproducir la estructura viscoelástica del ligante de referencia.

En cambio, los betunes rejuvenecidos M2(A) y M3(B) muestran un desplazamiento notable hacia la zona viscosa por debajo del rango de los betunes objetivo M0(B50/70), alcanzando incluso posiciones alrededor de M0(B70/100). Entre ellos, M2(A) presenta un comportamiento ligeramente más viscoso que M0(B70/100) y M3(B). La única excepción corresponde a M4(C), cuya respuesta se ve claramente afectada por la oxidación del RTFOT, desplazándose nuevamente hacia niveles próximos a las muestras de referencia M1.

A priori, este comportamiento resulta coherente con los resultados del barrido de temperaturas, donde las muestras rejuvenecidas presentan un módulo complejo inferior al de las mezclas de referencia M0(B50/70). Sin embargo, aparece una aparente contradicción al analizar el ángulo de fase en el mismo barrido de temperaturas. En las isócronas representadas a 1,59 Hz se observa que algunas muestras objetivo M0 alcanzan valores de ángulo de fase superiores que M3(B), y muy levemente respecto M2(A). Esta observación genera una paradoja aparente, ya que, si los rejuvenecidos presentan una temperatura de cruce anterior, su comportamiento también debería reflejarse a temperaturas bajas en un mayor ángulo de fase en el barrido de temperaturas porque anticipa antes la condición G"'"=G""(δ=45°).

La explicación de esta aparente incoherencia se obtiene al analizar la evolución de la temperatura de cruce a frecuencias bajas. Si se observa la línea correspondiente a 1,59 Hz en la figura 8, en este caso la jerarquía estructural entre M2(A), M3(B) y M0 aún se mantiene, a diferencia del ensayo de barrido temperaturas a 1,59 Hz con la normativa EN 14770 ya que son probetas diferentes. Sin embargo, al reducir progresivamente la frecuencia se aprecia que las curvas de M2(A) y M3(B) dejan de mantener la tendencia aproximadamente paralela del resto de muestras y comienzan a desplazarse hacia comportamientos relativamente más elásticos, y en especial M3(B) queda más elástico que las muestras M0.

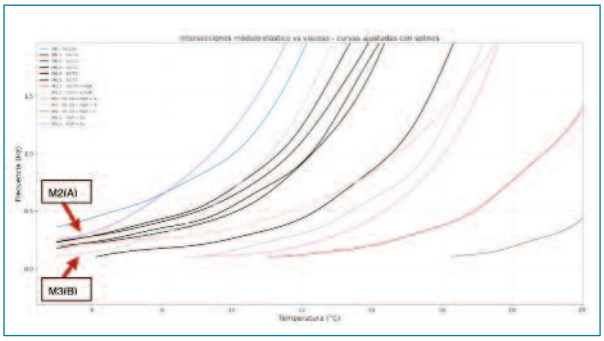


Figura 8. Temperatura de cruce a frecuencias bajas, muestras M0, M1, M2, M3, M4 y M5

En otras palabras, los ligantes rejuvenecidos muestran una pérdida de viscosidad relativa a bajas frecuencias, revelando una mayor componente elástica en condiciones de solicitación lenta. Este comportamiento explica por qué el ángulo de fase global, sobre todo de M3(B), observado en el barrido de temperaturas, según la norma EN 14770, a temperaturas bajas puede resultar inferior al de algunos betunes objetivo M0(B50/70), a pesar de que su temperatura de cruce aparezca a temperaturas más bajas. Si bien no es evidente aún este fenómeno, se puede comparar gráficos a diferentes isócronas de 0,21Hz, 1,5Hz, 9Hz y 21Hz, donde se haría evidente que a medida que se reduce la frecuencia (0,21Hz y 1,5 Hz), el ángulo de fase de la muestra rejuvenecida M3(B) se va reduciendo por debajo de los betunes M0(B50/70), y en menor medida M2(A). Esta observación no se mostrará en este artículo.

Por tanto, el análisis conjunto del barrido de temperaturas y de la temperatura de cruce revela que los rejuvenecedores introducen anomalías reológicas localizadas en condiciones de temperatura elevada y baja frecuencia, es decir en dominios de relajación lenta donde se expresan los asfaltenos. Estas desviaciones no se detectan con la misma claridad en las muestras modificadas con betún blando, debido a que estas no consiguen una reestructuración suficientemente significativa del ángulo de fase.

En consecuencia, el ángulo de fase emerge como el parámetro que mejor delata el efecto real del rejuvenecimiento, mostrando cómo las muestras rejuvenecidas al-

canzan temperaturas de cruce más tempranas, pero presentan una evolución menos pronunciada del ángulo de fase al aumentar la temperatura. Esto implica que, a temperaturas elevadas, su comportamiento tiende a ser relativamente más elástico.

Intentar cuantificar esta sensibilidad térmica mediante derivadas parciales hessianas del ángulo de fase —es decir, analizando la curvatura local de la superficie δ(T, f) a partir de segundas derivadas respecto a la temperatura y la frecuencia— no resulta adecuado, ya que el fenómeno es altamente sensible a pequeñas irregularidades presentes en los datos discretos.

Ante la complejidad que introduce la interpretación del ángulo de fase, el diagrama de temperatura de cruce surge como el mejor descriptor de la estabilidad estructural relativa. En el siguiente bloque de resultados se centra en el análisis mediante isotermas, que permiten aislar el efecto de la frecuencia y aporta otro punto de vista que demuestra estas desviaciones estructurales.

Análisis mediante el barrido de frecuencias (isotermas)

Las isotermas permiten realizar una lectura reológica más localizada de los resultados, al analizar la evolución del material en función de la frecuencia manteniendo constante la temperatura. De este modo se reduce la superposición de efectos temperatura–frecuencia observada en los análisis anteriores.

Dado que los resultados previos ya han evidenciado que las mezclas con betunes blandos M5 y la muestra M4(C) no constituyen soluciones viables de regeneración, estas se excluyen del análisis isotérmico para centrar la comparación en los ligantes rejuvenecidos M2(A) y M3(B).

Como ejemplo representativo se muestra la isoterma a 10 °C en la figura 9. En este gráfico se observa que la muestra M3(B) continúa siendo la que consigue una mayor reducción del módulo complejo, incluso situándose ligeramente por debajo de los niveles de las muestras M0. Sin embargo, el ángulo de fase no sigue una correlación jerárquica equivalente. Aunque las diferencias son pequeñas, esta desviación se vuelve progresivamente más evidente a frecuencias bajas.

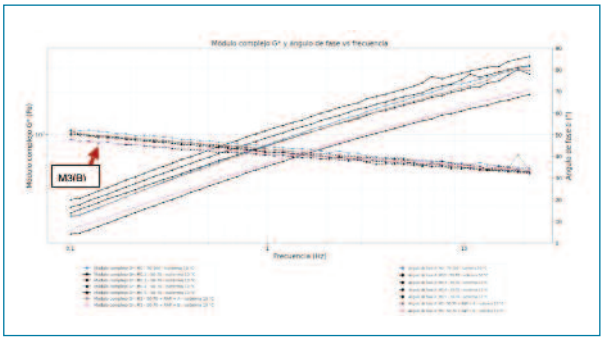


Figura 9. Barrido de frecuencias a 10 °C, muestras M0, M2 y M3

En contraste, la muestra M2(A) también consigue reducir el módulo complejo hasta niveles comparables a los de M0, pero su ángulo de fase mantiene una coherencia estructural mayor con el comportamiento esperado para un B50/70, aunque la correspondencia no sea completamente perfecta.

En conjunto, los métodos aplicados hasta este punto indican que, entre los rejuvenecedores M2(A) y M3(B), el primero es el que consigue una mejor regeneración del ángulo de fase en relación con el nivel de módulo complejo correspondiente, además de minimizar en mayor medida las anomalías observadas a temperaturas elevadas y frecuencias bajas.

Las isotermas también permiten analizar con mayor claridad las anomalías detectadas a temperaturas elevadas. Para ello se representa la isoterma a 60 °C en la figura 10, utilizando la descomposición del módulo complejo en sus componentes elástico (G') y viscoso (G"), dado que el ángulo de fase es consecuencia directa de la relación entre ambos.

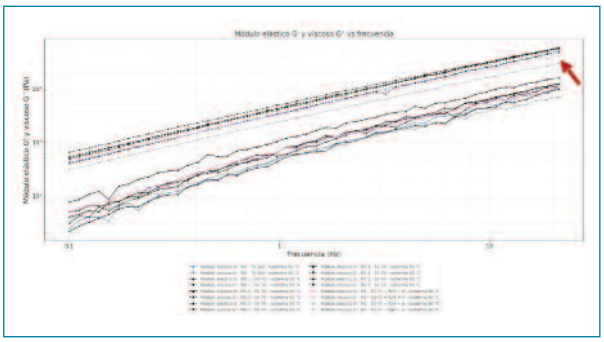


Figura 10. Barrido de frecuencias a 60 °C, muestras M0, M2 y M3

En esta representación puede plantearse la hipótesis de que la reducción del ángulo de fase a temperaturas altas observada en las muestras rejuvenecidas está asociada principalmente al comportamiento del módulo viscoso. Este efecto se aprecia con mayor claridad en la muestra M3(B), donde la jerarquía relativa entre los módulos elástico y viscoso parece desviarse respecto al patrón observado en las muestras de referencia M0.

Tomando como referencia los valores de M0, que representan el comportamiento estructural esperado, se observa que los módulos elásticos de las muestras rejuvenecidas mantienen posiciones relativamente próximas, mientras que sus módulos viscosos tienden a situarse por debajo de los correspondientes a M0. Esta desviación se interpreta como un posible origen de las anomalías detectadas en el ángulo de fase.

Cabe señalar que esta observación resulta difícil de identificar visualmente, ya que el gráfico se representa en escala logarítmica y las diferencias se manifiestan principalmente en el rango de frecuencias altas. A frecuencias bajas el patrón se vuelve menos evidente, debido a que las pendientes de los módulos se vuelven más planas, fenómeno análogo al observado en el ángulo de fase de las isócronas.

A frecuencias bajas, sin embargo, no es posible atribuir de forma directa este comportamiento a uno de los componentes del módulo complejo, ya que los patrones de referencia resultan más difíciles de interpretar y no se representarán en este artículo. No obstante, el hecho de que en las isotermas a temperaturas elevadas la anomalía parezca asociarse principalmente al módulo viscoso sugiere que podría tratarse de un fenómeno relacionado en regímenes dominados por tiempos de relajación largos donde los asfaltenos delatan su comportamiento. En este sentido, aunque no existe evidencia suficiente para afirmarlo de forma concluyente, es razonable plantear la hipótesis de que un comportamiento análogo podría manifestarse también en condiciones equivalentes caracterizadas por regímenes de relajación lentos también a frecuencias bajas.

Desde una perspectiva estructural, el sistema muestra una tendencia coherente: los valores correspondientes a frecuencias altas y temperaturas bajas actúan como puntos de referencia más estables del material. A medida que el análisis se desplaza hacia temperaturas altas o frecuencias bajas, los dominios intermedios y cortos dejan de actuar, las pendientes del ángulo de fase se reducen y el comportamiento reológico pasa a estar más condicionado por la estructura introducida por los rejuvenecedores.

Análisis mediante el ensayo de fluencia-recuperación (MSCR).

Como último elemento de contraste experimental se incorpora el ensayo de fluencia–recuperación múltiple (MSCR), representando la deformación de corte acumulada bajo el nivel de esfuerzo de 3200 Pa a 60 °C, tal como propone la norma EN 16659 [13] en la figura 11 (la norma no hace referencia a la temperatura de ensayo).

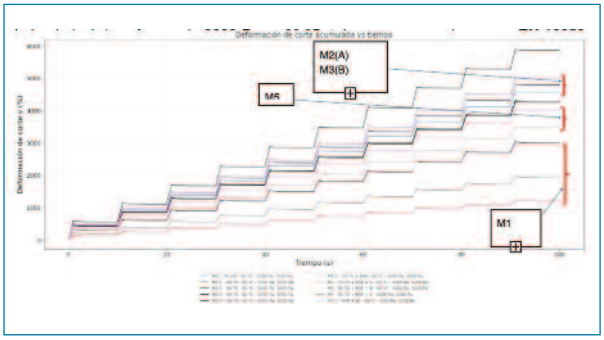


Figura 11. Ensayo de fluencia-recuperación a 3200 Pa

Aunque este ensayo suele emplearse en la práctica para evaluar la resistencia a la deformación permanente, en este estudio se utiliza principalmente como herramienta comparativa adicional, permitiendo contrastar si la jerarquía de comportamiento observada mediante los análisis reológicos previos se mantiene bajo solicitaciones de esfuerzo constante. Si bien el gráfico no deja claro la jerarquía de posiciones, se resume en la tabla 3 los resultados del cálculo de plasticidad (compliancia) los cuales muestran con gran precisión el orden jerárquico de deformación permanente.

El gráfico y la tabla obtenidos muestran una correlación muy cercana al diagrama de temperaturas de cruce. Mientras que el gráfico de temperatura de cruce describe la estabilidad estructural relativa del ligante en el dominio frecuencia–temperatura, el ensayo MSCR refleja la capacidad del material para resistir deformaciones

Tabla 3. Criterio de la complianza a 3200 Pa

Posición según la compliancia a 3,2 kPa	Muestra	Compliancia a 3,2 kPa [1/kPa]
1	M0.1 - 50-70	1,833
2	M2 - 50-70 + RAP + A	1,563
3	M0.2 - 50-70	1,497
4	M3 - 50-70 + RAP + B	1,485
5	M0 - 70-100	1,426
6	M0.4 - 50-70	1,339
7	M0.3 - 50-70	1,328
8	M5.2 - RAP + BL	1,249
9	M5.1 - RAP + BL	1,086
10	M0.5 - 50-70	0,939
11	M1.2 - 50-70 + RAP	0,906
12	M4 - 50-70 + RAP + C	0,599
13	M1.1 - 50-70 + RAP	0,373

permanentes en el dominio tiempo–esfuerzo. A pesar de tratarse de aproximaciones experimentales distintas, ambas representaciones conducen a una jerarquía de comportamiento muy similar entre las muestras.

En esta representación vuelve a observarse que las formulaciones obtenidas mediante sustitución por betunes blandos presentan una regeneración menos eficaz, mientras que la muestra M4(C) continúa mostrando el efecto de la oxidación inducida por el RTFOT, manteniéndose próxima a los niveles de referencia de los betunes M1.

Por su parte, las muestras rejuvenecidas se sitúan dentro del rango de comportamiento de las muestras objetivo M0, confirmando la capacidad de los rejuvenecedores para recuperar parcialmente la respuesta reológica del ligante. Dentro de este grupo, la muestra M2(A) presenta una deformación ligeramente superior a M3(B), manteniendo así el mismo patrón jerárquico relativo del ángulo de fase observado en los gráficos de temperatura de cruce, isotermas e isócronas.

En conjunto, la concordancia entre ambos enfoques experimentales refuerza la interpretación de que la temperatura de cruce constituye un indicador estructural robusto del comportamiento reológico, cuya evolución se refleja de forma consistente como indicador funcional en la respuesta de deformación plástica observada en el ensayo MSCR.

6. CONCLUSIONES

Se ha conseguido el objetivo principal de este trabajo, desarrollar una metodología reológica capaz de diferenciar el comportamiento de ligantes rejuvenecidos frente a la simple incorporación de betunes blandos, así como establecer criterios que permitan seleccionar el rejuvenecedor más adecuado a partir de parámetros reológicos avanzados.

Los resultados obtenidos muestran que la sustitución del ligante por betunes blandos no reproduce adecuadamente el comportamiento reológico de los betunes objetivo, evidenciando una capacidad limitada para regenerar de forma equilibrada la respuesta viscoelástica del material. Del mismo modo, el rejuvenecedor M4(C) queda descartado debido a su falta de estabilidad frente al envejecimiento por oxidación a corto plazo evaluado mediante RTFOT, situándose tras el envejecimiento en

niveles comparables a los betunes de referencia envejecidos.

La comparación final se establece entre los rejuvenecedores M2(A) y M3(B) en condiciones funcionales equivalentes. Los resultados indican que M3(B) presenta una mayor capacidad de reducción del módulo complejo, alcanzando incluso valores inferiores a los característicos de los betunes objetivo M0(B50–70). Sin embargo, esta mayor reducción del módulo se acompaña de una recuperación menos favorable del ángulo de fase, lo que sugiere que una eventual reducción de su dosificación para ajustar el módulo complejo podría acentuar todavía más esta desviación viscoelástica.

Por el contrario, el rejuvenecedor M2(A) mantiene el módulo complejo dentro del rango objetivo mientras conserva una relación más equilibrada con el ángulo de fase, mostrando un comportamiento reológico global más coherente con el esperado para los betunes de referencia. Bajo las condiciones evaluadas en este estudio, este equilibrio entre módulo complejo y ángulo de fase posiciona a M2(A) como el candidato más adecuado entre los analizados.

De forma adicional, los distintos métodos reológicos empleados revelan la presencia de comportamientos anómalos en las regiones dominadas por tiempos de relajación largos donde actúan los asfaltenos, especialmente en condiciones de temperaturas elevadas y bajas frecuencias. Es importante señalar que estas observaciones corresponden exclusivamente al análisis reológico del ligante, y que en el comportamiento real de las mezclas asfálticas intervienen múltiples factores asociados a la fabricación, la compactación y las condiciones de servicio. Por tanto, estas observaciones no deben interpretarse como una descalificación del uso de rejuvenecedores, sino como una evidencia de que su efecto sobre la estructura viscoelástica del ligante puede ser complejo y dependiente de su formulación.

A partir de los resultados obtenidos se plantea una hipótesis estructural del sistema reológico, según la cual las anomalías observadas no constituyen fenómenos aislados, sino la manifestación indirecta de una reorganización incompleta del espectro de relajación del ligante tras la adición del rejuvenecedor. En este escenario, los modos de relajación asociados a las estructuras más lentas y rígidas del material se debilitan, mientras que los mecanismos intermedios pierden parte de su coherencia temporal. Como consecuencia, la transmisión continua de la respuesta entre comportamientos dominados por elasticidad y viscosidad se vuelve menos eficiente, lo que se traduce en respuestas anómalas bajo solicitaciones prolongadas o de baja frecuencia. Esto sugiere que se necesitan más pruebas que analicen la vida útil del material, aunque los ensayos a fatiga que analizan este fenómeno, como la norma AASHTO T391 [19], se descartaron del proyecto por no obtener datos correctos.

Aunque se exploraron adicionalmente otros procedimientos —incluyendo referencias normativas estadounidenses y ensayos no normalizados— el análisis mostró que estos dos ensayos, utilizados de forma coordinada, proporcionan una visión suficientemente completa del comportamiento viscoelástico y de la respuesta frente a deformación permanente.

Desde el punto de vista metodológico, los resultados también ponen de manifiesto que la evaluación de la regeneración del ligante no debe basarse únicamente en la reducción del módulo complejo, ya que esta variable por sí sola puede inducir interpretaciones incompletas del comportamiento reológico. En este sentido, el ángulo de fase se revela como un parámetro especialmente sensible para identificar la coherencia estructural del material tras la regeneración. Entre las herramientas analíticas empleadas, el gráfico de temperaturas de cruce ha demostrado ser el indicador más representativo del equilibrio viscoelástico del sistema, especialmente cuando se interpreta juntamente con isotermas e isócronas, que permiten identificar posibles anomalías asociadas a determinados dominios de relajación. De forma complementaria, el ensayo de fluencia–recuperación (MSCR) aporta una validación funcional adicional al correlacionar el comportamiento estructural con la respuesta frente a deformación permanente. En contraste, representaciones clásicas como el plano Cole–Cole o el diagrama de Black presentan una utilidad más limitada en este contexto, ya que la dispersión de las nubes de puntos dificulta establecer patrones jerárquicos claros o realizar regresiones interpretativas robustas. Así como también los ensayos a fatiga presentan dificultad de obtener datos precisos.

Finalmente, cabe destacar que el principal aporte de

este trabajo no reside únicamente en la comparación entre los rejuvenecedores analizados, sino en la propuesta de una metodología reológica integrada basada en el uso combinado de barridos de temperatura y frecuencia y ensayos de fluencia–recuperación, que no ha sido descrita de forma sistemática en la literatura técnica. Este enfoque permite analizar de forma sistemática la coherencia estructural del ligante y constituye una herramienta potencialmente aplicable a cualquier proporción de betún envejecido, betún virgen o rejuvenecedor, proporcionando un marco metodológico general para la selección racional de rejuvenecedores en sistemas bituminosos reciclados.

7. BIBLIOGRAFÍA

Publicaciones técnicas y científicas

1. Mezger, T. G. (2018). Reología aplicada. Anton Paar GmbH, Austria.
2. Gutiérrez Muñiz, Á. (2022). Cómo reducir la rigidez y fragilidad del asfalto debida a la oxidación del mismo. Revista ASEFMA, nº 44, Vol. XII, Primer trimestre.
3. Mateos Moreno, Á., & Soares, J. B. (2015). El módulo dinámico de la mezcla bituminosa: importancia, evaluación y estimación. Revista ASEFMA, nº 16, Vol. V, Primer trimestre.
4. Villegas-Villegas, R. E., Baldi-Sevilla, A., Aguiar Moya, J. P., & Loría-Salazar, L. G. (2019). Estudio físico-químico de la oxidación del betún asfáltico y su relación con la fatiga a temperaturas intermedias de servicio. Revista Carreteras, nº 225 (julio–agosto), número especial.
5. Gutiérrez Muñiz, Á., & Benítez López, R. (2020). Nuevo método de prueba para determinar el potencial de fractura del ligante asfáltico. Revista Carreteras, número especial.
6. Delgado Alamilla, H., & Flores Flores, M. (2015). Caracterización de propiedades de desempeño de ligantes asfálticos modificados con aditivos promotores de adherencia. Instituto Mexicano del Transporte.
7. Delgado Alamilla, H., & Flores Flores, M. (2015). Caracterización mecánica de una mezcla tibia con aditivos químicos. Instituto Mexicano del Transporte.
8. Pérez Jiménez, F. E., & Bardesi Orué-Echevarría, A. (2006). Manual para la caracterización de ligantes y másticos bituminosos. Red Ibero – Latinoamericana de Investigación en Carreteras, España.

Publicaciones técnicas y científicas

9. UNE-EN 1426. Betunes y ligantes bituminosos. Determinación de la penetración con aguja.
10. UNE-EN 1427. Betunes y ligantes bituminosos. Determinación del punto de reblandecimiento. Método del anillo y bola.
11. UNE-EN 12595. Betunes y ligantes bituminosos. Determinación de la viscosidad cinemática.
12. UNE-EN 14770. Betunes y ligantes bituminosos. Determinación del módulo complejo de corte y del ángulo de fase mediante reómetro de corte dinámico (DSR).
13. UNE-EN 16659. Betunes y ligantes bituminosos. Ensayo de fluencia–recuperación bajo esfuerzos repetidos (MSCR).
14. ASTM D4124. Standard test method for separation of asphalt into four fractions.
15. Strategic Highway Research Program (SHRP). Superpave Mix Design Manual for New Construction and Overlays. SHRP-A-407, National Research Council, Washington, D.C., 1994.
16. AASHTO T350. Standard Method of Test for Multiple Stress Creep Recovery (MSCR) Test of Asphalt Binder Using a Dynamic Shear Rheometer (DSR).
17. AASHTO M332. Standard Specification for Performance-Graded Asphalt Binder Using Multiple Stress Creep Recovery (MSCR) Test.
18. UNE-EN 12607-1. Betunes y ligantes bituminosos. Determinación de la resistencia al endurecimiento por efecto del calor y del aire. Parte 1: Método RTFOT (película fina y rotatoria).
19. AASHTO T391. Estimating fatigue resistance of asphalt binders using the linear amplitude sweep.