



**EDUCACIÓN**  
SECRETARÍA DE EDUCACIÓN PÚBLICA



**INSTITUTO TECNOLÓGICO DE CIUDAD MADERO**  
**DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN**  
**MAESTRÍA EN CIENCIAS EN INGENIERÍA QUÍMICA**



**TESIS**

**MEZCLAS ASFÁLTICAS EMPLEANDO COMO AGENTES  
MODIFICADORES PARTÍCULAS DE CÁSCARAS DE AJO MODIFICADAS  
QUÍMICAMENTE**

Que para obtener el grado de  
**Maestro en Ciencias en Ingeniería Química**

Presenta  
**Zapén Castillo Verónica**  
**G20073009**  
**No. CVU 1086133**

Director de Tesis  
**Dr. José Luis Rivera Armenta**  
**No. CVU 121513**

Co-director de Tesis  
**Dra. Beatriz Adriana Salazar Cruz**

Cd. Madero, Tam.

Septiembre de 2022



Ciudad Madero, Tamaulipas, **09/agosto/2022**

**OFICIO No.:** U.115/22  
**ASUNTO:** AUTORIZACIÓN DE  
IMPRESIÓN DE TESIS

**C. VERÓNICA ZAPIÉN CASTILLO**  
**No. DE CONTROL G20073009**  
**P R E S E N T E**

Me es grato comunicarle que después de la revisión realizada por el Jurado designado para su Examen de Grado de Maestría en Ciencias en Ingeniería Química, se acordó autorizar la impresión de su tesis titulada:

**“MEZCLAS ASFÁLTICAS EMPLEANDO COMO AGENTES MODIFICADORES PARTÍCULAS DE CÁSCARAS DE AJO MODIFICADAS QUÍMICAMENTE”**

El Jurado está integrado por los siguientes catedráticos:

PRESIDENTE:	DR.	JOSÉ LUIS RIVERA ARMENTA
SECRETARIA:	DRA.	BEATRIZ ADRIANA SALAZAR CRUZ
VOCAL:	DR.	HUGO EDUARDO DE ALVA SALAZAR
SUPLENTE:	DRA.	ANA BEATRIZ MORALES CEPEDA
DIRECTOR DE TESIS:	DR.	JOSÉ LUIS RIVERA ARMENTA
CO-DIRECTORA:	DRA.	BEATRIZ ADRIANA SALAZAR CRUZ

Es muy satisfactorio para la División de Estudios de Posgrado e Investigación compartir con usted el logro de esta meta. Espero que continúe con éxito su desarrollo profesional y dedique su experiencia e inteligencia en beneficio de México.

**ATENTAMENTE**

*Excelencia en Educación Tecnológica*  
*"Por mi patria y por mi bien"*

**MARCO ANTONIO CORONEL GARCÍA**  
**JEFE DE LA DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE**  
**POSGRADO E INVESTIGACIÓN**



c.c.p.- Archivo  
MACG 'NPDZ'



Av. 1° de Mayo y Sor Juana I. de la Cruz S/N Col. Los Mangos C.P. 89440 Cd. Madero, Tam.

Tel. 01 (833) 357 48 20, ext. 3110, e-mail: [depi\\_cdmadero@tecnm.mx](mailto:depi_cdmadero@tecnm.mx)

[tecnm.mx](http://tecnm.mx) | [cdmadero.tecnm.mx](http://cdmadero.tecnm.mx)



## Agradecimientos

---

Primeramente, agradezco a Dios por darme la oportunidad de continuar con mi desarrollo profesional ya que si no fuera por su voluntad no estaría yo aquí. De igual manera agradezco a mi padre y a mi madre que son mis pilares, ellos son la razón de porqué soy la mujer que soy y gracias por apoyarme en la decisión de continuar con mis estudios. Agradezco a mis hermanos, Samuel y Aracely que mas allá de ser un apoyo son un ejemplo y que gracias a su inigualable personalidad me motivaron en cada momento de la maestría. Agradezco a mis amigos que siempre me acompañaron en esta etapa de mi vida y sé que juntos iremos creciendo tanto en lo personal como en lo profesional.

También gracias a mi asesor, el Dr. José Luis Rivera Armenta, porque sin su dirección nunca habría obtenido este producto de investigación, de igual forma a mi co-asesora la Dra. Beatriz Adriana Salazar Cruz, a mi comité tutorial formado por la Dra. Ana Beatriz Morales Cepeda y el Dr. Hugo Eduardo de Alva Salazar cuya labor no se limitó solo el de mejorar la calidad de mi trabajo de investigación, sino que tuve el honor de recibir clase de cada uno de ellos y agradezco su conocimiento compartido, agradecimiento que se extiende al resto de mis profesores Dra. Rebeca Silva Rodrigo y Mtra. María Yolanda Chávez Cinco. De igual forma agradezco a la coordinadora de la maestría la Dra. Nancy Patricia Díaz Zavala por su apoyo incondicional tanto de profesora como de coordinadora. Gracias a todos ustedes pues han contribuido en mi proceso de obtención del título de Maestra en Ciencias en Ingeniería Química. Sin lugar a dudas gracias a mis compañeros de generación Araceli, Michelle, Cintya, Azrael y Jaír con quienes comparto el sentimiento de la gran aventura de cursar este programa.

Y, por último, pero de gran importancia agradezco al programa CONACYT por apoyarme económicamente con la beca no. 773783 ya que gracias a su ayuda formé parte del programa de Maestría en Ciencias de Ingeniería Química del Instituto Tecnológico de Ciudad Madero.

## Resumen

---

Actualmente se ha estudiado materiales residuales como modificadores de asfalto debido a que éstos no contaminan el medio ambiente en comparación a los sintéticos que comúnmente se utilizan. Por consiguiente, el presente proyecto de investigación tiene como objetivo evaluar las partículas de cáscara de ajo como modificador de asfalto por medio del estudio de sus propiedades físicas, térmicas, reológicas y estructurales. Se utilizaron dos diferentes tipos de partículas: la cáscara de ajo sin tratar y la cáscara de ajo tratada químicamente con una solución de hidróxido de sodio (NaOH) a una concentración de 1 M y ambas partículas se agregaron a la mezcla asfáltica en concentraciones de 1% al 10% con un tamaño de partícula de 177  $\mu\text{m}$ . Se llevaron a cabo las pruebas de viscosidad rotacional, punto de reblandecimiento, separación de fases, penetración e índice de penetración para demostrar que las dos partículas de cáscara de ajo mejoran las propiedades físicas del asfalto. De igual manera, se determinaron las curvas maestras del módulo complejo y de la  $\tan \delta$ , así como la temperatura de falla para evaluar sus propiedades viscoelásticas y demostrar que la propiedad elástica predomina en el asfalto lo cual incrementa su resistencia a las deformaciones permanentes. Se observó por medio de espectroscopía infrarroja con transformada de Fourier (FTIR) y calorimetría diferencial de barrido que únicamente hay fuerzas físicas entre las partículas de cáscara de ajo sin tratar y tratadas y el asfalto virgen. Los resultados de las pruebas indican que a bajas concentraciones (1%) la partícula de cáscara de ajo funciona como un excelente reemplazo de los modificadores sintéticos de asfalto.

## Abstract

---

Nowadays waste materials have been studied like a replacement of synthetic materials as asphalt modifiers because they are more ecofriendly. This research project had the purpose of evaluating the garlic peel as an asphalt modifier by studying its physical, thermal, rheological and structural properties. Two kinds of particles were used as additives: pure garlic peel (AP) and chemically modified garlic peel (AM) with a solution of sodium hydroxide (NaOH) 1 M and both of them were added in dosage from 1% to 10% each in the asphalt mixture using a particle size of 177  $\mu\text{m}$ . Rotational viscosity, penetration index, softening point, phase separation, and fluorescence microscopy were carried out to determine if the two types of particles of garlic peel enhanced the properties of virgin asphalt and the results demonstrate that both modifiers improve the physical properties of the asphalt. Also, complex modulus master curves,  $\tan\delta$  master curves and failure temperature were determined to evaluate their viscoelastic properties and they demonstrate that elastic properties predominate in the asphalt which results in improving their resistance to permanent deformations. It was observed by Fourier Transformed Infrared Spectroscopy (FTIR) and differential scanning calorimetry that there are only physical forces involved between the particles of pure and modified garlic peel and the raw asphalt. The whole test results indicate that using low concentrations (1%) of garlic peel is a successful replacement of synthetic asphalt modifier.

## Introducción

---

El mundo globalizado ha generado una demanda en la construcción de carreteras, puentes y calles construidos con pavimento de alta calidad lo que ha provocado un mayor consumo de materiales sintéticos ocasionando problemas de contaminación. Sin embargo, el desempeño del pavimento se ha visto afectados por los cambios climáticos extremos, así como al aumento de transporte de cargas y el tráfico. Dichos aspectos han acelerado el desgaste de las carreteras y aunado con la contaminación producto del uso de materiales sintéticos, investigadores han dedicado su labor en buscar materiales que sean amigables con el medio ambiente y que, a su vez, sean capaces de brindar la misma calidad al pavimento. Se ha sustentado que los daños que presentan los pavimentos se relacionan con las propiedades del asfalto como lo son el comportamiento viscoelástico, la dureza y la velocidad de deformación. Por lo tanto, en los últimos años se han estudiado modificadores de asfalto de origen residual y se ha comprobado que brindan buenas propiedades físicas, térmicas y reológicas al asfalto comparándolos con los modificadores convencionales poliméricos.

El presente proyecto de investigación tiene como objetivo utilizar las partículas de cáscara de ajo sin tratar y modificadas químicamente con una solución básica, utilizarlas como modificadores de asfalto y analizar sus propiedades físicas, térmicas, reológicas y de composición química.

Se obtuvieron partículas de cáscara de ajo de 177  $\mu\text{m}$  de tamaño de partícula y las que fueron modificadas se trataron con una solución de hidróxido de sodio a 1 M. Se prepararon mezclas asfálticas modificadas a concentraciones de 1 al 10% de partícula de cáscara de ajo al asfalto y se analizaron sus propiedades físicas convencionales por medio de la viscosidad rotacional, la temperatura de reblandecimiento, la estabilidad de almacenamiento, la penetración y el índice de penetración, así como también la microscopía de fluorescencia y su estabilidad térmica. Se utilizó un reómetro de corte dinámico para determinar sus propiedades

viscoelásticas y por medio de FTIR-ATR se analizó su contenido de grupos funcionales.

Por medio de las pruebas físicas se demostró que por encima del 5% las propiedades comenzaban a decaer indicando que a menor concentración del modificador hay mayor resistencia a deformaciones del material. Las propiedades reológicas de las mezclas asfálticas demostraron que tienden al comportamiento elástico. A través del FTIR-ATR se comprobó que las fuerzas que interactúan entre las partículas de cáscara de ajo y el asfalto son completamente físicas. En general se demostró que las partículas de cáscara de ajo sin tratar y tratadas mejoran las propiedades físicas y reológicas del asfalto, en especial las partículas que no sufrieron la modificación y a una concentración 1% de partícula de cáscara de ajo en el asfalto.

## Contenido

1. Marco teórico.....	11
1.1 Asfaltos.....	11
1.1.1 Morfología .....	13
1.1.2 Estructura molecular .....	13
1.1.3 Clasificación .....	14
1.1.4 Propiedades para el diseño de mezclas asfálticas .....	15
1.1.4.1 Envejecimiento.....	15
1.1.4.2 Propiedades reológicas.....	16
1.1.4.3. Estabilidad .....	16
1.1.4.4. Durabilidad.....	16
1.1.4.5. Flexibilidad .....	17
1.1.4.6. Resistencia a la fatiga .....	17
1.1.4.7. Resistencia a la fractura por baja temperatura .....	17
1.1.4.8. Resistencia al daño por humedad o impermeabilidad .....	17
1.2 Modificadores de asfaltos.....	18
1.3 Asfaltos modificados con materiales residuales .....	21
1.4 La cáscara de ajo.....	27
1.5 Tratamiento químico de los modificadores de asfaltos.....	28
2. Metodología .....	34
2.1 Materiales.....	34
2.2 Preparación de la mezcla asfáltica .....	36
2.3 Pruebas para determinar propiedades físicas.....	37
2.3.1 Propiedades físicas convencionales .....	38
2.3.2 Microscopía de fluorescencia .....	41
2.4 Análisis térmico .....	42
2.4.1 Calorímetro Diferencial de Barrido (DSC) / Análisis termogravimétrico (TGA) ..	42
2.5 Análisis Reológico .....	43
2.5.1 Reómetro de Corte Dinámico (DSR) .....	43
2.6 Análisis Estructural .....	44
2.6.1 Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (ATR-FTIR) .....	44
3. Resultados y Discusión .....	47
3.1 Propiedades físicas convencionales.....	47

3.1.1 Viscosidad .....	47
3.1.2 Temperatura de reblandecimiento .....	49
3.1.3 Estabilidad de almacenamiento .....	52
3.1.4 Penetración .....	54
3.2 Microscopía de fluorescencia .....	57
3.3 Análisis térmico .....	61
3.4 Reología .....	65
3.5 Análisis estructural.....	72
3.6 Otros modificadores .....	75
4. Conclusiones.....	78
5. Bibliografía.....	81

## Índice de tablas

<b>Tabla 2.1</b> Composición del asfalto.....	37
<b>Tabla 2.2</b> Mezclas asfálticas preparadas y códigos empleados para identificación	37
<b>Tabla 3.1</b> Resultados del índice de penetración del asfalto modificado .....	57
<b>Tabla 3.2</b> Micrografías de fluorescencia de mezclas de asfalto con partículas de cáscara de ajo sin tratar .....	59
<b>Tabla 3.3</b> Micrografías de fluorescencia de mezclas de asfalto con partículas de cáscara de ajo tratadas .....	60
<b>Tabla 3.4</b> Resultados de mezclas asfálticas modificadas con materiales residuales ...	76

## Índice de figuras

<b>Figura 1.1</b> Destilación fraccionada del petróleo .....	13
<b>Figura 1.2</b> Estructura celulósica de la fibra sin tratar y tratada .....	29
<b>Figura 2.1</b> Proceso de preparación de las partículas de ajo .....	35
<b>Figura 2.2</b> Tratamiento químico de las partículas de ajo .....	36
<b>Figura 2.3</b> Mezclas asfálticas modificadas .....	38
<b>Figura 2.4</b> Viscosímetro rotacional .....	39
<b>Figura 2.5</b> Proceso de la prueba de punto de reblandecimiento .....	40
<b>Figura 2.6</b> Proceso de la prueba de separación de fases .....	41
<b>Figura 2.7</b> Muestra para prueba de penetración .....	42
<b>Figura 2.8</b> Muestra para prueba de fluorescencia .....	42
<b>Figura 2.9</b> Calorímetro Diferencial de barrido / Análisis termogravimétrico .....	43
<b>Figura 2.10</b> Reómetro .....	45
<b>Figura 2.11</b> Espectroscopía infrarroja con transformada de Fourier (ATR-FTIR) ..	46
<b>Figura 3.1</b> Viscosidad en cp de asfalto modificado con partículas de cáscara de ajo sin tratar a 50 rpm .....	48
<b>Figura 3.2</b> Viscosidad en cp de asfalto modificado con partículas de cáscara de ajo tratado a 50 rpm .....	49
<b>Figura 3.3</b> Resultados de Ring and Ball para mezclas asfálticas modificadas con partículas de cáscara de ajo .....	51
<b>Figura 3.4</b> Resultados de separación de fase para mezclas asfálticas modificadas con partículas de cáscara de ajo sin tratar y tratadas químicamente .....	54

<b>Figura 3.5</b> Resultados de la prueba de penetración .....	56
<b>Figura 3.6</b> SDT (DSC/TGA) termogramas de las mezclas asfálticas modificadas con partículas de cascara de ajo sin tratar .....	63
<b>Figura 3.7</b> SDT (DSC/TGA) termogramas de las mezclas asfálticas modificadas con partículas de cascara de ajo tratadas .....	64
<b>Figura 3.8</b> Derivada de la pérdida de peso de las mezclas asfálticas modificadas con partículas de cascara de ajo sin tratar .....	65
<b>Figura 3.9</b> Derivada de la pérdida de peso de las mezclas asfálticas modificadas con partículas de cascara de ajo sin tratar .....	65
<b>Figura 3.10</b> Curva maestra de Módulo complejo del asfalto modificado con partículas de cáscara de ajo sin tratar .....	67
<b>Figura 3.11</b> Curva maestra de Módulo complejo del asfalto modificado con partículas de cáscara de ajo tratado .....	68
<b>Figura 3.12</b> Curva maestra de $\tan\delta$ del asfalto modificado con partículas de cáscara de ajo sin tratar .....	71
<b>Figura 3.13</b> Curva maestra de $\tan\delta$ del asfalto modificado con partículas de cáscara de ajo tratado .....	71
<b>Figura 3.14</b> Determinación de la temperatura de falla (1 kPa) .....	72
<b>Figura 3.15</b> Espectro FTIR de las partículas de ajo sin tratamiento y con tratamiento NaOH a 1 M .....	74
<b>Figura 3.16</b> Espectro FTIR de muestras AV, AP1, AP5 y AP10 .....	75
<b>Figura 3.17</b> Espectro FTIR de muestras AV, AM1, AM5 y AM10 .....	75

## Capítulo 1

# 1. Marco teórico

## 1.1 Asfaltos

El asfalto es una mezcla viscosa de hidrocarburos también conocida con el nombre de betún. La mezcla asfáltica es una combinación de agregados minerales, aglomerados por medio de un ligante asfáltico y están mezclados de tal manera que los agregados pétreos queden cubiertos por una película uniforme de asfalto. De acuerdo con las proporciones relativas de dichos materiales se determinan las propiedades físicas de la mezcla y, eventualmente, el comportamiento funcional del pavimento (Garnica et. al, 2005).

El bitumen se obtiene de la destilación fraccionada del petróleo crudo en refinerías, es decir, el petróleo crudo es separado en diferentes fracciones; por ejemplo, el aceite es procesado físicamente y químicamente para elaborar productos terminados, que van desde los muy livianos, como el gas licuado del petróleo, y hasta los más pesados como el asfalto, considerado el residuo, o el coque (Romo, 2016) ver figura 1.1.

El betún asfáltico está constituido esencialmente de compuestos de diferentes tamaños y naturalezas, así como compuestos polares y no polares, compuestos aromáticos y alifáticos, cadenas lineales y cadenas de dos dimensiones saturados de hidrógenos, en especial de grupos metilos (-CH<sub>3</sub>). Alrededor del 95% del bitumen consiste en compuestos de carbono no polares tanto de cadenas como de anillos, mientras que el 5% restante del betún está constituido por compuestos sulfuro y en menor cantidad cantidades de oxígeno y de nitrógeno (Fischer et. al, 2015).

En general la composición del bitumen se basa en un sistema coloidal donde la fracción de mayor peso molecular, conocida como asfaltenos, se encuentra dispersada en una de menor peso molecular conocida como maltenos (resinas, aromáticos y saturados) (Kleiziene et. Al, 2019)

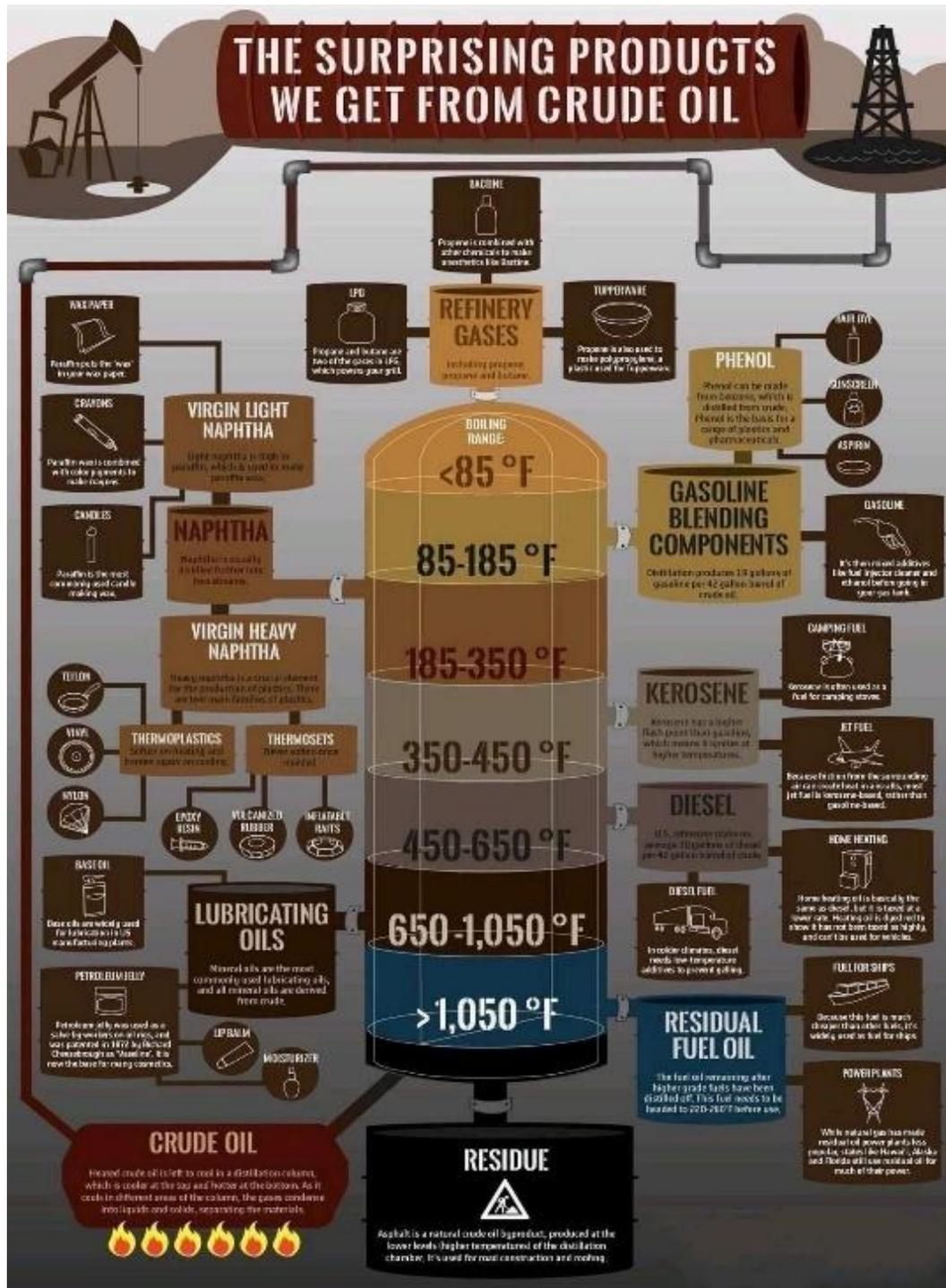


Figura 1.1 Destilación fraccionada del petróleo

Siendo una mezcla compleja de alifáticos, aromáticos e hidrocarburos nafténicos, el bitumen envejece de manera fácil debido a la difusión del oxígeno y la radiación ultravioleta. El bitumen, a altas temperaturas y a baja frecuencia de carga, se convierte en un material suave y susceptible a deformaciones permanentes a la más mínima fuerza aplicada y es el responsable de dar flexibilidad y comodidad al pavimento (Liu et. al, 2012) y se aplica principalmente en la construcción para la elaboración de calles pavimentadas, así como puentes, pistas para los aviones, carreteras o como impermeabilizante (Maharaj et. al, 2019).

### 1.1.1 Morfología

---

El bitumen asfáltico está dado por cuatro fases definidas: catana-fase, para-fase, per-fase y sal-fase. La catana-fase es la fase que presenta más irregularidades en la superficie del asfalto la cual se asemeja a una estructura de abeja donde de manera aleatoria aparecen protuberancias y huecos de diversas magnitudes. La per-fase es el área que rodea la catana-fase y la para-fase es la parte más plana del asfalto. En ocasiones la para-fase contiene partes esféricas pequeñas que se encuentran dispersas conocida como sal-fase (Hossain et. al, 2019).

### 1.1.2 Estructura molecular

---

La estructura molecular de los asfaltos se clasifica en aceites, resinas y asfaltenos o como una mezcla de moléculas polares y no polares. La unión de las propiedades del asfalto se debe a los grupos funcionales polares o a la porción de asfaltenos de la mezcla. Las características de flujo se atribuyen a tener una estructura molecular parecida al aceite. Los ácidos carboxílicos están presentes en la porción polar del asfalto y su estructura molecular tiene finales polares y no polares (Zofka y Yut, 2012). Los grupos funcionales naturalmente presentes en el

bitumen son el sulfóxido (-S=O), carboxilos (-COOH), hidroxilos (-OH) y carbonilos (-C=O) (Fsicher et. al, 2015).

Los materiales asfálticos existen como dispersiones coloidales de asfaltenos en maltenos y el sistema coloidal asfáltico puede ser tipo sol o tipo gel dependiendo del grado de aromaticidad de las fracciones de maltenos. Los asfaltos tipo sol contiene mayor cantidad de aromáticos y están adecuadamente dispersados sin formar largas aglomeraciones. Mientras que los asfaltos tipo gel tienen menos aromáticos en la fracción malteno, donde los asfaltenos no están bien dispersos y forman largas aglomeraciones. Las propiedades reológicas de los asfaltos están en función de la fuerza de los asociados entre los componentes fundamentales de las fases dispersas y del grado de las fases dispersas que están disueltas en la fase del solvente (Maharaj et. al, 2019).

### 1.1.3 Clasificación

---

Los asfaltos se clasifican de acuerdo con el parámetro a estudiar, dividiéndose en (Garnica et. al, 2005):

- La temperatura se puede dividir en mezcla asfáltica en frío y mezcla asfáltica en caliente.
- Conforme a las fracciones de agregado pétreo se dividen en mastique asfáltico, mortero asfáltico, macadam asfáltico y concreto asfáltico.
- Respecto al porcentaje de vacíos de aire se consideran como densas o cerradas, semidensas o semicerradas, abiertas y porosas, dependiendo de si tienen menos del 6%, entre el 6 y el 12%, entre el 12 y el 18% o más del 20% de vacíos de aire, respectivamente.
- Respecto a la estructura de los agregados pétreos obteniéndose mezclas con o sin esqueleto mineral.

- Considerando la curva granulométrica se dividen en mezclas asfálticas continuas o mezclas discontinuas.

Para fines del presente trabajo de investigación, se centrará en las mezclas de acuerdo con la temperatura, específicamente de la mezcla asfáltica en caliente.

#### 1.1.4 Propiedades para el diseño de mezclas asfálticas

---

Para la elaboración de una mezcla asfáltica consiste en el tipo y la granulometría del agregado que se empleará y del tipo y contenido del asfalto, con la intención de obtener las propiedades deseadas en la mezcla. Para la selección correcta y calidad apropiada se necesita determinar las propiedades más significativas de la mezcla (Garnica et. al, 2005):

1. Envejecimiento
2. Propiedades reológicas
3. Estabilidad
4. Durabilidad
5. Flexibilidad
6. Resistencia a la fatiga
7. Resistencia a la fractura por bajas temperaturas
8. Resistencia al daño por humedad
9. Resistencia al deslizamiento

##### *1.1.4.1 Envejecimiento*

El desempeño de la mezcla asfáltica se determina en base a un rango de tiempo y temperatura para determinar el comportamiento de envejecimiento y obtener su desempeño en el pavimento (Kluttz et. al, 2012).

#### *1.1.4.2 Propiedades reológicas*

Las propiedades reológicas del asfalto nos brindan información sobre su comportamiento visco-elástico a cierta temperatura, el cual se obtienen por medio de la determinación de parámetros como lo son el módulo de corte complejo, ángulo de fase, y la relación del módulo complejo entre el seno del ángulo de fase (Castro et. al, 2016).

#### *1.1.4.3. Estabilidad*

La estabilidad o resistencia a las deformaciones plásticas se refiere a la capacidad de la mezcla asfáltica para resistir la deformación y el desplazamiento, debidos a las cargas que resultan del tránsito vehicular. Un pavimento es estable cuando conserva su forma; y es inestable cuando desarrolla deformaciones permanentes, corrugaciones y otros signos de desplazamiento de la mezcla (Garnica et. al, 2005).

#### *1.1.4.4. Durabilidad*

Es la capacidad para resistir los efectos perjudiciales del aire, agua, temperatura y tránsito debido a que éstos provocan el envejecimiento del asfalto, la desintegración del agregado y desprendimiento de la película de asfalto del agregado. Una buena mezcla asfáltica no debe sufrir envejecimiento excesivo durante la vida en servicio. Esta propiedad se relaciona con el espesor de la película de asfalto y con los vacíos de aire (Garnica et. al, 2005).

#### *1.1.4.5. Flexibilidad*

Es la capacidad de la mezcla asfáltica para amoldarse, sin sufrir agrietamiento o fisuración, a los asentamientos y movimientos graduales de la base. En ocasiones esta propiedad presenta conflictos con los requerimientos de estabilidad (Garnica et. al, 2005).

#### *1.1.4.6. Resistencia a la fatiga*

Es la capacidad de la mezcla asfáltica para resistir cargas repetidas causadas por el paso de los vehículos. El agrietamiento por fatiga está relacionado con el contenido y la rigidez del asfalto. Por su parte, los contenidos de asfalto muy altos harán que la mezcla tienda más a deformarse elásticamente (o a deformarse menos) que a fracturarse bajo carga repetida. Aunque también debe señalarse que la resistencia a la fatiga depende en gran medida de la relación entre el espesor estructural de la capa y la carga (Garnica et. al, 2005).

#### *1.1.4.7. Resistencia a la fractura por baja temperatura*

Es la capacidad de la mezcla asfáltica para no agrietarse en condiciones de bajas temperaturas. La resistencia a la fractura depende principalmente de la rigidez del asfalto a bajas temperaturas (Garnica et. al, 2005).

#### *1.1.4.8. Resistencia al daño por humedad o impermeabilidad*

Es la resistencia al paso de agua y aire hacia el interior, o a través de la mezcla asfáltica. La resistencia al daño por humedad se relaciona con las propiedades químicas del agregado mineral y el contenido de vacíos de aire en la

mezcla compactada, y por tanto con los procesos de oxidación del asfalto, su adherencia y el drenaje del pavimento (Garnica et. al, 2005).

## 1.2 Modificadores de asfaltos

La mezcla asfáltica en caliente (HMA, por sus siglas en inglés) es una mezcla heterogénea multifase que consiste en agregados de diferentes tamaños, formas (finas o gruesas), del cemento asfáltico y los huecos de aire. Estos componentes constituyen una microestructura compleja. Los agregados funcionan como el esqueleto, la mezcla asfáltica brinda adherencia entre las partículas a elevadas temperaturas (Wen et. al, 2012) y es el responsable de proporcionar las propiedades viscoelásticas de la mezcla.

Los agregados del HMA se dividen en tres tipos de acuerdo con el tamaño; agregados finos, gruesos y relleno mineral. Los agregados gruesos se definen generalmente como los que se retienen en el tamiz 2.36 mm, los finos los que pasan a través del tamiz de 2.36 mm y son retenidos en el tamiz de 0.075 mm. El relleno mineral es un material muy fino el cual pasa a través del tamiz 0.075 mm y puede afectar las propiedades de fuerza, plasticidad, vacío, resistencia al agua y resistencia al desgaste de la mezcla (Nciri et. Al, 2018).

Se puede definir a los asfaltos modificados como al producto de la incorporación de un polímero o de un hule molido en el asfalto para modificar sus propiedades físicas y reológicas (S.C.T., 2006).

El uso de agentes aditivos para la modificación de asfaltos radica en modificar las propiedades físico-mecánicas, químicas y reológicas, incrementando sus propiedades elásticas de resistencia al agrietamiento a bajas temperaturas e incrementar su resistencia a la flexión durante la carga continua y a la resistencia a las fisuras a altas temperaturas (Peralta et. al, 2012).

No es posible utilizar cualquier polímero como modificador de asfaltos pues no cuentan con el desempeño idóneo cuando son sometidos a altas o bajas

temperaturas. Los polímeros se dividen en dos de acuerdo con su comportamiento frente a la temperatura, termoplásticos y termoestables. Los materiales adecuados para ser utilizados como modificadores de asfaltos son los termoplásticos, que a su vez se dividen en elastómeros y plastómeros.

Los elastómeros más utilizados para modificar asfaltos son los cauchos naturales, también conocidos como polímero tipo I y mejoran el comportamiento tanto a altas como a bajas temperaturas (S.C.T., 2006), como, por ejemplo, el estireno-butadieno-estireno (SBS) o el estireno-butadieno (SBS), cauchos sintéticos derivados del petróleo como el estireno-butadieno-caucho (SBR) y el grano de llanta reciclado y triturado (GCR) (Castro et. al, 2016). Dichos modificadores se utilizan en mezclas asfálticas para carpetas delgadas y carpetas estructurales de pavimentos con elevados índices de tránsito y de vehículos pesados, en climas fríos y cálidos (S.C.T., 2006).

Los elastómeros cuentan con una recuperación importante de deformación cuando se someten a una fuerza siendo una propiedad imprescindible para los asfaltos, cuando el elastómero es agregado al asfalto mejora el comportamiento de recuperación elástica cuando son solicitadas a ciclos de carga y descarga (Castro et. al, 2016).

Otro tipo de modificador de asfaltos a base de elastómeros son los polímeros tipo II, los cuales mejoran el desempeño de las mezclas asfálticas a bajas temperaturas. Son a base de elastómeros lineales, usando una configuración de caucho de estireno, butadieno-látex o neopreno-látex. Se utilizan en todo tipo de mezclas asfálticas para pavimentos en climas fríos y templados, así como para elaborar emulsiones que se utilicen en tratamientos superficiales (S.C.T., 2006).

Los plastómeros son utilizados como modificadores conocidos como polímero tipo III y mejoran la resistencia al ahuellamiento de la mezcla asfáltica, disminuyendo la susceptibilidad del cemento asfáltico a la temperatura y mejorando su desempeño a altas temperaturas (S.C.T., 2006). Ejemplos de dichos materiales son el polietileno de alta y baja densidad (PEAD y PEBD, respectivamente), el polipropileno (PP), poliestireno (PS) y policloruro de vinilo (PVC).

Cuando se utilizan los plastómeros para modificar los asfaltos, éstos incrementan la resistencia mecánica de las mezclas, convirtiendo al material en un asfalto rígido (Castro et. al, 2016). Se utilizan en climas calientes, en mezclas asfálticas para carpetas estructurales de pavimentos con elevados índices de tránsito, así como para elaborar emulsiones que se utilicen en tratamientos superficiales (S.C.T., 2006).

Por último, se encuentra el hule molido de neumáticos como modificador que brinda mayor flexibilidad y resistencia a la tensión de las mezclas asfálticas, reduciendo la aparición de grietas por fatiga o por cambios de temperatura. Es fabricado con base en el producto de la molienda de neumáticos. Se utiliza en carpetas delgadas de granulometría abierta, tratamientos superficiales (S.C.T., 2006).

Un trabajo de investigación desarrollado por Iqbal et. al (2020) presentan el uso del PET como un aditivo polimérico y al azufre como un aditivo no polimérico como modificadores para evaluar la resistencia del asfalto. Parte de su procedimiento fue envejecer el asfalto y compararlo con el asfalto original modificado por medio de la determinación de sus propiedades físicas desarrollando las pruebas de penetración, ductilidad y punto de reblandecimiento. De igual forma evaluaron ambos modificadores antes y después del envejecimiento analizando sus propiedades convencionales. Por medio de la espectroscopía infrarroja de transformada de Fourier (FTIR) y la microscopía electrónica de barrido (SEM) obtuvieron la composición química y estructural del asfalto modificado y establecer si se mostraron cambios. Evaluaron las propiedades reológicas del asfalto modificado antes y después del envejecimiento por medio de un reómetro de corte dinámico (DSR). Sus resultados mostraron que hubo un mejoramiento de las propiedades físicas en los asfaltos modificados y ambos reducen la oxidación del asfalto y mejora su resistencia para el asfalto modificado después de envejecerlo, así como una mejora en las propiedades físicas volviendo menos susceptible al asfalto a la temperatura, también incrementa las propiedades viscoelásticas del material y una buena compatibilidad entre los agentes modificadores. Por lo tanto,

el uso del azufre y del PET indican que son buenos agentes para mejorar la resistencia de envejecimiento del asfalto aunado a su costo.

### 1.3 Asfaltos modificados con materiales residuales

---

Se han publicado inmensos proyectos que hacen alusión a los de modificadores de asfaltos para mejorar el desempeño de este, de entre la gran variedad de modificadores que se han estudiado, en los últimos años se han enfocado en encontrar los modificadores que incrementen las propiedades químicas, reológicas y físico-mecánicas y a su vez que no contamine al medio ambiente. En especial se enfocará en el presente trabajo de investigación en aquellos materiales que pueden ser utilizados a partir de desechos la cual es una de las formas para mitigar el daño al medio ambiente y a su vez aumentar las propiedades de las mezclas asfálticas.

Los materiales residuales, en general, pueden clasificarse en cuatro categorías (Al-Mansob et. al, 2013):

- Industriales
- Domésticos
- Minerales
- Agrícolas

Se han realizado investigaciones en el desarrollo de modificadores de asfaltos a partir de los desechos materiales obtenidos de la agricultura como lo son la cáscara de aceite de palma, cáscara de coco y cáscara de arroz como sustituciones de agregados del concreto para reducir los desechos agrícolas y ayudar al medio ambiente.

Como se mencionó anteriormente, también existe desechos industriales que generan inigualables consecuencias debido a la falta de disposición de ellos. De

acuerdo con la literatura, muchos investigadores han centrado sus proyectos en buscar alternativas del uso de los residuos industriales como modificadores de asfaltos. Se han publicado artículos en la revista “Mezclas alternativas para pavimentos asfálticos sustentables” (2012) relacionados con la modificación de asfaltos donde se evaluaron las microalgas, ácidos grasos de soya, bio-aceite junto con migas de hule para asfaltos flexibles, desechos de cocina con base en aceite para el desarrollo de un bio-asfalto y el uso de desechos de granos de café. Para cada modificador de asfalto evaluaron las propiedades reológicas y mecánicas del asfalto y concuerdan que a concentraciones bajas del modificador se mejoran las propiedades reológicas y mecánicas, sin embargo, cuando incrementa la concentración se van perdiendo las propiedades requeridas. El panorama es diferente para los granos de café los cuales debido a su contenido oleofínico y baja aromaticidad su funcionalidad es nula como modificador, sino que consideran que sería factible su uso como solvente para los aglomerados.

Al-Mansob et. al. (2013) compararon las propiedades físicas de la cáscara de aceite de palma y la cáscara de coco como aditivos en mezclas asfálticas y concluyeron que las cáscaras de palma no mejoraron el módulo de resiliencia de la mezcla a partir de concentraciones superiores al 5% tanto de la cáscara de palma como de la cáscara de coco debido a que el asfalto se vuelve susceptible a deformaciones permanentes, es decir, estos aditivos bajan la resistencia de fluencia y en general señalaron que las cáscaras de coco muestran mejores propiedades como aditivo para la mezcla de asfaltos en caliente.

El aumento en la producción de arroz ha generado grandes volúmenes de cáscaras de arroz (CA) como residuo de muchas industrias provocando un problema para su disposición y daños al ambiente. De modo que se ha promovido la investigación de las cenizas de CA como aditivo en mezclas asfálticas. Arabani y Tahami (2017) investigaron la factibilidad de las cenizas de CA como modificador de asfalto para mezclas asfálticas en caliente. Utilizaron concentraciones del bitumen con 5%, 10%, 15% y 20% de CA para evaluar sus propiedades reológicas en pruebas de grado de penetración, ductilidad, punto de ablandamiento, viscosidad

rotacional y utilizaron el reómetro dinámico de corte. De igual manera determinaron las propiedades mecánicas incluyendo la estabilidad Mashall, módulo de dureza, resistencia a la fractura y el comportamiento de fatiga. Sus resultados mostraron que al agregar las cenizas de CA las propiedades reológicas mejoraron, mientras incrementaba la concentración de CA iba incrementando el punto de ablandamiento, se reducía los valores de penetración y aumentando la viscosidad de la mezcla, además la modificación tuvo impactos positivos en sus propiedades mecánicas obteniendo valores de dureza superiores a altas temperaturas mostrando un buen desempeño a dichas temperaturas. Concluyeron que las concentraciones que mostraron mejores resultados fueron del 15% y 20%.

Hossain et. al (2017) utilizaron técnicas de nanoidentificación para la caracterización de materiales asfálticos con diferentes tipos de desechos agrícolas e industriales donde incluyeron caucho de neumático molido (GTR), pavimentos de asfaltos recuperados (RAP), tejas de asfalto recuperado (RAS) y ceniza de cáscara de arroz (RHA). Así mismo evaluaron propiedades mecánicas y su morfología nivel nanoscópico. En sus conclusiones determinaron que los modificadores realizaron cambios significativos en la morfología del aglomerado asfáltico puro, establecieron que las propiedades nano-mecánicas dependen de las propiedades morfológicas del asfalto y que los modificadores GTR, RAP y RAS incrementaron la dureza de la base asfáltica.

Dentro de la línea en la utilización de residuos orgánicos, Jeffrey et. al (2016), Yaacob et. al (2017) y Maharaj et. al (2019) desarrollaron estudios sobre la cáscara de coco (CC) como modificador de asfalto. Los primeros dos utilizaron concentraciones de CC de 0 al 40% en la mezcla de asfalto mientras que Maharaj et. al (2019) calcularon las propiedades reológicas del asfalto utilizando concentraciones de 0% hasta 8% en dos tipos de asfaltos: asfalto de la laguna de Trinidad (TLA) y el Bitumen de petróleo de Trinidad (TPB). Los tres reportaron que las cáscaras de coco incrementaban las propiedades reológicas, la estabilidad, y las propiedades físico-mecánicas de la mezcla asfáltica a una concentración límite del 10% para los primeros dos y del 6% para la mezcla modificada de TLA y de 8%

para la mezcla de TPB del tercero. Los tres reportaron que a partir de una concentración de cáscaras de coco del 30% las propiedades decaían.

Otro material del cual se ha buscado su uso en los aditivos de los asfaltos son las conchas de ostras debido a que países asiáticos como Corea del Sur provee de grandes desechos de dicho material. Kuo et. al, (2013) y Nciri et. al (2018) evaluaron sus propiedades químicas, físicas y mecánicas. Los primeros demostraron por medio de sus resultados que la concentración de 5% del biorellenador mostraba efectos favorables a la mezcla. Sin embargo, Nciri et. al (2018) demostraron que no ocurría reacción química entre el relleno inorgánico y el asfalto, simplemente era una interacción física. Mostraron que había una buena distribución de las partículas de la concha de ostra en la matriz del betún. Sus resultados mostraron que el incremento de la dureza corresponde a la concentración del relleno mineral el cual se ve reflejado en el descenso de la penetración y la ductilidad y al incremento del punto de ablandamiento. Determinaron que la concentración con los mejores resultados favorables es con 10% de las partículas de cáscara de ostras para mezclas asfálticas en caliente.

No solo se han investigado modificadores de asfaltos utilizando únicamente desechos materiales, sino que se ha buscado la forma de elaborar mezclas de residuos orgánicos con modificadores comunes como los elastómeros para determinar su factibilidad. Colunga-Sánchez et. al (2019) desarrollaron un asfalto modificado utilizando composites de SBS y pluma de pollo. Se evaluó el efecto en las propiedades físicas, térmicas y reológicas del SBS puro, de las partículas de pluma de pollo y mezclas de SBS-Pluma de pollo. Sus resultados mostraron que el modificador de asfalto de partículas de plumas de pollo fue el de mejor rendimiento, dicho modificador mejoró las propiedades físicas: temperatura de ablandamiento, penetración y separación de fase, y aumentó su estabilidad y rigidez. Dicho modificador presenta propiedades reológicas similares al asfalto modificado con solo SBS e incluso reforzó su naturaleza elástica. De acuerdo con los resultados del asfalto modificado con mezclas de SBS y pluma de pollo, el orden de incorporación importa, debido a que, si se agrega primero las partículas de pluma de pollo, la

queratina interacciona primero con las fracciones del asfalto, provocando que mejoren sus propiedades térmicas, físicas y reológicas del asfalto.

Por otra parte, Ipeajyeda et. al (2020) utilizaron los mismos desechos agrícolas: cáscaras de coco y de palma para elaborar carbón activado y modificarlo químicamente con amoníaco y acetato de amoníaco donde evaluaron sus características fisicoquímicas, propiedades térmicas y su morfología. Sus resultados mostraron que la modificación llevó a un aumento del área superficial y mejoró la porosidad del material.

Un desecho similar fue el desarrollado por Lv et al. (2020). Evaluaron un asfalto modificado con desechos de partículas de caparazón de cangrejo, determinaron su estabilidad a altas temperaturas, reología y rigidez. Los resultados indicaron que la adición del polvo del caparazón de cangrejo incrementó el punto de ablandamiento y disminuyó la penetración del asfalto, de igual manera mejoró la resistencia de fisuras del asfalto en la reducción del ángulo de fase e incrementando el módulo dinámico de corte. Demostraron que el caparazón de cangrejo incrementa la rigidez, mejora la estabilidad a altas temperaturas y la resistencia al deslizamiento del asfalto. Finalmente, con la espectroscopía de infrarrojo demostraron que no ocurre ningún cambio en la estructura del asfalto, por lo tanto, la modificación es un proceso físico.

Otro trabajo de investigación elaborado por Ameli et al. (2020) donde se utilizaron cenizas de cáscaras de arroz (CA) y cenizas de cáscaras de carbón (CCA) a concentraciones de 0%, 25%, 50%, 75% y 100% como modificadores de asfalto. Investigaron el desempeño de fatiga y fractura del asfalto, y propiedades mecánicas. Concluyeron que el uso de cenizas de CA incrementaba la deformación permanente del asfalto, incrementaba la vida de fatiga y mejoró las propiedades mecánicas de la mezcla de asfalto, mientras que el uso de CCA redujo las propiedades de desempeño de la mezcla excepto la resistencia a la humedad. En general mencionaron que el uso de cenizas de CA era el que mejor se adaptaba como agregado a mezclas asfálticas.

Fareed et. al (2020) produjeron nano materiales a partir de cenizas de desechos agrícolas para las mezclas y aglomerantes asfálticos. Hicieron uso de las cenizas de cáscaras de arroz, azúcar y trigo reduciéndolas a una nano escala a concentraciones de 2%, 4% y 6% donde evaluaron sus propiedades por medio de las pruebas de estabilidad de almacenamiento, espectroscopía de infrarrojo FTIR, penetración, punto de ablandamiento, ductilidad, granulometría y frecuencia de barrido. También se evaluaron en la fuerza, ensayo de botella, módulo dinámico y punto de fatiga. Se demostró que los porcentajes de 6% de cenizas CA, una concentración de 6% de cenizas de azúcar y una de 4% de trigo fueron las que mejor se comportaron contra el daño ocasionado por la humedad y de fractura tanto para las mezclas de asfalto como para las aglomerantes asfálticas.

Rivera-Armenta et. al (2020) desarrollaron mezclas de asfalto modificado utilizando como modificador una mezcla de plumas de pollo y del polímero SBS a concentraciones de 2, 4 y 6% en peso. En general los resultados demostraron que tuvieron una mejora en sus propiedades reológicas, módulo complejo, módulo elástico, módulo viscoso y una reducción en el ángulo de fase el cual se relaciona con una mejor resistencia para las deformaciones permanentes. Determinaron que la concentración de 2% mostró los mejores resultados en las propiedades físicas y reológicas comparado con el modificado solamente con SBS, mejorando la estabilidad de almacenamiento.

Se realizó una investigación por Salazar-Cruz et. al (2021) en el cual evaluaron el sargazo como modificador de asfalto y determinaron sus propiedades reológicas y físicas donde utilizaron concentraciones de sargazo de 0.5 a 4% en peso. Se demostró que el punto de ablandamiento, la viscosidad dinámica y el índice de penetración incrementaron hasta la concentración de 2.5% de sargazo, cuando la concentración de sargazo superaba dicho dato, las propiedades físicas decaían debido a que las partículas del sargazo comenzaban a formar estructuras gel lo cual afecta directamente en las propiedades físicas del material. Los resultados a una concentración del 2.5% mostró el mejor comportamiento reológico y térmico. La investigación mostró que la incorporación del sargazo aumentó la

rigidez a bajas temperaturas superando a los resultados del asfalto puro, de igual manera los resultados mostraron un incremento en la estabilidad de almacenamiento y en el índice de penetración a altas temperaturas.

## 1.4 La cáscara de ajo

---

En el presente trabajo de investigación se utilizará partículas de cáscaras de ajo como modificadores de asfaltos. (Samavatean et. al 2011) El ajo (*Allium sativum*) es una planta que pertenece a la familia *Alliaceae*, y es uno de los alimentos más importantes del mundo, colocándose como el segundo vegetal más cultivado en el mundo, después de la cebolla.

La cáscara de ajo es una biomasa residual que se produce en todo el mundo debido a que es un condimento que comúnmente se utiliza en los hogares y restaurantes de todos los países, por lo tanto, es un desecho que se puede conseguir a gran escala. Y sus características son que es un material de baja densidad, es biodegradable, contiene grupos funcionales activos, alta porosidad y estabilidad química (Luo et. al, 2022).

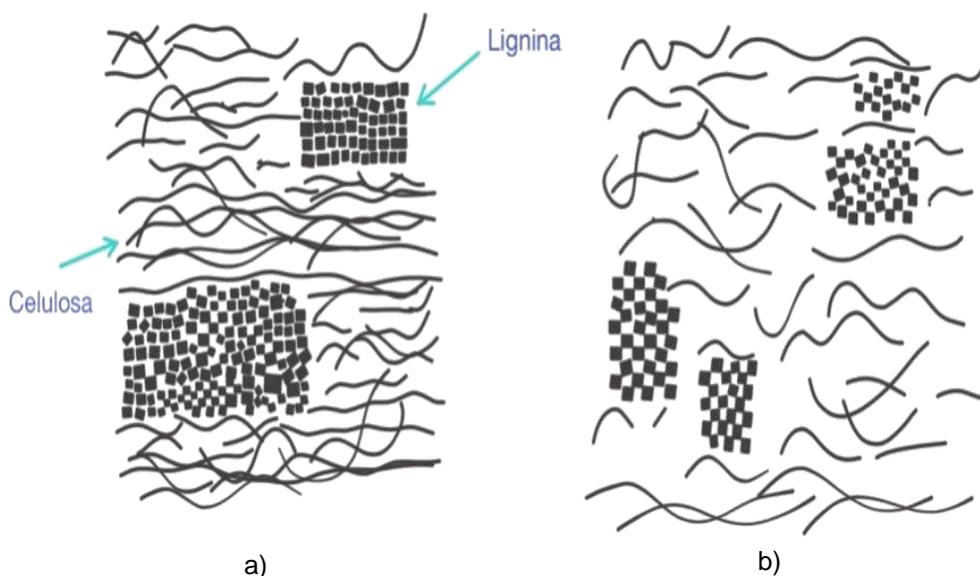
De acuerdo con la Organización de las Naciones Unidas para la Alimentación y la Agricultura, conocida por sus siglas en inglés como FAO (Food and Agriculture Organization) estima que hay una producción anual de 16.41 millones de toneladas por año de ajo y alrededor de 1.217 millones de hectáreas destinadas para su cultivo (Kotenkova, Kupaeva, 2019). Los principales países productores de ajo son China, India, Corea y Estados Unidos (Samavatean et. al, 2011).

Se ha estudiado la composición del ajo y Negi et. al (2012) establecen que el ajo es un desecho que contiene iones de calcio, magnesio, sodio, potasio y varios compuestos de azufre: dialil sulfuro, dialil disulfuro, dialil trisulfuro, dialil metil disulfuro y alil metil sulfuro. Singh et. al (2020) determinaron, por medio de un análisis elemental orgánico CHNSO, la concentración de azufre la cual es del 0.09%. De igual forma determinaron la composición bioquímica de la cáscara de ajo

está conformada por celulosa 41.32%, hemicelulosa 29.34%, lignina 17.14% y extractivos de 12%, donde la lignina es un polímero conformada por un complejo de grupos funcionales los cuales incluye grupos: hidroxilo alifático, fenólico y carboxílico (Kallel et. al 2014).

## 1.5 Tratamiento químico de los modificadores de asfaltos

Como se ha indicado a lo largo del escrito, la aplicación de los desechos naturales como modificadores de asfaltos es un tema que se ha estado investigando en años recientes. A pesar de que los desechos, conocidas también como fibras naturales, incrementan las propiedades mecánicas y reológicas de los asfaltos, se ha demostrado que presentan ciertas limitantes debido a las propiedades hidrofílicas y estructurales de las fibras.



**Figura 1.2** Estructura de la fibra celulósica sin tratar (a) y tratada químicamente (b)

Las fibras son materiales que se componen de microfibrillas de celulosa entrelazadas entre sí, que a su vez están incrustadas en una matriz amorfa llamada lignina la cual está constituida de grupos hidroxilos e insertada en una red formada

por hemicelulosa, semicristalina y pectina (figura 1.2). La celulosa presenta una región cristalina las cuales proveen de excelentes características mecánicas (Manrique, 2011) y se ha estudiado como reemplazo de materiales sintéticos gracias a que se degradan a mayor velocidad en ambientes naturales que aquellos sintéticos (Doh et. al, 2020).

Sin embargo, el contenido de grupos hidroxilos presentes en la celulosa y hemicelulosa hacen que la fibra sea hidrofílica proporcionando una baja adhesión con las matrices poliméricas, las cuales son de tipo hidrofóbico, provocando una tendencia a la absorción de humedad lo cual repercute en un envejecimiento prematuro por degradación, baja estabilidad térmica, resistencia a la humedad y resistencia mecánica (Rodríguez et. al, 2015).

Para incrementar el rendimiento de las fibras naturales en matrices poliméricas es necesario modificar su naturaleza hidrofílica, por lo tanto, se debe hacer la eliminación o remoción de los grupos hidroxilos (OH) de su estructura química y ser sustituidos por otros grupos funcionales por medio de una modificación química.

Kabir et. al (2012) reportaron que la modificación requiere de tratamientos químicos, ya sea de carácter ácido o básico, que se pueden aplicar a las fibras naturales para su aplicación en composites poliméricos. El tratamiento químico refuerza la fibra reduciendo su tendencia hidrofílica e incrementando su compatibilidad con la matriz. Los tratamientos son alcalinos, con silano, acetilación, benzoilación, acrilación y acrilonitrilo, agentes de acoplamiento tipo maleados, permanganato, peróxido, isocianato, ácido esteárico, clorito de sodio, triazina, derivados de ácidos grasos (cloruro de oleoilo) y hongos.

El tratamiento alcalino más usado es con el hidróxido de sodio (NaOH). Éste cambia la orientación del orden de la celulosa cristalina para formar una región amorfa facilitando el acceso para introducir químicos. En la región amorfa, las micromoléculas de celulosa se separan a grandes distancias y el espacio es ocupado por moléculas de agua (H-OH). Las moléculas del grupo hidroxilo se separan debido a la sensibilidad al grupo alcalino y reaccionan con las moléculas

del agua y desplazándose fuera de la estructura de la fibra. Las moléculas que quedan como remanentes en la fibra forman grupos de fibra celular O-Na entre las cadenas de la celulosa. Gracias a este suceso, los grupos hidroxilos se reducen, disminuyendo la hidrofiliidad e incrementando la resistencia a la humedad. También este tratamiento remueve parte de la hemicelulosa, lignina, pectina, cera y aceites, es decir, la superficie de la fibra se limpia de dichas impurezas y se vuelve uniforme. Se incrementa el área de superficie provocando una buena adhesión con la matriz que a su vez aumenta el desempeño mecánico y térmico del composite. Cuando la concentración alcalina sobrepasa al adecuado ocasiona un daño en la fibra debido a la deslignificación que toma lugar.

Sustentando la efectividad de la modificación química de los modificadores de asfaltos por medio de la remoción de impurezas en su estructura, investigadores han señalado los efectos de los tratamientos químicos en las fibras naturales como modificadores de asfaltos.

Aziz y Ansell (2004) analizaron el efecto de la alcalización de las fibras de cáñamo y kenaf (largos y cortos) utilizando una concentración de 0.06 M de NaOH evaluando sus propiedades mecánicas y térmicas. Sus resultados mostraron que en general los mejores valores de módulo de flexión y módulo de fuerza se obtuvieron con los composites largos alcalinizados, en especial los de las fibras de kenaf mostraron las mejores propiedades mecánicas. Se demostró que la densidad no se ve afectada por el tratamiento alcalino de 0.06 M NaOH. Los resultados del análisis térmico mostraron la presencia de humedad en los composites lo que indica bajas propiedades mecánicas.

Altun y Pehlivan (2012) realizaron una investigación sobre la remoción del Cromo (VI) de soluciones acuosas utilizando cáscaras de nuez modificadas utilizando ácido cítrico (CA) como tratamiento. Estudiaron la velocidad de adsorción a una concentración de Cr VI de 0.1 a 1.0 mM, concentración de adsorbente de 0.02 a 0.20 g, un pH de 2 a 9 de solución acuosa, temperatura y tiempo de contacto de 10 y 240 min respectivamente. Los resultados mostraron que los grupos funcionales carboxilo de la cáscara de nuez aumentaron haciendo que el material sea excelente

removedor de Cr VI en soluciones acuosas. Determinaron que la adsorción del Cr VI depende de la concentración inicial del metal, de la concentración de CA y cáscara de nuez, del tiempo de contacto, la temperatura y el pH de la solución el cual fue de 2.0. La remoción del metal incrementó mientras incrementaba la concentración del sorbente y la disminución de la concentración del sorbato.

De acuerdo con la investigación realizada por Khosa et. al (2013), las plumas de pollo (CF) pueden utilizarse como bio-sorbentes de arsénico en agua, para ello modificaron químicamente las CF con hidróxido de sodio, sulfito de sodio y alcohol metílico para eliminar grupos amino, sulfhídricos y carboxílicos respectivamente. Identificaron que el pH es altamente significativo para modificar el comportamiento superficial. Por medio de la difracción de rayos X mostraron que la queratina ha sido modificada de CF modificados mostrando una nueva cristalinidad en la tratada con alcohol metílico. Los espectros mostraron cambios en la región amida I y III, con el calorímetro diferencial de barrido se mostró que el material modificado ganaba un comportamiento amorfo de acuerdo con la expansión de la curva de fusión. Los resultados del análisis termogravimétrico mostraron que los CF modificados con el hidróxido de sodio y el sulfito de sodio muestran una descomposición similar al CF no modificado, sin embargo, para el CF modificado con alcohol metílico si muestra un cambio indicando la esterificación de la proteína lo que da estabilidad térmica, por lo tanto, el tratamiento alcalino y el sulfito de sodio no mejoraron la estabilidad térmica. En general el CF modificado con alcohol metílico es que se recomienda para la remoción de arsénico a una acidez de la solución de 4.

Mechtali et. al (2015) determinaron las propiedades mecánicas y térmicas del propileno reforzado con cáscaras de almendras con y sin agente de compatibilización (PP-g-MA), las cuales fueron probadas con dos diferentes tratamientos químicos: tratamiento alcalino con hidróxido de sodio y esterificación utilizando bromododecano. Determinaron que ambos tratamientos son capaces de eliminar los componentes de la celulosa no deseados provocando cambios en sus propiedades térmicas y mecánicas donde los resultados del último mostraron resultados superiores a los que no tuvieron tratamiento, específicamente el

tratamiento alcalino obtuvo el mejor resultado en el módulo de Young. De igual manera demostraron que disminuía la absorción de agua en los composites de almendra que fueron tratados químicamente.

Fioresi et. al (2017) realizaron la modificación de las cáscaras de cocoa (CS) utilizando como tratamiento químico la sal de diazonio, se caracterizó por espectroscopía infrarroja (FTIR) y microscopía electrónica de barrido (SEM). Obtuvieron a partir de la sal de diazonio, el 4-nitrobenzenodiazonio (NBD) el cual se injertó al CS y posteriormente eliminaron la lignina utilizando hidróxido de sodio (NaOH). Los resultados del SEM mostraron que el NBD cambió la morfología superficial del material formándose una unión covalente entre el NBD y el CS y generando porosidad, de igual manera se mostró la generación de una película polimérica que cubre la superficie del material el cual encaja con la porosidad de la superficie y en otras áreas se muestra foliada la estructura, lo cual incrementa la dureza de la superficie del CS y se controla cambiando; el tiempo de reacción, la concentración del agente reductor y la concentración de la sal diazonio. Una vez tratado con NaOH, los resultados del SEM no mostraron la presencia de nitro fenil, lo cual indica la afinidad entre el NBD y las cáscaras de cocoa.

Doh et. al (2020) reportado que a partir del biopolímero de alga se obtiene un nano composite, utilizaron nano cristales de celulosa (CNC) como reforzante para mejorar las propiedades del biopolímero, estudiaron sus propiedades físicas, químicas, térmicas y antioxidantes para valorar su aplicación en la industria de empaque. El CNC se trató químicamente con hidrólisis ácida para eliminar la región amorfa de la celulosa sin afectar la cristalinidad del material. Los resultados mostraron que la adición de CNC no afectó el color y se demostró que puede utilizarse como relleno para espacios vacíos como hoyos y fracturas. De acuerdo con la espectroscopía infrarroja se indicó que los enlaces con el hidrógeno incrementaron y por medio de la difracción de rayos X se mostró que la cristalinidad aumentó con la adición del CNC y los análisis térmicos demostraron que mejoró sus propiedades térmicas. La adición de CNC reforzó las propiedades de barrera al

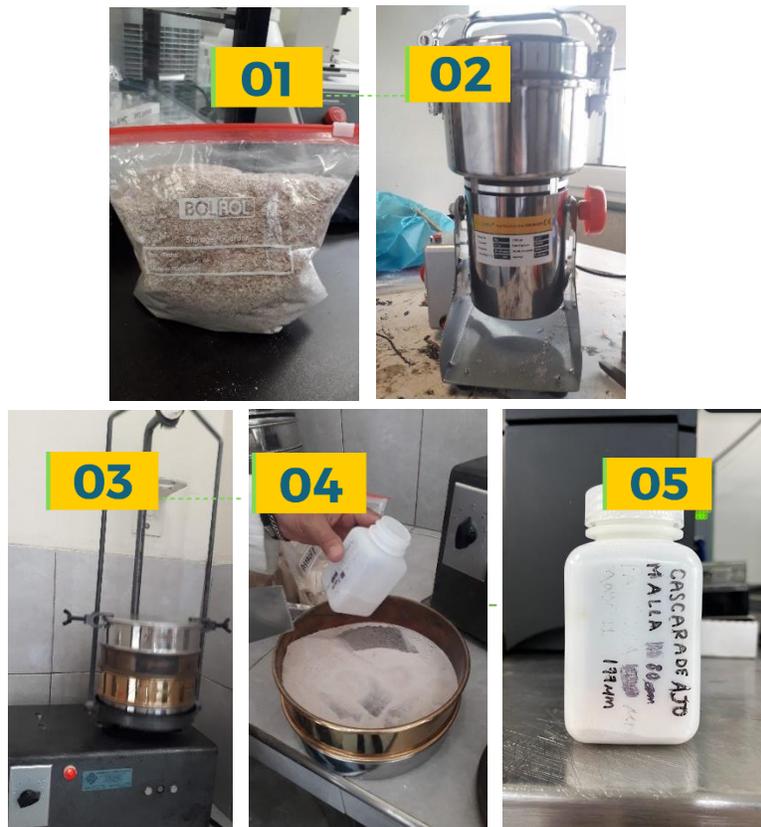
agua, al oxígeno y a la luz y no solo mejoró las propiedades físicas, el contenido de humedad y la solubilidad del agua, sino también mejoró las propiedades mecánicas.

## Capítulo 2

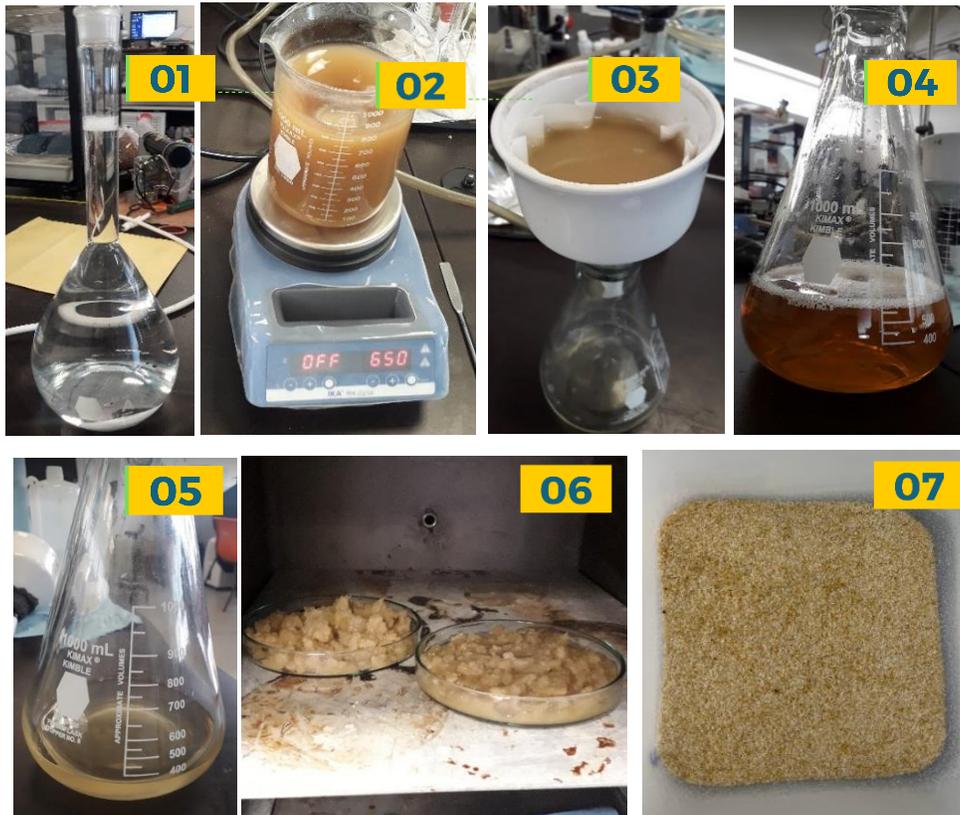
## 2. Metodología

### 2.1 Materiales

Para la elaboración de las mezclas asfálticas se utilizaron cáscaras de ajo como modificador de asfalto el cual previamente sufrieron un tratamiento previo: primeramente, se recolectó (figura 2.1-01), y se trituraron en un molino (figura 2.1-02), para posteriormente tamizar (figura 2.1-03) para obtener un tamaño de partícula homogéneo (malla 80, tamaño de partícula 177 micras), figura 2.1-04.



**Figura 2.1** Proceso de preparación de las partículas de ajo



**Figura 2.2** Tratamiento químico de las partículas de ajo

Después las partículas se sometieron a un tratamiento químico con sosa (hidróxido de sodio, figura 2.2 paso 01) para alterar su estructura química y mejorar las propiedades del asfalto. El tratamiento se realizó a un tiempo (1 hr, figura 2.2-02) y a una relación de 20 gr de partícula de cáscara de ajo a 100 ml de solución de sosa. Después de ese tiempo, se filtró, las partículas se lavaron tres veces con agua destilada, posteriormente se secaron en estufa a 45°C y se guardaron (ver figura 2.2-03, 04, 05, 06 y 07 respectivamente).

El asfalto que se utilizó es el PG64-22 el cual fue donado por Ergon Asfaltos México, Altamira con la siguiente composición SARA que se muestra en la tabla 2.1:

Tabla 2.1. Composición del asfalto

Composición	Porcentaje
Saturados	8.38%
Aromáticos	37.14%
Resinas	36.33%
Asfaltenos	28.15%

## 2.2 Preparación de la mezcla asfáltica

Las mezclas de asfalto modificado se elaboraron con dos tipos de partícula de ajo (modificado químicamente y el no modificado) a 8 diferentes concentraciones de la partícula. Se prepararon con un equipo de calentamiento con temperatura controlada y con un IKA-Eurostar Powder control-visc 6000 de agitador (figura 2.3). La temperatura (180°C), la velocidad de mezclado (1500 rpm) y el tiempo de agitación (1 hora) permanecieron constantes. La relación de composito y asfalto se muestra en la tabla 2.2:

Tabla 2.2 Mezclas asfálticas preparadas y códigos empleados para identificación

Concentración de partículas de ajo en el asfalto	Código	
	Partículas de ajo no tratadas	Partículas de ajo tratadas
0%	AV	
1%	AP1	AM1
2%	AP2	AM2
3%	AP3	AM3
4%	AP4	AM4

5%	AP5	AM5
6%	AP6	AM6
8%	AP8	AM8
10%	AP10	AM10



**Figura 2.3** Mezclas asfálticas modificadas

### 2.3 Pruebas para determinar propiedades físicas

Para evaluar las propiedades físicas del asfalto se determinaron los siguientes parámetros: la viscosidad dinámica, el punto de ablandamiento, punto de penetración, la separación fases también conocida como la estabilidad de almacenamiento y la dispersión de las partículas del modificador en la mezcla asfáltica.

### 2.3.1 Propiedades físicas convencionales

---

La viscosidad dinámica se determinó por medio de un viscosímetro Brookfield DV-II, figura 2.4, de acuerdo con el método ASTM D4402-06, las muestras de adaptaron a la geometría requerida y se pesó 10.5 g de cada una. La prueba se llevó a cabo a una temperatura de 150°C.



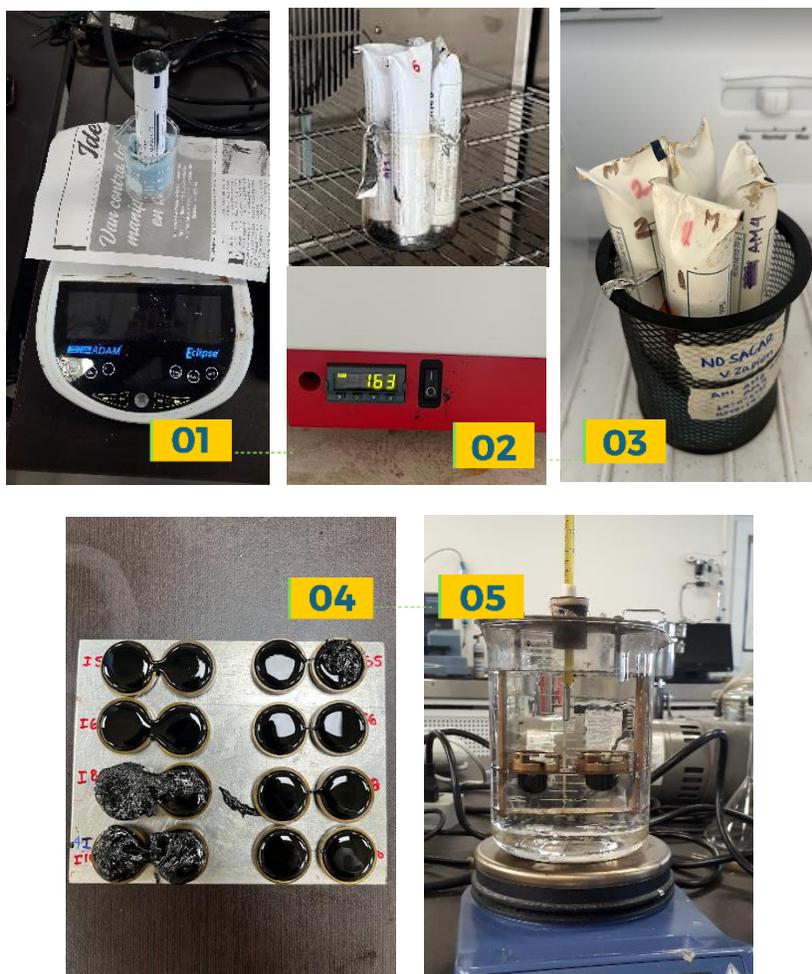
**Figura 2.4** Viscosímetro rotacional

Para la determinación del punto de ablandamiento del asfalto se realizó de acuerdo con el método ASTM D36/D36M-14e1 y el cual dicha prueba nos indica la susceptibilidad térmica de la mezcla asfáltica (figura 2.5) (Martínez-Anzures et. al, 2019). La prueba consistió en colocar en la muestra en dos anillos en un medio de glicerina (figura 2.5-01 y 02) que está en calentamiento a una razón de 5°C/min la cual provoca que la esfera de acero que se encuentra sobre la muestra pese de tal manera que caiga, el momento en que cae la pelota a la barra inferior se toma lectura de la temperatura siendo ésta la temperatura a la que el material se ablanda (figura 2.5-03 y 04).



**Figura 2.5** Proceso de la prueba de reblandecimiento

La prueba de separación de fases o estabilidad de almacenamiento (figura 2.6) se realizó de acuerdo con método ASTM D5892-00/M-MMP-4-05-022/02 con el propósito de identificar la compatibilidad entre el asfalto y el compuesto después de haber sido expuesto a temperaturas extremas por varios días. Dicha prueba requiere que la mezcla de asfalto modificado se vierta a un tubo colapsible (figura 2.6-01), para envejecerlo a una temperatura de 165°C por 48 horas (figura 2.6-02), y posteriormente enfriarlo a temperaturas por debajo del 0°C (figura 2.6-03). Dicho tubo colapsible se divide en 3 partes iguales para determinar la temperatura de reblandecimiento (figura 2.6-04 y 05), si la diferencia entre los puntos de ablandamiento en las secciones superior e inferior es menor que 3°C, significa que las muestras tienen una buena estabilidad de almacenamiento a altas temperaturas.



**Figura 2.6** Proceso de la prueba de separación de fases

La prueba de penetración se realizó en base al método ASTM D5/D5M-19 utilizando un penetrómetro Koeler K95500 para evaluar la consistencia de la mezcla asfáltica (Colunga-Sánchez et. al, 2019).

Se calculó el índice de penetración (PI), el cual indica la susceptibilidad térmica del asfalto, mientras más sensible sea a la temperatura mayor será la posibilidad de que se deforme a altas temperaturas. Se determinó por medio de una ecuación que relaciona los parámetros de penetración y el punto de ablandamiento.

Generalmente el PI varía entre -3 y +7, mientras menor sea el valor, mayor será la susceptibilidad térmica del asfalto (Salazar-Cruz et. al, 2021).



**Figura 2.7** Muestra para prueba de penetración

---

### 2.3.2 Microscopía de fluorescencia

---

Se evaluó la dispersión de las partículas del compuesto en el asfalto colocando una gota de la mezcla asfáltica modificada en un porta muestra y colocarla en el equipo Carl Zeiss Axiotech con una magnificación de 20x, donde la ausencia de fluorescencia indica una buena dispersión de las partículas (figura 2.8), es decir, cuando la energía incide en la mezcla, las partículas de modificador absorberán la energía, por lo tanto, esta propiedad dependerá de la concentración de la cantidad de modificador adicionado (Colunga-Sánchez et. al, 2019).



**Figura 2.8** Muestra para prueba de fluorescencia

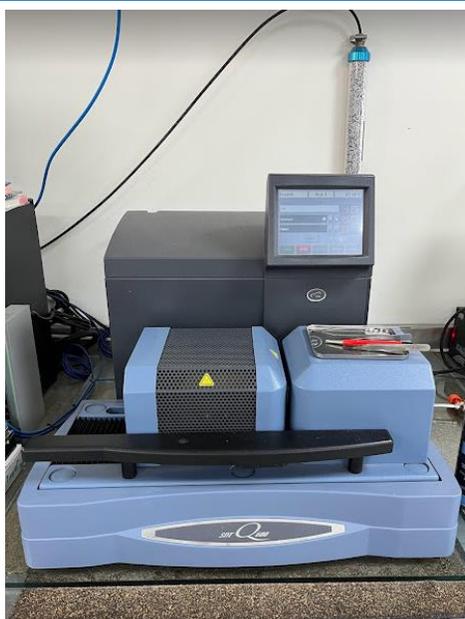
---

## 2.4 Análisis térmico

La medición de las propiedades térmicas del asfalto modificado se realizó para determinar el desempeño que tiene el material cuando son sometidos a un calentamiento, es decir, el comportamiento de la masa en función del tiempo y la temperatura y de esta manera determinar la estabilidad térmica de los materiales y la afectación que tendría la adición de las partículas.

### 2.4.1 Calorímetro Diferencial de Barrido (DSC) / Análisis termogravimétrico (TGA)

Se evaluó la estabilidad térmica de los materiales por pérdida de peso utilizando un Calorímetro Diferencial de Barrido en conjunto con el análisis termogravimétrico DSC/TGA, utilizando el equipo TA Instruments Q600 (figura 2.9) analizando muestras de  $10 \pm 2$  mg usando charolas de platino, con un ambiente de nitrógeno (100 mL/min) y una velocidad de calentamiento de  $10$  °C/min.



**Figura 2.9** Calorímetro Diferencial de Barrido en conjunto con el análisis termogravimétrico DSC/TGA

## 2.5 Análisis Reológico

---

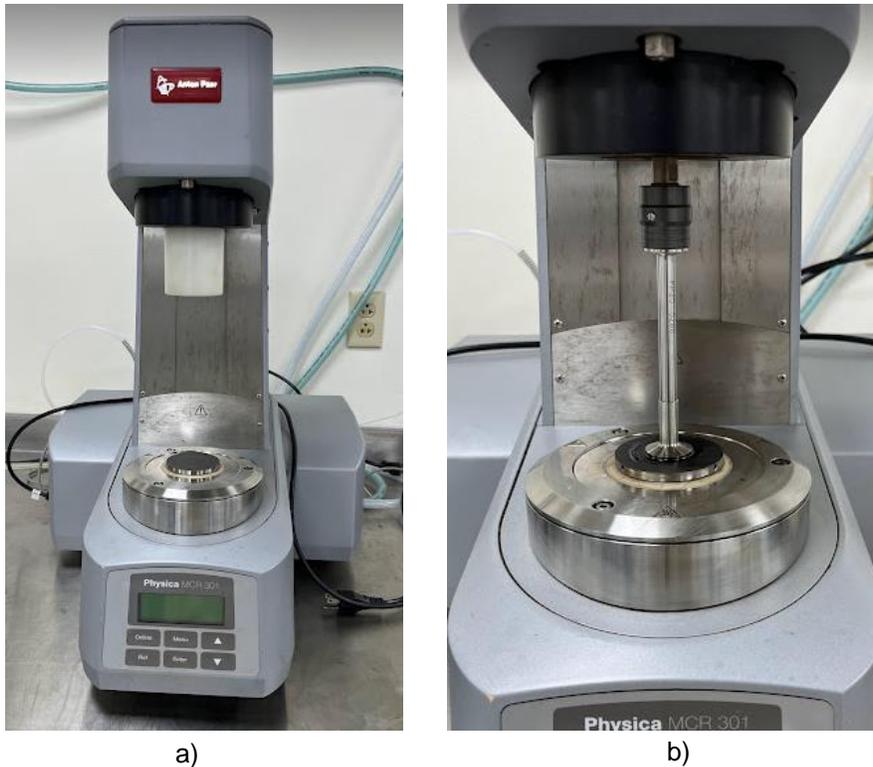
Se evaluaron las propiedades reológicas midiendo el comportamiento elástico y viscoso del material lo cual nos brindarán información sobre la resistencia del asfalto y la resistencia a deformaciones permanentes.

### 2.5.1 Reómetro de Corte Dinámico (DSR)

---

Se determinaron los parámetros de módulo complejo de corte ( $G^*$ ), módulo elástico ( $G'$ ), módulo viscoso ( $G''$ ) y el ángulo de fase ( $\delta$ ) los cuales se midieron con un reómetro de corte dinámico (DSR) utilizando el equipo TA Instruments modelo Discovery HR-3 (figura 2.10). Primero se realizó un barrido de deformación para identificar la región lineal viscoelástica a una amplitud de 0 a 100%, a tres diferentes frecuencias (0.1 rad/s, 10 rad/s y 300 rad/s) y a una temperatura baja y alta (52 y 82°C respectivamente), se tomó el valor de la deformación justo antes de que la gráfica pierda la linealidad, es decir, el porcentaje de deformación donde el material se encuentra en la región viscoelástica lineal en todas las velocidades y temperaturas. Después se realizó un barrido de frecuencia de 0.1 rad/s a 250 rad/s bajo una deformación oscilatoria del 4% dentro de la zona viscoelástica lineal a un rango de temperatura de 52 a 94°C a intervalos de 6°C para determinar los parámetros reológicos (Salazar-Cruz et. al, 2021).

La prueba para determinar el módulo complejo y el seno del ángulo de fase ( $G^*/\sin \delta$ ) se llevó a cabo a una razón de 10 rad/s asociándolo con la velocidad del tráfico de 100 km/h. Donde el primero nos habla sobre la rigidez del asfalto, mientras que el segundo nos da información sobre la resistencia del asfalto a las deformaciones permanentes.



**Figura 2.10** Reómetro de corte dinámico (DSR) a) y monte de la muestra b)

## 2.6 Análisis Estructural

Se analizó la estructura química en las mezclas asfálticas preparadas con los dos diferentes tipos de partículas de cáscara de ajo, tratadas y sin tratar, para determinar los cambios químicos de las muestras.

### 2.6.1 Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (ATR-FTIR)

Se determinó el espectro FTIR (figura 2.11) para las partículas de ajo tratadas químicamente y sin tratar y para las mezclas asfálticas modificadas utilizando la

herramienta más utilizada de espectroscopía ATR (Reflectancia total atenuada). Se colocó 10 mg de muestra en el FTIR y se sometió a 12 barridos dentro de un intervalo de longitudes de onda de onda de 4000 a 600  $\text{cm}^{-1}$  tanto a las muestras modificadas con partículas de ajo sin tratar como a las tratadas.



---

**Figura 2.11** Espectroscopía de infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR)

---

## Capítulo 3

### 3. Resultados y Discusión

#### 3.1 Propiedades físicas convencionales

##### 3.1.1 Viscosidad

La viscosidad es una propiedad que nos proporciona la resistencia que tiene la mezcla asfáltica al fluir cuando se le aplica una fuerza (Arabani y Tahami 2017). Los resultados de la medición de viscosidad dinámica se muestran en las figuras 3.1 y 3.2 siendo los resultados de las mezclas modificadas con partículas de ajo sin tratar y tratadas respectivamente.

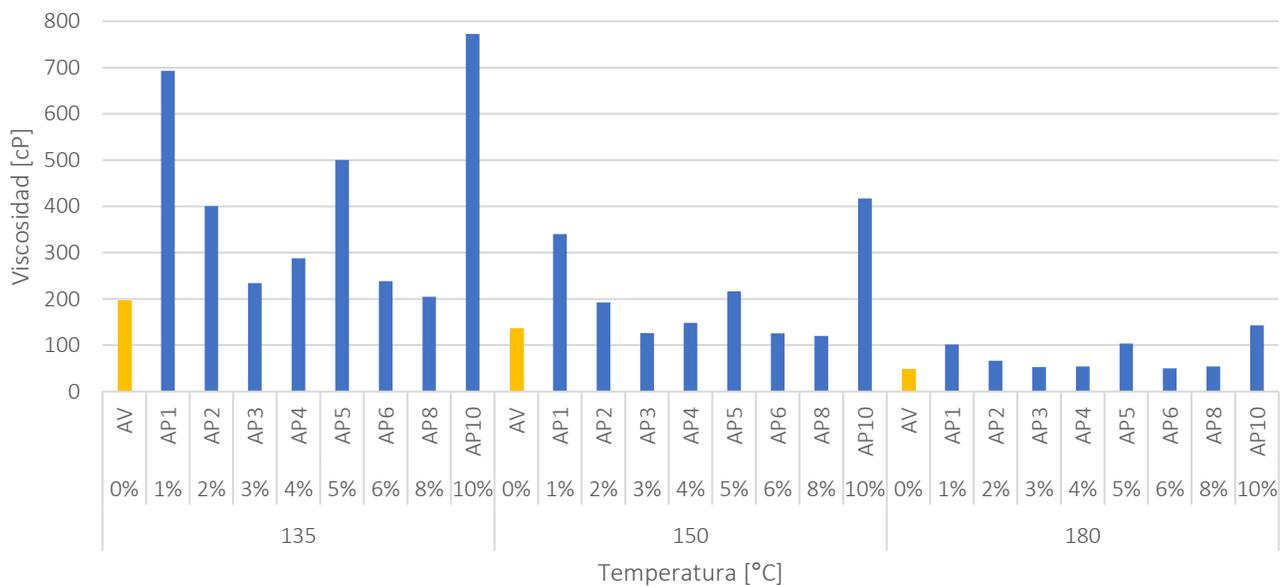


Figura 3.1 Viscosidad en cP de asfalto modificado con partículas de cáscara de ajo sin tratar a 50 rpm

De acuerdo con los datos mostrados en las figuras, el límite inferior de la viscosidad está dado por el valor del blanco de un valor de 197.1 cp para una temperatura de 135°C, 136 cp para la temperatura de 150°C y de 47.74 cp para una temperatura de 180°C. Se puede apreciar para las muestras de asfalto modificados con las cáscaras de ajo sin tartar, la cual está representada en la figura 3.1, las concentraciones que sobresalen por sus valores más altos son para las

concentraciones AP1, AP5 y AP10, el cual va disminuyendo la viscosidad mientras va aumentando la temperatura debido a que mientras la temperatura sea más alta, el asfalto tiende a fluir con mayor facilidad y dichas concentraciones son las únicas prevalecen ser superiores que la viscosidad del asfalto virgen incluso para la temperatura más alta.

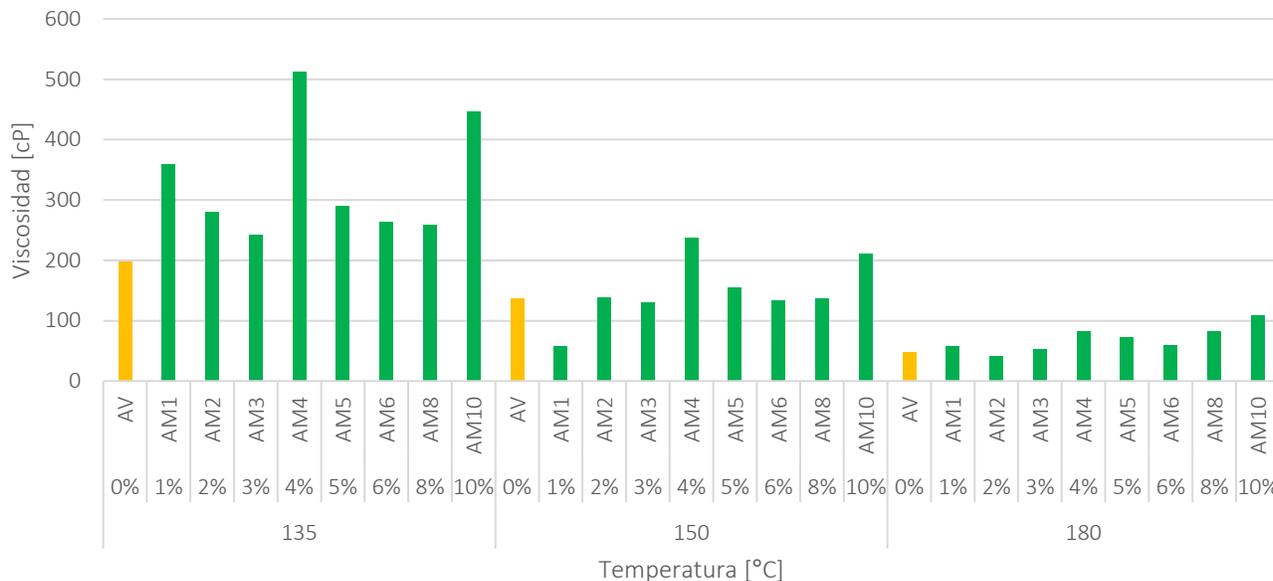


Figura 3.2 Viscosidad en cP de asfalto modificado con partículas de cáscara de ajo tratadas a 50 rpm

Con respecto a las muestras modificadas con las cáscaras de ajo tratadas, representadas en la figura 3.2, muestran el mismo patrón que las no tratadas, es decir, que las AM1, AM5 y AM10 son las muestras que tienen los valores de viscosidad más altos y sus viscosidades disminuyen conforme la temperatura va aumentando, pero incluso en la temperatura más alta son iguales o superiores a la viscosidad del asfalto virgen.

En general, las dos partículas utilizadas como modificadores en el asfalto superan el límite de viscosidad del blanco, pero los que mostraron los valores más altos para la viscosidad son para las partículas sin tratar. El comportamiento que presentan las muestras se puede explicar debido a como se va comportando las

partículas de cascara de ajo como aditivo en el asfalto, mientras vaya aumentando la concentración de las partículas en el asfalto, le proporciona mayor resistencia al asfalto de fluir cuando a este se le aplica un esfuerzo, en este caso la velocidad y los resultados muestran, como con Arabani y Tahami (2017), quienes utilizaron partículas de cáscara de arroz, que al agregar las partículas de cáscara de ajo mejoran las propiedades del asfalto a altas temperaturas,

De acuerdo con Ameli et al. (2020) quienes usaron partículas de cáscara de arroz y cenizas de carbón, si el valor de la viscosidad aumenta demasiado será más difícil de manipular en el momento de la construcción, por lo tanto, no es viable tener altos valores de viscosidad y los resultados reportados por Ameli et al. (2020) y col tienen mayores valores de viscosidad, indicando que el uso de partículas de cáscara de ajo como modificador son superior a las cáscaras de arroz y de carbón. Los valores ideales indicados por Seidel y Haddock (2012) no deben ser superiores a 3000 cp por cuestiones ya mencionadas de manipulación del asfalto al momento de pavimentar. Tomando estos valores como base, los resultados entran dentro de los lineamientos, por lo tanto, las viscosidades de las mezclas de asfalto modificadas con cáscara de ajo tanto tratadas como no tratadas son ideales para su uso.

### 3.1.2 Temperatura de reblandecimiento

---

La temperatura de reblandecimiento se determina por medio de la prueba conocida como Ring and Ball. El incremento en la temperatura de reblandecimiento del asfalto con respecto al virgen es deseable debido a que mientras mayor la temperatura es indicativa que la mezcla asfáltica es menos susceptible a sufrir deformaciones permanentes (Nciri et. al, 2018).

Los resultados de la temperatura de reblandecimiento del presente trabajo de investigación se encuentran en la figura 3.3

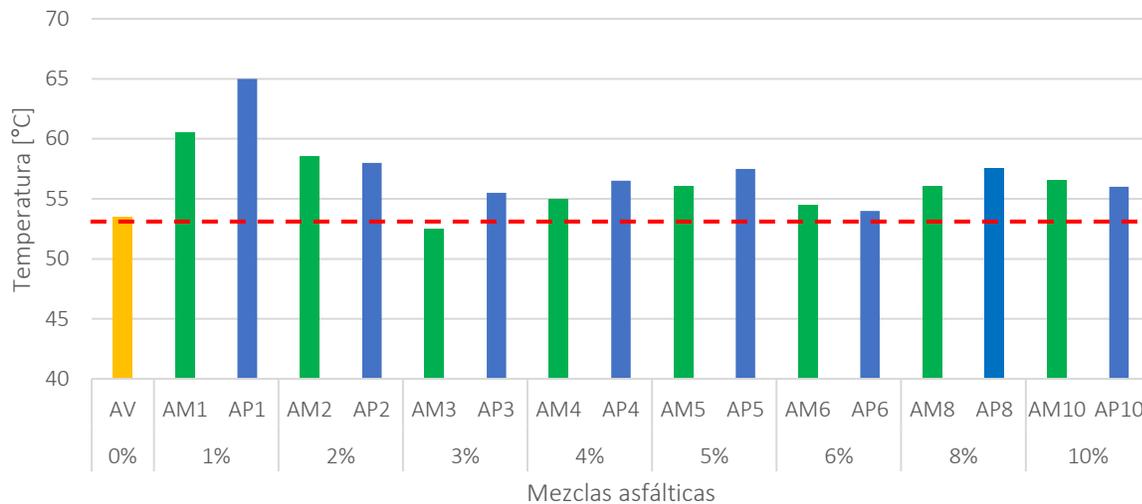


Figura 3.3 Resultados de Ring and Ball para mezclas asfálticas modificadas con partículas de cáscara de ajo

Donde la temperatura de reblandecimiento correspondiente al blanco es de 53.5°C la cual está representada con la barra de color amarillo y es considerada como el límite inferior para que las mezclas asfálticas modificadas tengan un cambio positivo. Analizando las temperaturas de las mezclas preparadas todas ellas tienen una temperatura de reblandecimiento superior al blanco.

Las mezclas modificadas con las cáscaras de ajo sin tratar se representan con las barras de color azul, mientras las modificadas con las cáscaras de ajo tratadas con la barra de color verde.

Para las mezclas con cáscara de ajo puras se observa que los mejores resultados de la temperatura de reblandecimiento son para las muestras AP1, AP5 y AP10 y las mezclas se comportan de manera análoga para las modificadas con las cáscaras de ajo tratadas, los resultados más altos se obtienen para las mezclas AM1, AM5 y AM10, pero son inferiores a las temperaturas de las cáscaras de ajo sin tratar. La tendencia del comportamiento que muestran los resultados de la prueba de Ring and Ball son análogos a los obtenidos por la prueba viscosidad debido a que estos dos parámetros son interdependientes (Lv et al., 2020), por lo que, para ambos resultados de las dos diferentes partículas, la concentración inicial

tiene un valor máximo el cual comienza a disminuir al aumentar la concentración del aditivo.

Esta tendencia de disminuir la temperatura de reblandecimiento acorde al aumento de concentración del agregado se explica por medio del momento de la preparación de la muestra. A una concentración mayor de 5% al momento de incorporar el modificante, la mezcla asfáltica comenzó a presentar la formación de burbujas, relacionado con la muestra, a pesar de que las partículas estaban secas, una posibilidad es que tienen capacidad de absorber humedad, la cual ha ocurrido en diferentes trabajos de investigación por ejemplo con Pérez et. al (2019) que, al agregar desecho industrial de eucalipto como aditivo del asfalto, la formación de burbujas comenzó a presentarse el cual complicó el manejo de la mezcla que repercute en una menor adhesión del agregado en la mezcla asfáltica.

Con respecto a las muestras con cáscaras de ajo tratadas químicamente con una solución de sosa a 1 M, los resultados menos favorables que muestran son debido a que la solución de sosa eliminó la región amorfa de la estructura de la cáscara de ajo (Kabir et al., 2012). Esto afectó de manera negativa la partícula reduciendo su dureza debido a una alcalinización por el tratamiento que recibieron las partículas de ajo tratadas. Para comprobarlo se midió el pH del licor del filtrado y último lavado del tratamiento químico y resultó en 11.8 y 9.5 respectivamente. En consecuencia, hay una disminución de 4.5°C unidades en la temperatura de reblandecimiento de la mezcla modificada con la partícula de cáscara de ajo tratada con mejor resultado contra la mezcla modificada con cáscara de ajo sin tratar (El Mechtali et al., 2012).

De acuerdo con los resultados reportados por (Iqbal et. al, 2020) donde compararon la modificación del asfalto utilizando PET y azufre, muestran que, al ir aumentando a partir de 2% la concentración de azufre en las mezclas de asfalto, la temperatura de reblandecimiento decrece debido a que el azufre vuelve más blando el material, lo cual se asemeja al comportamiento que se reportan en el actual trabajo, la cáscara de ajo contiene proporción de azufre del 0.09%. Aunque el contenido de azufre es bajo, al ir aumentando el volumen de partícula de cáscara

de ajo en la mezcla aumentando la relación del azufre con respecto al asfalto, por lo tanto, le brinda suavidad al asfalto.

Los resultados mostrados en el presente proyecto muestran temperaturas de reblandecimiento superiores a trabajos de investigación reportados utilizando partículas de cáscara de arroz (Arabani y Tahami, 2017) donde ellos reportan una temperatura de 61.5°C utilizando 20% de cáscara de arroz, así como el reportado por (NCiri et. al, 2018) donde utilizaron cáscara de ostras como modificador siendo el de 15% la mezcla que tiene la mayor temperatura de 60.5°C, por lo tanto, es altamente viable utilizar partículas de cáscara de ajo debido a que la mezcla AP1 presenta mejores resultados, demostrando que solo se necesita muy poca cantidad de modificador para mejorar la temperatura de reblandecimiento del asfalto.

De igual manera, las mezclas preparadas con la partícula tratada de cáscara de ajo muestra temperaturas superiores de 53.5°C correspondiente al asfalto virgen, excepto AM3, pero por referencia no existe investigaciones realizadas con modificadores agrícolas modificados químicamente, sin embargo, de acuerdo con los resultados expuestos, no superan al modificador sin tratar, lo cual es positivo debido a que no se requeriría agregar un proceso adicional el cual involucra mayor cantidad materia prima y por consiguiente mayores costos para modificar al asfalto.

### 3.1.3 Estabilidad de almacenamiento

---

La prueba de separación de fases comprueba la afinidad del aditivo que se está agregando con el asfalto. Lo que se determina es la temperatura de reblandecimiento por medio de la prueba de Ring and Ball después de someter a la mezcla a un choque de temperatura de una muy caliente (163°C) a una muy fría (-7°C). Dicho cambio de temperatura provocará que la mezcla tienda a separarse si el aditivo no se homogenizó totalmente con el asfalto.

Los resultados de la prueba de separación de fases se encuentran en la siguiente figura 3.4. Para las mezclas asfálticas con cáscara de ajo sin tratar AP1,

AP2 y AP6 la diferencia de temperaturas se encuentra por debajo del límite e incluso están por debajo del asfalto virgen, lo cual indica que a esas concentraciones hay mayor afinidad entre el aditivo y el asfalto.

Para las mezclas con cáscaras de ajo modificadas AM2, AM3, AM4 y AM5 son las que entran por debajo del criterio. Por el contrario, las mezclas con cáscara de ajo sin tratar que salen del límite son AP3, AP4, AP5, AP8 y AP10 siendo la última la mezcla con mayor diferencia entre todas, y para las mezclas modificadas con las cáscaras de ajo tratadas son AM1, AM6, AM8 y AM10 las concentraciones que están por arriba del límite.

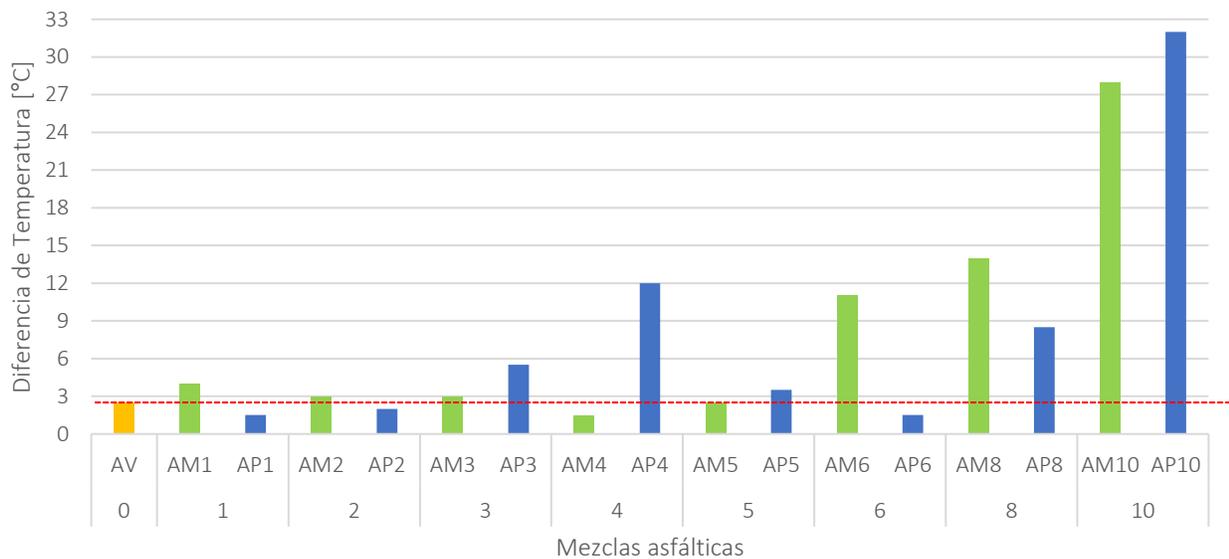


Figura 3.4 Resultados de separación de fase de mezclas asfálticas modificadas con partículas de cáscara de ajo

La figura 3.4 muestra un comportamiento homólogo a las pruebas anteriores, es decir, un comportamiento tipo campana, donde una vez alcanzada la mínima diferencia comienza a subir y retoma a decrecer a cierta concentración.

El comportamiento que muestran los resultados de más concentración del aditivo ocasiona una pérdida de estabilidad en la mezcla reflejándose en un incremento en la diferencia de temperaturas como lo reportado en Fareed et. al (2020), la causa de dicho incremento en la diferencia de temperaturas es debido a

que mientras más partículas se agreguen conlleva a un aumento del área superficial y el aditivo toma el comportamiento de un aglomerado lo cual afecta a su estabilidad de almacenamiento.

Siendo la mezcla AP1 el que mostró los mejores resultados con una diferencia de 1.5°C el cual es mejor con respecto a resultados reportados por Rivera-Armenta et. al (2020) donde la mejor mezcla modificada con partículas de pluma de pollo fue proporcionada por una concentración del 2% con un valor de  $\geq 1^\circ\text{C}$ , lo cual el proyecto actual resulta más conveniente debido a que con tan solo 1% de las cáscaras de ajo sin tratar se tiene una excelente estabilidad de almacenamiento del asfalto. De igual manera un trabajo de investigación donde utilizaron partículas de cascara de arroz por Fareed et. al (2020), la mezcla del 2% de concentración mostró un resultado del 0.7°C el cual es un valor aproximadamente de la mitad del mostrado en este trabajo, sin embargo, como se mencionó, la ventaja del presente proyecto es considerar que se requiere de una cantidad mucho menor de biomasa para conseguir una buena estabilidad lo cual va ligado con menor uso de materia prima, por lo tanto se recomienda tomar como máximo una concentración de 1% en peso de la partícula de cáscara de ajo como modificador.

### 3.1.4 Penetración

---

La prueba de penetración nos provee información sobre la resistencia que tiene la mezcla asfáltica y los resultados se muestran en la figura 3.5, así como los resultados del índice de penetración mostrados en la tabla 3.1. En la prueba de penetración, el resultado del blanco de 42.28 mm y se toma como el límite máximo de penetración para las muestras porque es necesario que mientras sea menor el valor de la penetración con respecto al blanco, mayor será la resistencia. De igual forma que en las pruebas previamente detalladas, los resultados muestran un comportamiento similar a la temperatura de reblandecimiento, donde crecen,

alcanzan un valor máximo para posteriormente decrecer, la similitud entre las pruebas es debido a que las pruebas físicas están relacionadas entre sí.

Las mezclas asfálticas modificadas con cáscaras de ajo sin modificar de AP1 y AP5 muestran los menores resultados siendo la mezcla AP1 la que mostró el menor resultado entre todas las mezclas preparadas, mientras para las mezclas modificadas con cáscara de ajo tratadas fueron las AM8 y AM10, sin embargo, se encuentran por arriba de la mostrada por AP1. Todas las muestras se encuentran por debajo del límite, infiriendo que la adición de partículas de cáscara de ajo es un buen aditivo para mejorar la resistencia del asfalto, siendo las mezclas no tratadas las que presentando una mejora ocasionando que al agregar las partículas de ajo al asfalto lo vuelven más resistente y permite que la mezcla sea más resistente a las deformaciones permanentes (Ameli et al., 2020).

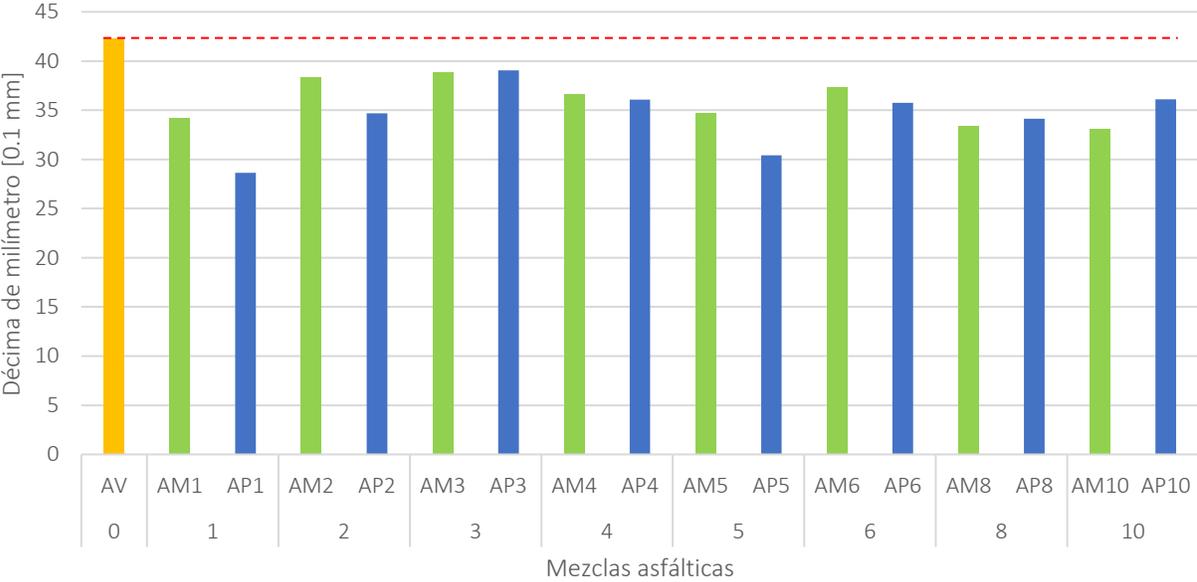


Figura 3.5 Resultados de la prueba de penetración

De acuerdo con los resultados mostrados en el presente trabajo y comparándolos con los resultados reportados por Ameli et al. (2020) donde utilizaron cáscaras de arroz y residuos de carbón y mostraron resultados por arriba

del valor de 40 (0.1 mm) donde su mejor resultado lo mostró la adición de cáscara de arroz, pero es mayor al reportado por el presente proyecto (partículas de cáscara de ajo). Así como el reportado por Fareed et. al (2020) donde utilizaron como modificador partículas de residuos agrícolas del arroz, azúcar y paja, donde los resultados están entre el 47 y 60, siendo la mezcla preparada con el 4% de partículas de paja el mejor resultado. Por lo tanto, se demuestra que utilizar desperdicios agrícolas provee de mejores resultados en la modificación de asfaltos y en este caso las partículas de cáscara de ajo sin tratar el que da mayor resistencia al asfalto.

$$PI = \frac{1952 - 500 \log(PEN) - 20 * SP}{50 \log(PEN) - SP - 120} \dots \dots (1)$$

El índice de penetración nos indica la sensibilidad del asfalto a la temperatura y se calcula por medio de la fórmula 1 que relaciona a la temperatura de reblandecimiento (SP), así como el parámetro de penetración (PEN). El rango de los valores es desde -3 y +7 para aplicaciones de pavimento siendo el valor más pequeño un indicativo de ser más sensible a la temperatura (Salazar-Cruz et. al, 2020) y para una aplicación en construcción de carreteras, los valores del PI deben oscilar entre -2 y +2 (Iqbal et. al, 2020).

**Tabla 3.1** Resultados del índice de penetración del asfalto modificado

Modificación	SP (°C)	PEN (0.1 mm)	PI
AV	53.5	42.28	-0.7477
AM1	60.5	34.26	0.2447
AM2	58.5	38.4	0.1024
AM3	52.5	38.86	-1.1529
AM4	55	36.66	-0.7222
AM5	56	34.74	-0.6223
AM6	54.5	37.36	-0.7905
AM8	56	33.38	-0.7038
AM10	56.5	33.12	-0.6165
AP1	65	28.64	0.6820
AP2	58	34.68	-0.2174

AP3	55.5	39.06	-0.4810
AP4	56.5	36.08	-0.4397
AP5	57.5	30.4	-0.5860
AP6	54	35.74	-0.9905
AP8	57.5	34.12	-0.3520
AP10	56	36.12	-0.5415

De acuerdo con los resultados mostrados en la tabla, todas las mezclas entran en el rango para su aplicación en carreteras pavimentadas, sin embargo, la mezcla que resulta con el valor más pequeño del IP corresponde a la mezcla AM3, siendo inferior al valor del blanco, dicha mezcla ha mostrado los resultados menos deseables para el asfalto y el valor más alto corresponde para la mezcla AP1, confirmando que dicha concentración es la que tiene mayor estabilidad térmica y es menos propensa a sufrir deformaciones permanentes.

En general, los resultados con los valores más pequeños corresponden para las mezclas asfálticas modificadas con cáscaras de ajo tratadas, por lo tanto, dicha modificación química de la partícula se reduce 0.17 unidades, de tal modo es sensible al asfalto modificado con respecto a las cáscaras de ajo no tratadas.

Los resultados mostrados indican que la cáscara de ajo es un material que se utiliza como modificador de asfaltos mejor que el simplemente agregar materiales inorgánicos como el trabajo de investigación realizado por Iqbal et. al (2020), donde utilizaron como modificadores el polietileno y el azufre puro, y mostrando resultados de índice de penetración del -1.8 al -1.4 los cuales son inferiores a los obtenidos en el presente trabajo de investigación.

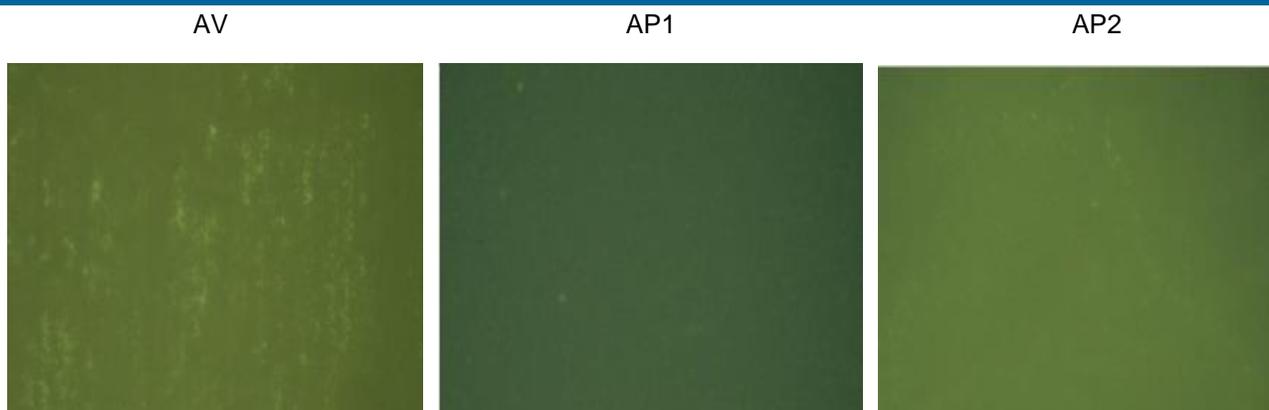
### 3.2 Microscopía de fluorescencia

La microscopía de fluorescencia se lleva a cabo para determinar si el aditivo se dispersa de manera homogénea en el asfalto, las micrografías de las mezclas

asfálticas modificadas se muestran en la tabla 3.2 y 3.3 donde las zonas fluorescentes representan la concentración del aditivo y la zona oscura representa la base de asfalto, por lo tanto, mientras la distribución del modificador sea homogénea la micrografía mostrará menos puntos de concentraciones de fluorescencia. La muestra del blanco presenta una dispersión homogénea con ligeros puntos de polímero y para el resto de las micrografías se muestran en general una buena dispersión del aditivo en el asfalto. Entre las mezclas de AM1 y AP1 la primera presenta pequeñas partes sin dispersar en comparación con la segunda, la cual muestra una dispersión homogénea.

Para las mezclas de concentración AM2, AP2, AM3 y AP3 las micrografías muestran buena homogeneidad con presencia de ligeros puntos del aditivo sin mezclar. Las mezclas AM4 y AP4 presentan buena dispersión con ligeros puntos del modificador sin mezclar, mostrando una mejor dispersión el de cáscara de ajo puro. La micrografía AM5 es la mezcla que muestra menor dispersión homogénea mostrando puntos fluorescentes de mayor tamaño, donde AP5 muestra una mejor dispersión del modificante en el asfalto.

**Tabla 3.2** Micrografías de fluorescencia 20x de mezclas de asfalto con partículas de cáscaras de ajo sin tratar



---

AP3



AP4

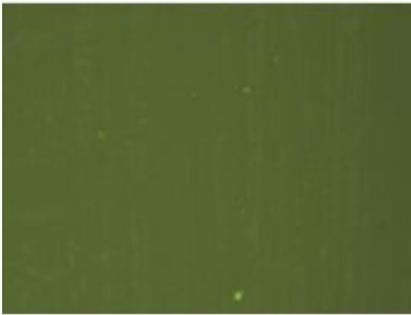


AP5



---

AP6



AP8



AP10



---

**Tabla 3.3** Micrografías de fluorescencia 20x de mezclas de asfalto con partículas de cáscaras de ajo tratadas

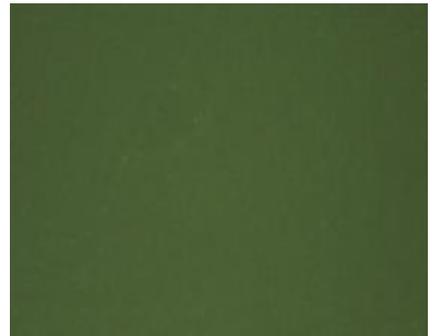
AV



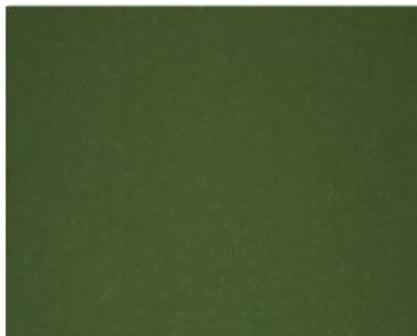
AM1



AM2



AM3



AM4



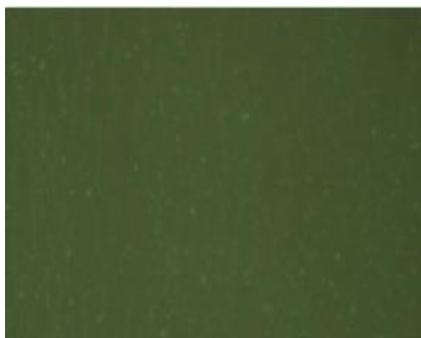
AM5



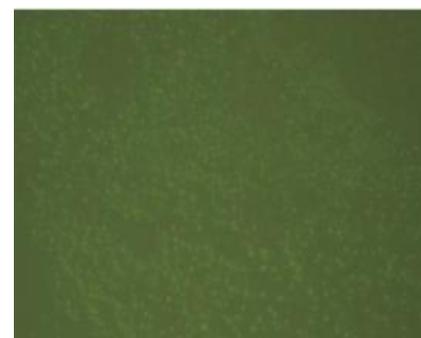
AM6



AM8



AM10



La micrografía de AM6 muestra diversos puntos negros de asfalto y en ciertas zonas se observan figuras amorfas. Las muestras AP8 y AP10 muestran una buena dispersión homogénea del aditivo en la mezcla de asfalto y AM8 junto con AM10 muestra buena dispersión son ligeros puntos de las cáscaras de ajo sin mezclar, indicando que a mayor concentración se presentan mayor cantidad de puntos que no alcanzaron a mezclarse completamente, y a pesar que siguen dando buena dispersión es recomendable no llegar a tales cantidades para evitar la aglomeración del aditivo (Martínez-Anzuarez et. al, 2019).

Las micrografías muestran una buena dispersión lo que indica las partículas de cáscara de ajo tiene buena compatibilidad con el asfalto a esas bajas concentraciones y que a grandes concentraciones la cáscara de ajo comienza a aglomerarse debido a la falta de afinidad con la fracción de maltenos y las fracciones

polares e incluso, y como se ha mencionado, no es recomendable superar el límite de concentración para evitar problemas de estabilidad (Martínez-Anzuarez et al., 2019).

En comparación con el empleo de otros materiales de desecho utilizados como modificadores, las micrografías que muestran las mezclas asfálticas modificadas con cáscaras de ajo muestran mejor dispersión que las utilizadas por Colunga-Martínez et. al (2019) donde usaron partículas de pluma de pollo.

### 3.3 Análisis térmico

Es de gran importancia determinar la estabilidad térmica de un material que su aplicación principal es su exposición a la intemperie donde permanecerá expuesto a cambios climáticos y a extremas temperaturas.

La estabilidad térmica de las mezclas asfálticas modificadas se analizará por medio de la determinación de la descomposición del material a altas temperaturas. Por medio de la técnica del TGA se medirá la relación entre la masa y la temperatura, es decir, por medio del porcentaje de la pérdida de peso, así como también analizando la derivada de la pérdida de peso.

Se analizaron los termogramas obtenidos con la técnica TGA, de las mezclas asfálticas AP1, AP5, AP10, AM1, AM5 y AM10 comparándolas contra la muestra del blanco AV, debido a que se ha observado a estas concentraciones de acuerdo con las pruebas físicas ya presentadas, un cambio con respecto al resto de las concentraciones ya que permanecen muy similares y no hay mucha variación entre ellas. Los termogramas de las mezclas asfálticas modificadas con las partículas de cáscara de ajo sin tratar y tratadas se observan en las figuras 3.6 y 3.7, respectivamente.

En las figuras 3.6 y 3.7 se observa que las mezclas mantienen una estabilidad térmica hasta los 250°C, a partir de esa temperatura comienzan a sufrir una pérdida de peso, específicamente entre la temperatura de 250°C y 450°C. Se

ha reportado que a ese intervalo de temperaturas corresponde a la degradación de la fracción ligera del asfalto, es decir, de los aceites de los asfaltenos (saturados y aromáticos) del asfalto (Nciri et. al, 2018). Después se muestra que las mezclas sufren una acelerada pérdida de peso comprendida entre 450°C y 500°C es debido a la fracción pesada del asfalto (Lv et. al 2021) y dejando un residuo del 20% a partir del 500°C que corresponden al asfalto carbonizado.

La figura 3.7, representa las mezclas preparadas con las partículas de cáscara de ajo tratadas, las cuales tienen el mismo comportamiento a las partículas de ajo sin tratar que corresponde a la figura 3.6. La mezcla AM5 presenta levemente mayor estabilidad térmica con respecto al resto de las mezclas y AM10 con una menor estabilidad térmica.

Otro parámetro importante en el análisis térmico es la determinación de la derivada de la pérdida de peso (DTG), el dato del punto máximo nos brinda la temperatura a la cual ocurre la máxima pérdida de peso.

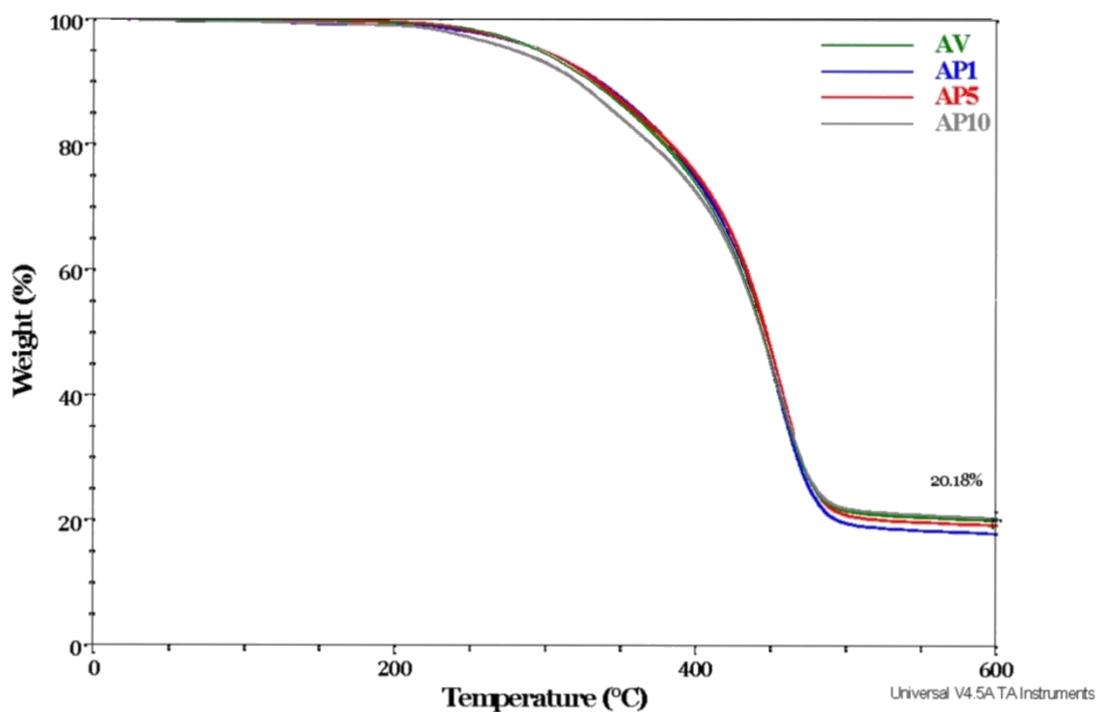


Figura 3.6 SDT (DSC/TGA) termogramas de las mezclas asfálticas modificadas con partículas de cascara de ajo sin tratar

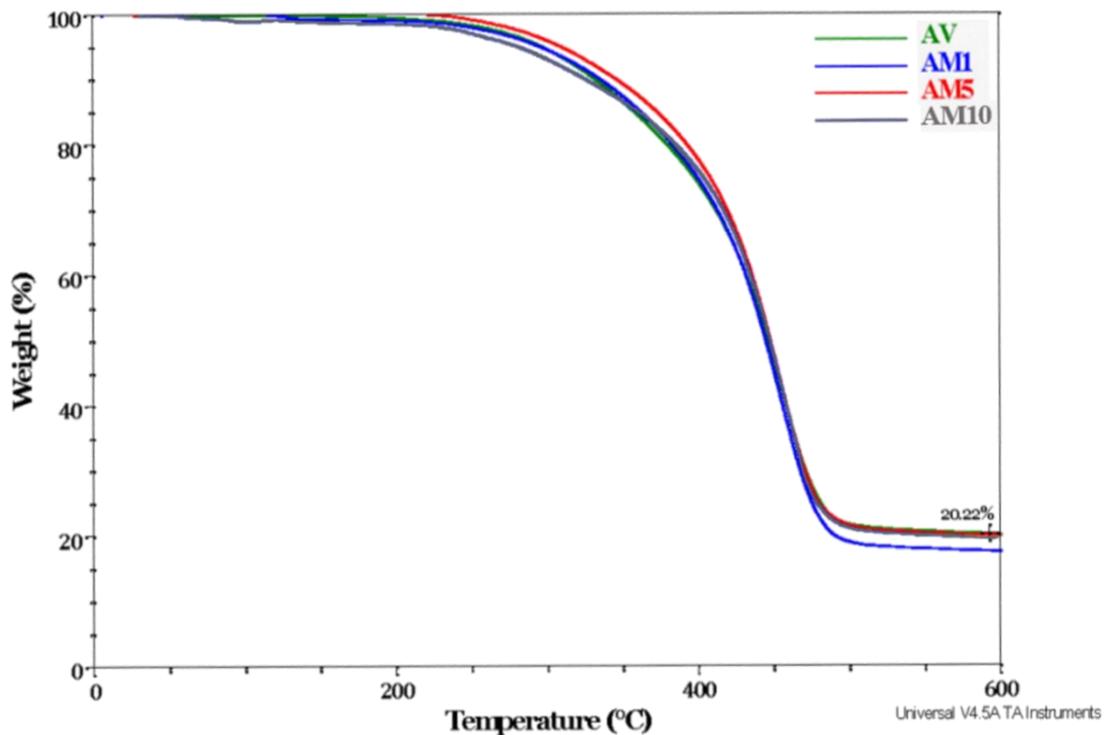


Figura 3.7 SDT (DSC/TGA) termogramas de las mezclas asfálticas modificadas con partículas de cascara de ajo tratadas

En las figuras 3.8 y 3.9 se presenta el DTG de las mezclas modificadas con partículas de cáscara de ajo sin tratar y tratadas, respectivamente. La temperatura de mayor pérdida de peso es a 455°C para AV, el cual es la misma para las demás muestras.

En ambas figuras se muestra el DTG de la partícula de cáscara de ajo la cual tiene dos etapas de pérdida de peso, la primera etapa ocurre en la temperatura de 230°C y la segunda etapa, la cual ocurre la mayor pérdida de peso, corresponde a la temperatura de 336°C. Se ha reportado que el primer proceso corresponde a la hemicelulosa y pectina, mientras que el segundo corresponde a la degradación de la celulosa presente en la cáscara de ajo (El Mechtali et al. 2015). Todas las mezclas presentan estos procesos de manera apenas perceptible, sin embargo, es la mezcla AP10 quien presenta notoriamente dichos picos indicando que está presente la partícula de cáscara de ajo sin alterar la composición de la mezcla asfáltica.

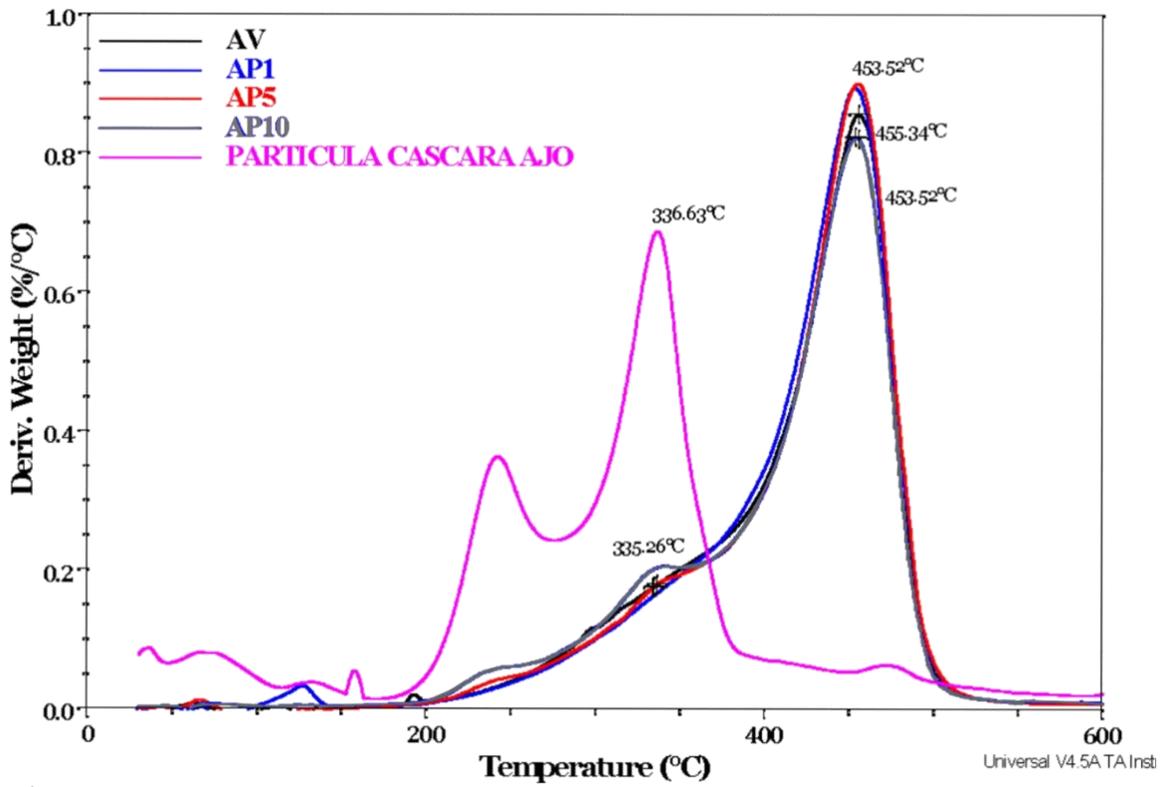


Figura 3.8 Derivada de la pérdida de peso de las mezclas asfálticas modificadas con partículas de cascara de ajo sin tratar

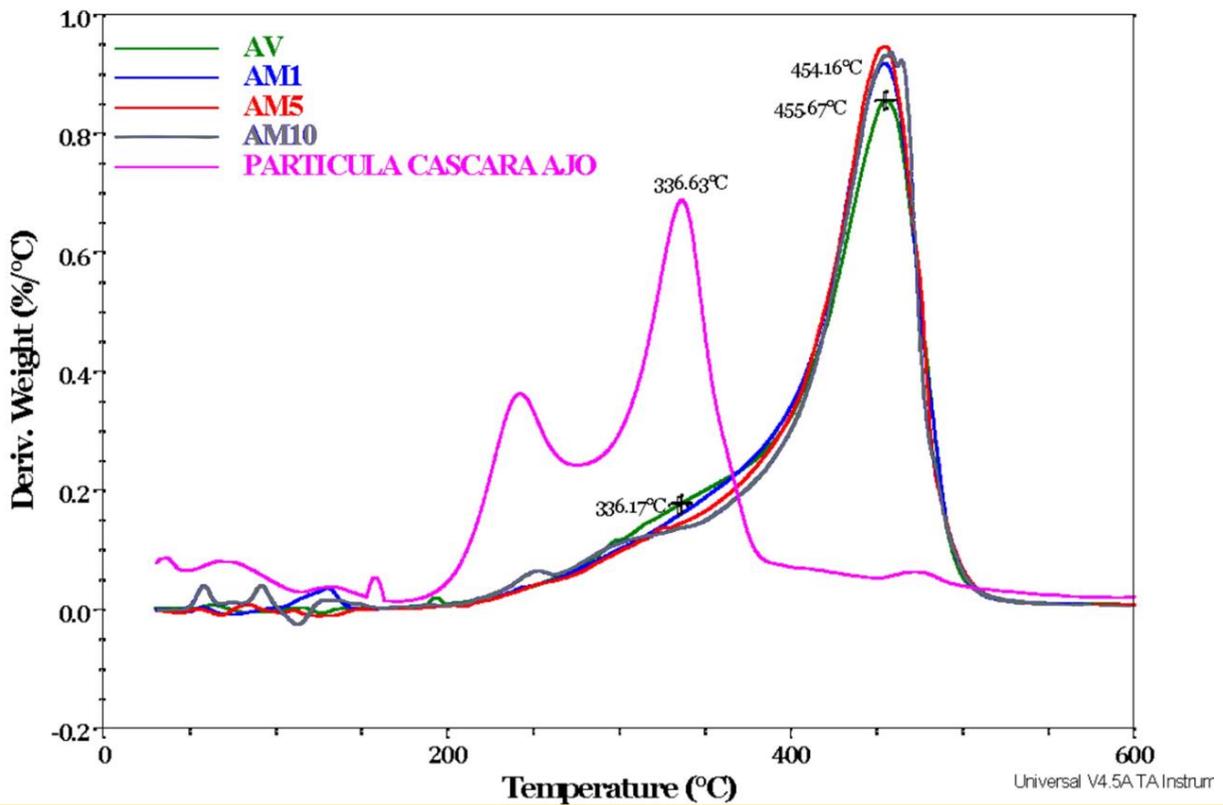


Figura 3.9 Derivada de la pérdida de peso de las mezclas asfálticas modificadas con partículas de cascara de ajo tratadas

Los termogramas tienen picos similares a los mostrados en asfaltos modificados con SBS y pluma de pollo por Colunga-Martínez et. al, (2019) con un residuo del 14%, así como las mostradas en otro trabajo de investigación por Lv et. al (2021), donde el asfalto lo modifican con hule y lucobit, los cuales son materiales sintéticos, demostrando que la cáscara de ajo es capaz de brindar las mismas condiciones de estabilidad térmica que otros materiales de desecho y los materiales sintéticos que se usan normalmente como modificadores de asfalto.

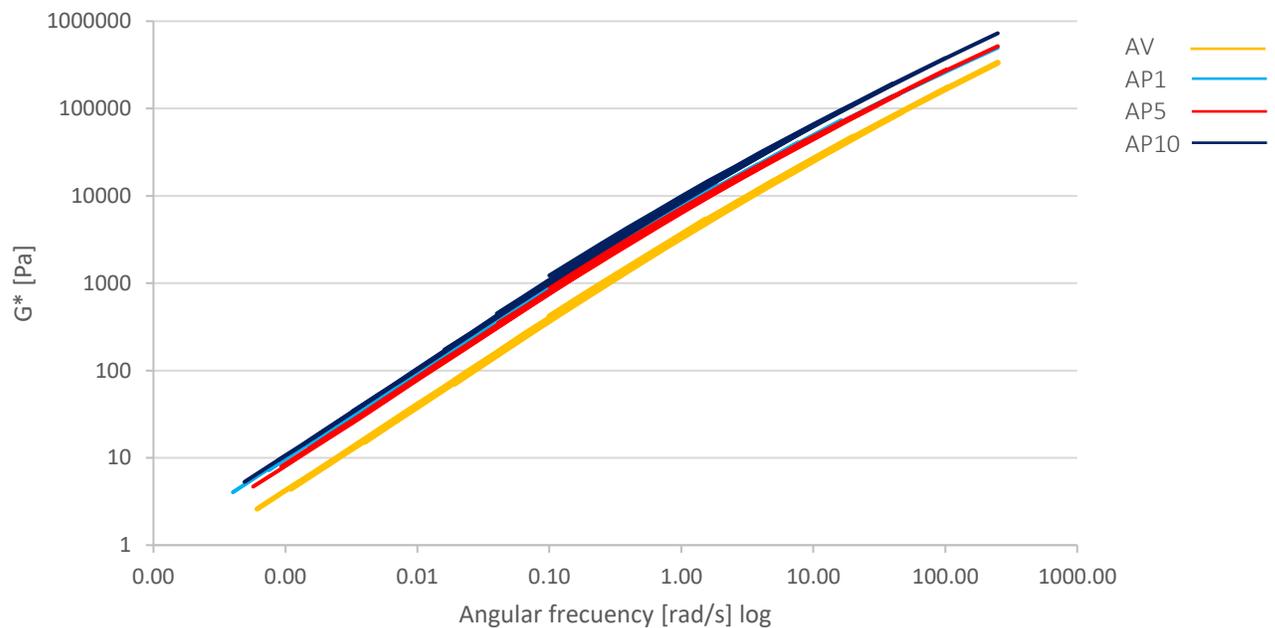
Comparando las mezclas asfálticas con cáscara de ajo sin tratar y tratadas son las últimas quienes es menos presente el pico correspondiente a la presencia de celulosa, indicando que el tratamiento químico si reduce el contenido sin modificarlo. Así se comprueba lo establecido en la técnica de Ring and ball, el tratamiento químico está ocasionando un proceso de alcalinización, donde se degrada la fibra afectando negativamente sus propiedades (Aziz y Ansell, 2004). Con respecto al asfalto virgen y con las mezclas asfálticas modificadas, presentan los mismos procesos de degradación, por lo tanto, a falta de la aparición de otro pico se puede afirmar que las partículas de cáscara de ajo están dispersas en el asfalto sin generar alguna fuerza fuera de lo físico.

### 3.4 Reología

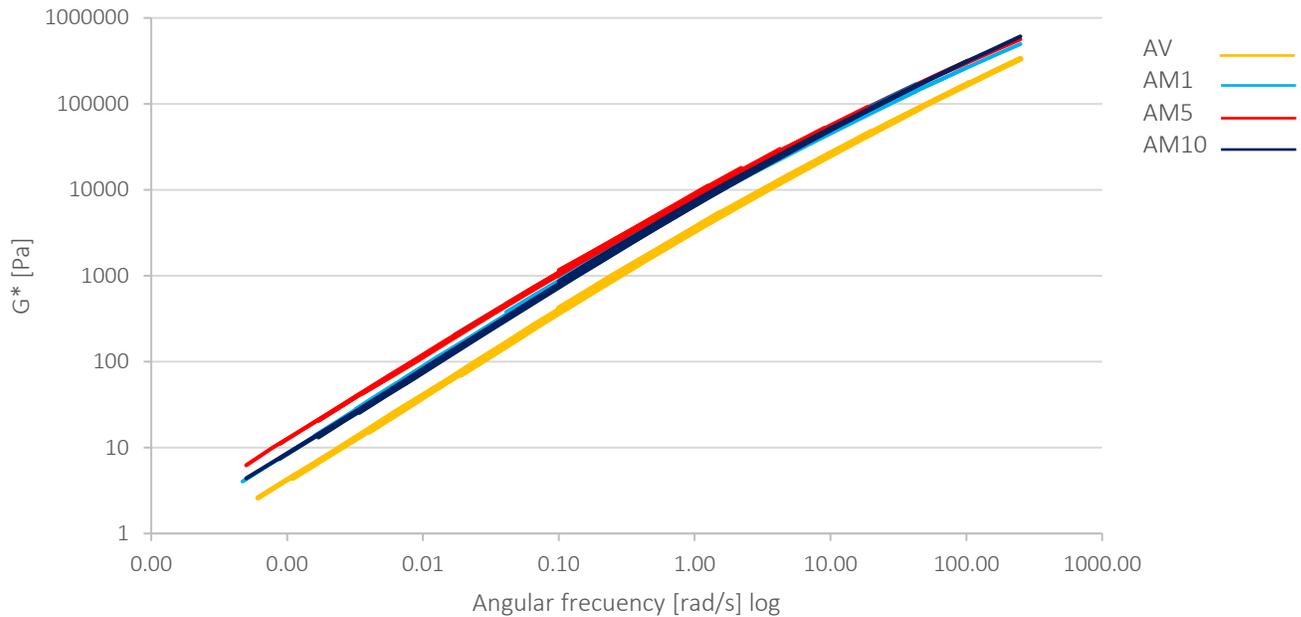
Las propiedades reológicas se determinaron por medio del módulo complejo y  $\tan \delta$  y se evalúa el comportamiento viscoelástico que experimenta las mezclas asfálticas modificadas. El módulo complejo es la resistencia del asfalto modificado a deformarse por esfuerzos de corte repetidos, mientras que el ángulo de fase ( $\delta$ ) es el desfase que hay entre el esfuerzo cortante aplicado y la deformación de corte resultante durante el ensayo. Un material que experimente un comportamiento totalmente elástico resulta en un ángulo de fase de  $0^\circ$ , mientras que uno que es totalmente viscoso presenta un ángulo de fase de  $90^\circ$ . Por lo tanto, el módulo complejo y el ángulo de fase se usan para predecir la resistencia al ahuellamiento y al agrietamiento por fatiga (Castro et. al, 2016).

Los resultados obtenidos del módulo complejo y  $\tan \delta$  se multiplicaron por un valor, llamado como coeficiente de trasposición, para la elaboración de sus curvas maestras. Se tomó como referencia la primera curva, la cual corresponde a la temperatura de 52°C y se muestran en las figuras 3.10, 3.11, 3.12 y 3.13. Se representarán en las gráficas el comportamiento reológico de las mezclas de AP1, AP5, AP10, AM1, AM5 y AM10 para su comparación debido a que dichas mezclas han mostrado los mejores resultados en el resto de las pruebas realizadas.

Las curvas maestras de las mezclas asfálticas se determinaron para evaluar el comportamiento reológico en la zona viscoelástica lineal (LVR). Para elaborar la curva maestra se somete la muestra a un barrido de frecuencia donde se miden las propiedades reológicas, en este caso el módulo complejo y el ángulo de fase. Dicho procedimiento se aplica como un método rápido y fácil para conocer la respuesta de la mezcla asfáltica para su análisis en el desempeño como pavimento (Maharaj et al., 2019).



**Figura 3.10** Curva Maestra de Módulo Complejo  
Asfalto modificado con partículas de Cáscara de ajo sin tratar



**Figura 3.11** Curva Maestra de Módulo Complejo  
Asfalto modificado con partículas de Cáscara de ajo tratado

De acuerdo con la curva maestra del módulo complejo de las mezclas de asfalto modificado con cáscara de ajo puro representada en la figura 3.10, las tres mezclas están por encima del asfalto sin modificar, lo que implica que la cáscara de ajo mejora las propiedades reológicas del asfalto. Al aumentar la frecuencia, el valor del módulo complejo aumenta para las tres mezclas lo que indica que le brinda mayor rigidez y mejora su resistencia al ahuellamiento al asfalto virgen (Maharej et. al, 2019).

La muestra AP10 es superior a la AP1 y AP5 tanto a alta frecuencia angular de 250 rad/s y temperatura de 52°C, así como a baja frecuencia angular de 0.1 rad/s a una alta temperatura de 88°C. Sin embargo, la diferencia entre ellas es apenas notable gráficamente cuando va aumentando la temperatura y disminuyendo la frecuencia angular. El valor más alto del módulo complejo de las mezclas AP1 y AP10 es de 496533 Pa y 726753 Pa respectivamente y en la mínima es de 7.2 Pa y 9.4 Pa respectivamente, por lo tanto, cuando aumenta la concentración es el valor del módulo complejo. Las mezclas con partículas modificadas están por debajo de los valores de las mezclas modificadas con partículas de ajo sin tratar, a 250 rad/s AM10 tiene un valor de 608745 Pa y AM1 de 496533 Pa y a 0.1 rad/s la mezcla

AM1 tiene el valor mayor del módulo complejo de 7.2 Pa y la menor es AM5 de 6 Pa. El hecho que los valores entre las mezclas a diferentes concentraciones no varíen mucho implica que el asfalto modificado con cáscara de ajo con un tamaño de partícula de 177 micras brinda una buena área superficial la cual es capaz de fortalecer los enlaces del asfalto mejorando el módulo complejo con respecto al asfalto virgen incluso para una concentración de 1% de cáscara de ajo.

El comportamiento de las mezclas de asfalto del presente trabajo son similares al trabajo de investigación realizado por Fareed et al. (2020), donde utilizaron nano partículas de desechos agrícolas de cenizas de cáscara de arroz, bagazo de caña de azúcar y cenizas de paja de trigo como modificador de asfalto quienes al aumentar el porcentaje de concentración del modificador superior al 4% comenzaba a disminuir el módulo complejo y sus resultados son similares a los expuestos en el presente trabajo, y son superiores a los encontrados por Maharaj et al. 2019 quienes utilizaron fibras de coco como modificador a diferentes longitudes y la cáscara de ajo a 1% es notablemente superior a excepción del 8% de fibra de coco.

La curva maestra de la tangente del ángulo de fase ( $\tan \delta$ ) de las mezclas preparadas se presentan en las figuras 3.12 y 3.13, donde se muestran los resultados de las cáscaras de ajo sin tratar y tratadas respectivamente y nos brinda información sobre la naturaleza viscoelástica del asfalto la cual está representada con la fórmula (2).

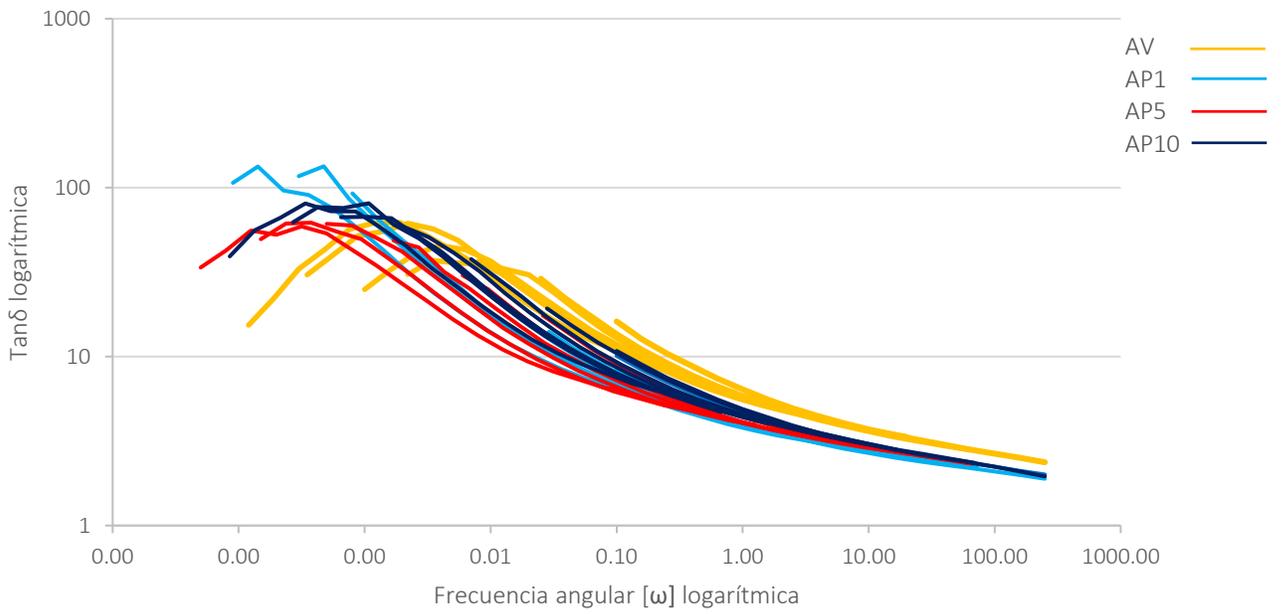
$$\tan \delta = \frac{G''}{G'} \dots \dots (2)$$

Donde la  $G''$  representa el componente viscoso y la  $G'$  representa el componente elástico, por lo tanto, mientras el valor de  $\tan \delta$  se acerque más al 0 supone que la mezcla asfáltica tiende más al comportamiento elástico, es decir, nos da información sobre la dureza del material, mientras que a valores muy altos representa un comportamiento más viscoso el cual está ligado con el movimiento de los grupos y las cadenas de las moléculas (El Mechtali et al., 2015).

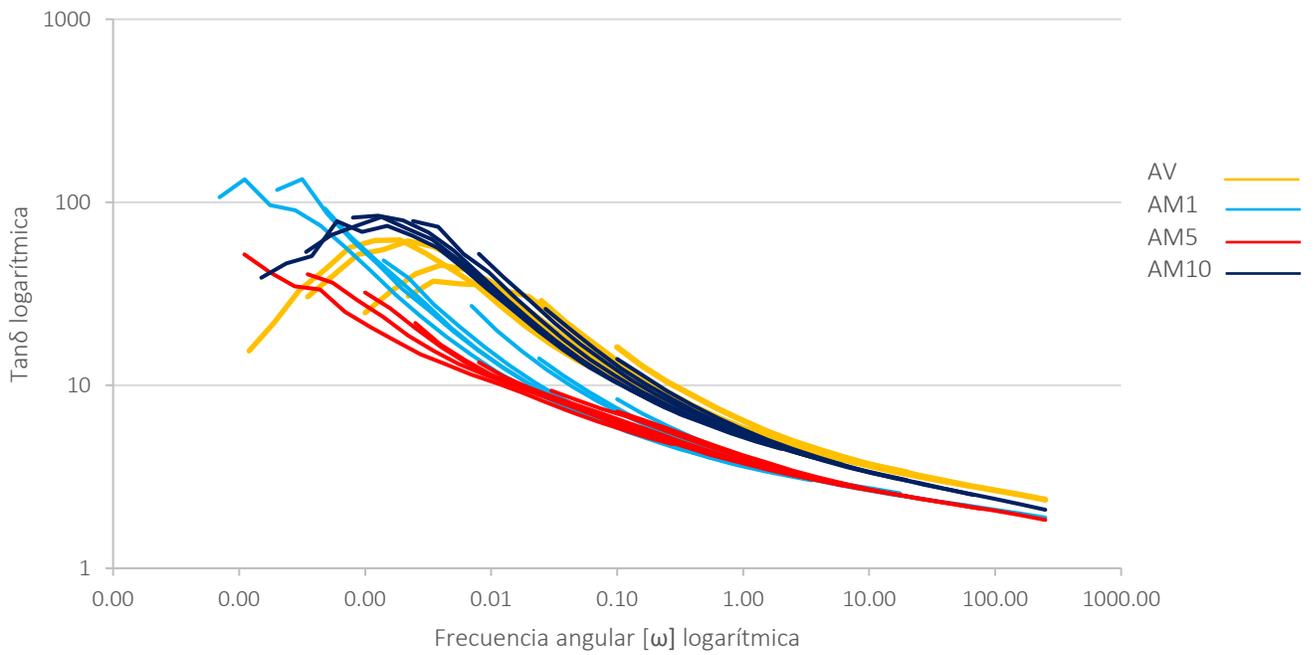
De acuerdo con la figura 3.12, las muestras están por debajo del asfalto virgen, es decir, los mejores valores de  $\tan \delta$  disminuye 0.48, 0.37 y 0.42 unidades para AP1, AP5 y AP10 respectivamente contra el asfalto virgen, por lo tanto, hay una mejora en la recuperación elástica del material. Para las mezclas tratadas que se observan en la figura 3.13, los mejores valores de  $\tan \delta$  disminuye 0.48, 0.53 y 0.28 para AM1, AM5 y AM10 respectivamente. En todas las mezclas a una temperatura mayor de 82°C alrededor de frecuencias menores a 1.58 rad/s el  $\tan \delta$  supera el valor del asfalto virgen, reflejándose el componente viscoso. Los resultados muestran que la concentración que refleja los mejores resultados es la de 1% y mientras va aumentando la concentración la mezcla se comporta más de una manera viscosa como se ha venido comportando a lo largo de las pruebas, lo cual es debido a que se comienza a aglomerar las partículas.

Los dos tipos de partículas muestran un comportamiento muy similar, casi idénticas, donde se observa un cambio es a bajas velocidades, debido a que va aumentando la  $\tan \delta$ , lo que implica una disminución en su naturaleza elástica, la cual se ve levemente mejor para las mezclas modificadas con partículas de cáscaras de ajo tratadas, atribuyéndose al tratamiento químico que se les dio a las partículas para remover los grupos hidroxilos, la cual nos indica que la partícula de cáscara de ajo es altamente cristalina por lo tanto, es menos sensible al tratamiento (Aziz, Ansell, 2004).

En comparación con otros materiales utilizados como modificadores de asfaltos como el realizado por Fareed et al. (2020), donde usaron desechos agrícolas, tienen resultados que oscila entre 50 y 100 grados, mientras que los reportados en este trabajo están por debajo de 2 grados. Eso demuestra que la cáscara de ajo es un material que mejora las propiedades reológicas del asfalto incluso entre otros materiales de desecho, aunado con la baja concentración de cáscara de ajo que se debe utilizar para obtener el mejor comportamiento.



**Figura 3.12** Curva maestra  $Tan\delta$   
 Asfalto modificado con partículas de cáscara de ajo sin tratar



**Figura 3.13** Curva maestra  $Tan\delta$   
 Asfalto modificado con partículas de cáscara de ajo tratado

Otro parámetro que es vital su análisis para las mezclas asfálticas de acuerdo con los criterios de SHRP (Strategic Highway Research Program) es el factor de ahuellamiento y se determina a la temperatura en la cual el parámetro de  $G^*/\sin \delta$  es igual a 1kPa a una frecuencia de oscilación de 10 rad/s el cual está asociado con la velocidad de carretera de 100 km/h, dicha temperatura se conoce como la temperatura de falla (Colunga-Martínez et al., 2019). La temperatura de falla demuestra la resistencia que tiene el asfalto modificado a deformaciones permanentes a altas temperaturas, por lo tanto, mientras mayor sea la temperatura, mayor resistente será el asfalto. Los resultados se muestran en la siguiente figura 3.14.

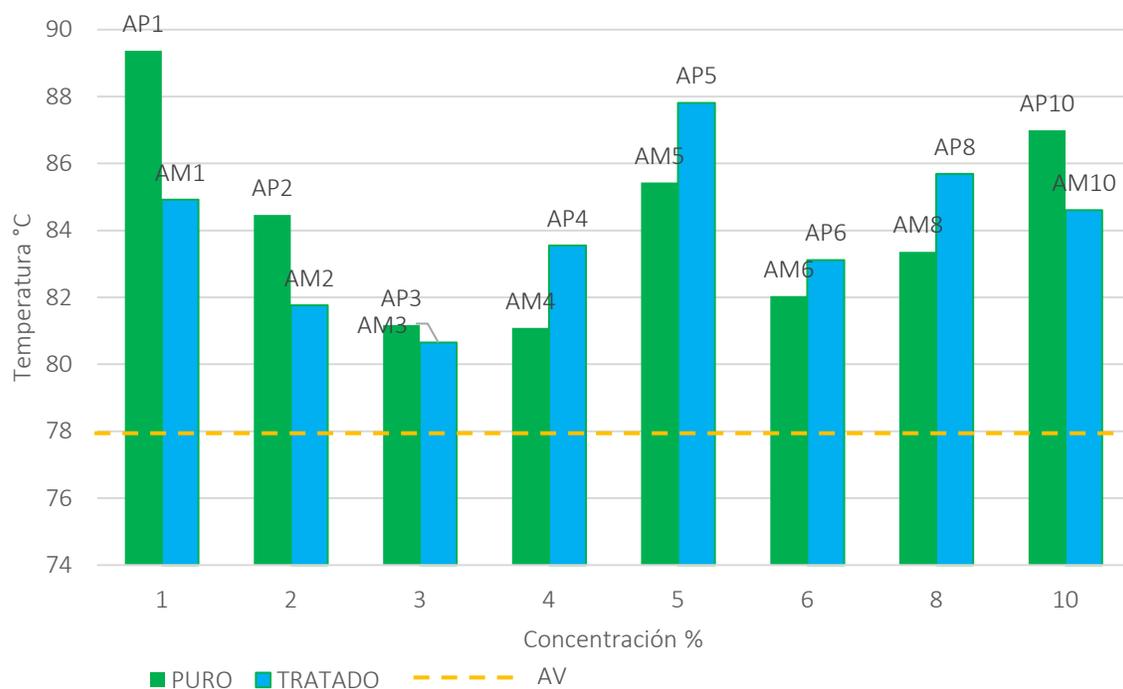


Figura 3.14 Determinación de la temperatura de falla (1 kPa)

Los resultados de la temperatura de falla de las mezclas preparadas están por encima del asfalto virgen, pero los mejores valores corresponden a las concentraciones de AP1, AP5, AP10, AM1, AM5 y AM10, siendo la muestra AP1 el

que muestra la temperatura más alta de 89°C. Se aprecia en la figura 3.14 que mientras va aumentando la concentración de partículas de ajo, la temperatura de falla va disminuyendo debido a que el aditivo vuelve más suave al asfalto.

Con respecto a otros materiales, la temperatura de falla obtenida en este proyecto es superior al utilizado por Salazar-Cruz et al. (2021) donde utilizaron al sargazo como modificador con una temperatura de 81.4°C, y al utilizado por Iqbal et al. (2020), quienes utilizaron PET y azufre como modificadores con unas temperaturas de 70°C y 71.5°C respectivamente.

Para Lv et al. (2020) quienes utilizaron partículas de caparazón de cangrejo tienen una temperatura de falla de alrededor de 70°C, por lo tanto, las partículas de cáscara de ajo es un material eficiente para mejorar la temperatura de falla del asfalto incluso en comparación con otros materiales de desecho y contra otros polímeros comunes.

### 3.5 Análisis estructural

La estructura química de las partículas sin tratar y tratadas químicamente (figura 3.15) y de las mezclas asfálticas modificadas fueron analizadas por medio del FTIR-ATR y los espectros de las mezclas se muestran en la figura 3.16 y 3.17 donde se muestran los resultados de las mezclas asfálticas modificadas de AP1, AP5, AP10, AM1, AM5 y AM10.

En la figura 3.15 se observa el espectro de las partículas de cáscara de ajo sin tratar y tratadas con NaOH a 1 M, los picos en una longitud de onda de 3433  $\text{cm}^{-1}$  y 3410  $\text{cm}^{-1}$  corresponden a la vibración de estiramiento de los enlaces OH relacionados a la humedad de las muestras. El pico 2922  $\text{cm}^{-1}$  está asociado vibración de estiramiento del CH y CH<sub>2</sub> de la celulosa y la hemicelulosa. El tratamiento químico de NaOH provoca la desaparición del pico 1741  $\text{cm}^{-1}$  que corresponde al carbonyl C=O de la hemicelulosa (El Mecthali et al., 2015). El pico que se encuentra a una longitud de onda de 1639 corresponde a compuestos de

nitrógeno mientras que los picos a  $1425\text{ cm}^{-1}$  y a  $1328\text{ cm}^{-1}$  corresponde a la flexión del OH y a la vibración del CH de la celulosa (Zayed et al., 2022) y el pico  $895\text{ cm}^{-1}$  incrementa en la partícula tratada y se atribuye a la flexión simétrica en el plano del  $\text{CH}_2$  correspondiente a la zona amorfa de la celulosa (Hospodarova et al., 2018). La desaparición del pico  $1261\text{ cm}^{-1}$  en la partícula tratada está asociado a la vibración de estiramiento del C-O del grupo acetil de la lignina y la hemicelulosa (El Mechtali et al., 2015). El pico a  $1023\text{ cm}^{-1}$  corresponde al enlace S=O (Barreto et al., 2017) (El Mechtali et al., 2015). Por lo tanto, el tratamiento químico eliminó la hemicelulosa y la lignina de la partícula de cáscara de ajo.

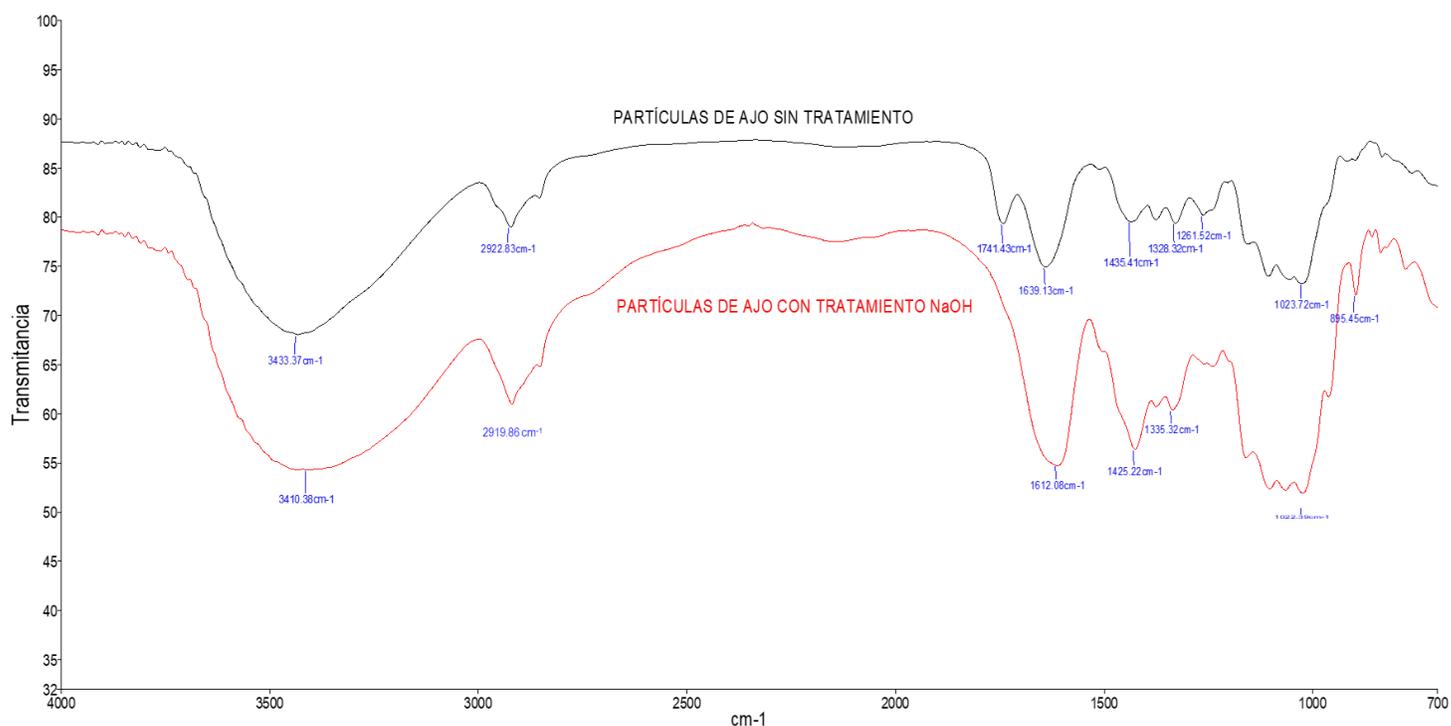


Figura 3.15 Espectro FTIR de las partículas de ajo sin tratamiento y con tratamiento NaOH a 1 M.

En la figura 3.16 se observa el espectro de las muestras AP1, AP5 y AP10 con respecto al asfalto virgen. El asfalto virgen muestra picos en el  $2919\text{ cm}^{-1}$  y  $2850\text{ cm}^{-1}$  corresponden al estiramiento del enlace alifático C-H alcano y el pico  $1598\text{ cm}^{-1}$  corresponde al estiramiento del enlace aromático C=C. Los picos  $1455\text{ cm}^{-1}$ ,  $1375\text{ cm}^{-1}$ ,  $804\text{ cm}^{-1}$  y  $722\text{ cm}^{-1}$  corresponden a la flexión del enlace alifático metileno -

CH<sub>2</sub>, la flexión del enlace metilo C-CH<sub>3</sub>, al aromático 1,3-disusbituido y a las cadenas largas de alifáticos respectivamente. El pico correspondiente al 1028 cm<sup>-1</sup> comprende al estiramiento del enlace del grupo sulfóxido S=O (Iqbal et al., 2020) (Zofka, Yut, 2012).

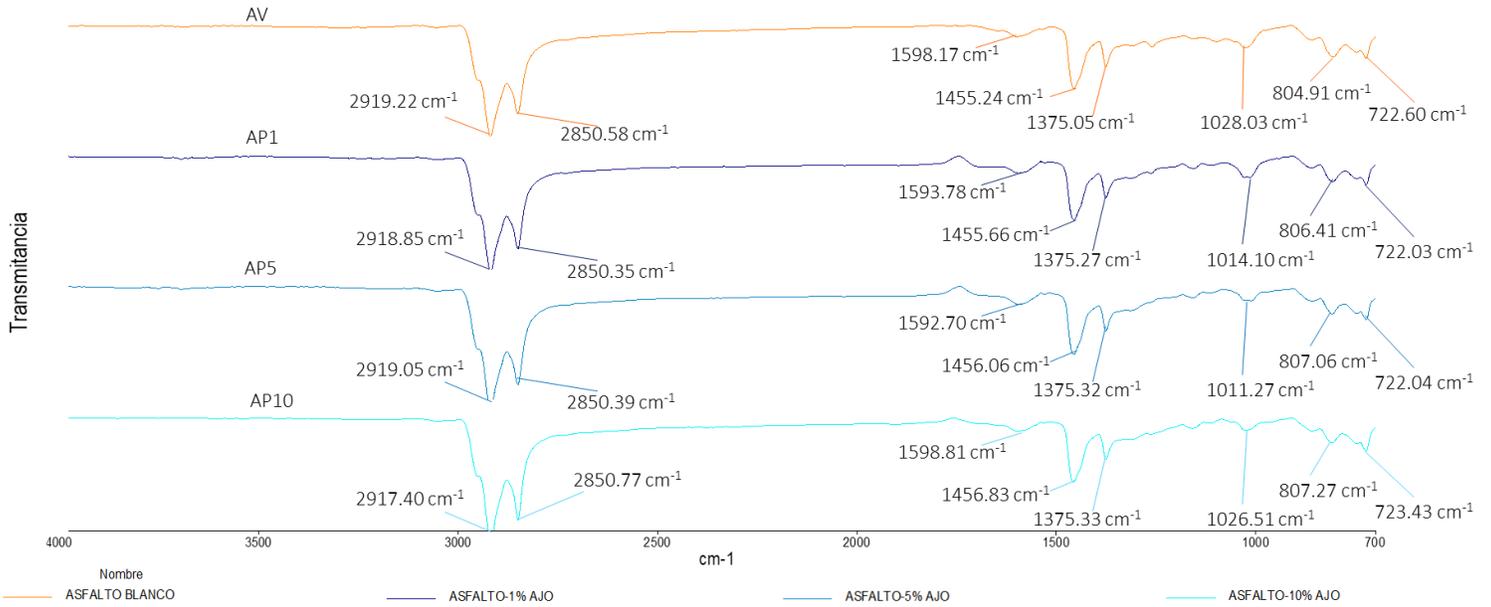


Figura 3.16 Espectro FTIR de muestras AV, AP1, AP5 y AP10

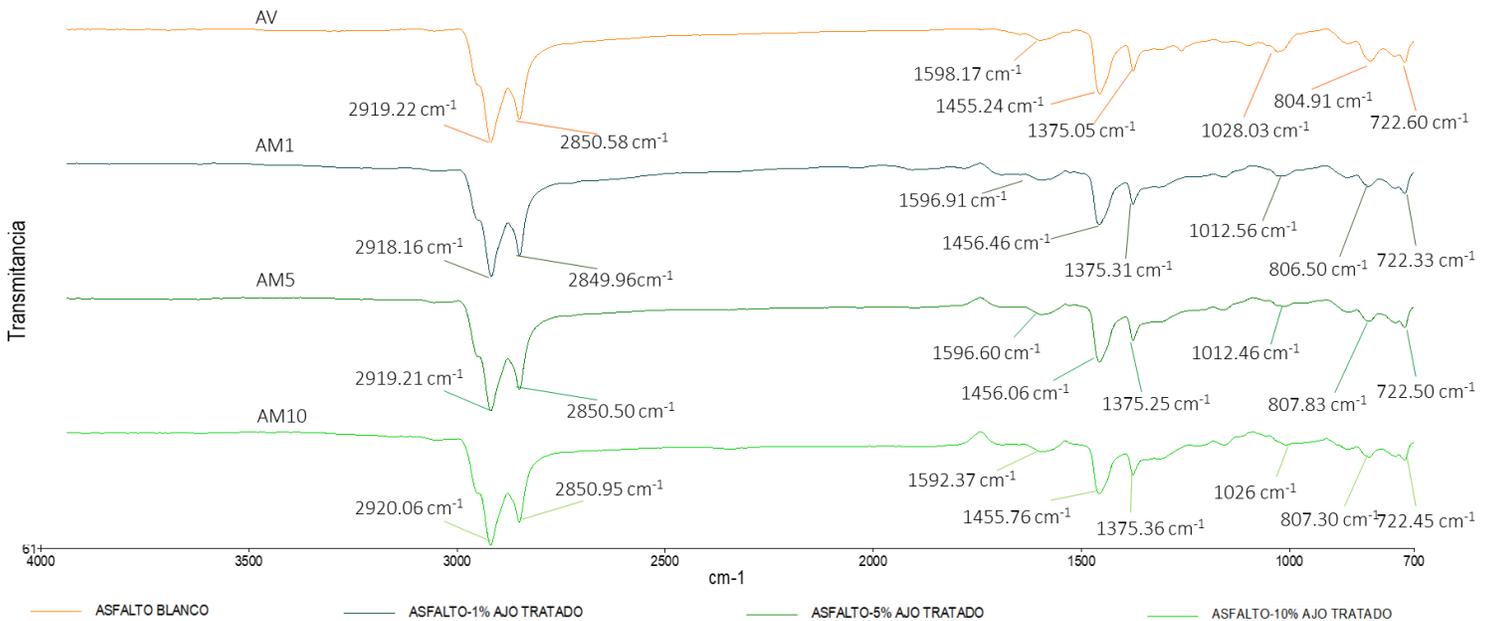


Figura 3.17 Espectro FTIR de muestras AV, AM1, AM5 y AM10

Al observar los espectros del asfalto modificado tanto para las partículas de cáscara de ajo tratadas y sin tratar, no hay cambios considerables ni la formación de nuevos picos, la intensidad de los picos puede variar pero el rango de los grupos funcionales se mantiene igual, aunque en las muestras 1% y 5% tanto tratadas como sin tratar se observa un desplazamiento de la señal del enlace sulfóxido debido a fuerzas físicas, por lo tanto, la modificación de la mezcla asfáltica con la cáscara de ajo tratada y sin tratar es de naturaleza física debido a que no cambia su estructura química.

### 3.6 Otros modificadores

Los resultados de las pruebas físicas convencionales, propiedades térmicas y reológicas se compararán en la tabla 3.4:

**Tabla 3.4** Resultados mezclas asfálticas modificadas con materiales residuales

Autor y año	Modificador	Tratamiento	TGA [°C]	T <sub>Reblandecimiento</sub> [°C]	Penetración [0.1 mm]	PI	T <sub>SHRP</sub> [°C]
Arabani y Tahami (2017)	Cáscara de arroz 20%	--	--	61.5	57.3	1.678	--
Colunga-Sánchez (2019)	Pluma de pollo 2%	--	450	64	28	0.462	92
Fareed et al. (2020)	Bagazo de caña 6%	--	--	52.5	55	-0.366	68
	Cáscara de arroz 6%	--	--	55	48	-0.120	71.5
	Ceniza de paja de trigo 4%	--	--	55	47	-0.169	71
Iqbal et al. (2020)	Azufre 2%	--	--	45	88	-1.59	71.5
	PE 3%	--	--	46	50	-1.60	70
Salazar-Cruz et al. (2021)	Sargazo 2.5%	--	--	76	30	2.21	87
Proyecto de investigación 2022	Cáscara de ajo 1%	--	453	65	28.6	0.68	89
	Cáscara de ajo 1%	NaOH 1M @1 hora	453	60.5	34.3	0.24	85

Comparando los resultados del presente trabajo con respecto a otros autores que se muestran en la tabla 3.4, los valores de la cáscara de ajo sin tratamiento químico están dentro de los mejores tres resultados para todos los parámetros establecidos en la tabla. Los modificadores que muestran los mejores resultados es la pluma de pollo en la temperatura de falla y el sargazo en la temperatura de reblandecimiento. Por otra parte, la principal ventaja que tiene el presente trabajo de investigación es la concentración del modificador, debido a que es el modificador que tiene la menor concentración, es decir, se obtienen excelentes propiedades del asfalto a una concentración de 1% de partícula de cáscara de ajo que es un contenido demasiado bajo.

Como se muestra en la tabla 3.4, se han utilizado varios desechos agrícolas para modificar el asfalto, sin embargo, no se han realizado investigaciones donde se utilice una partícula tratada químicamente. A pesar que los resultados utilizando la cáscara de ajo tratada químicamente no arroja los mejores resultados, cabe hacer mención que tiene muy buenos resultados sobreponiéndose a otros modificadores como la cáscara de arroz en penetración, el bagazo de caña, la ceniza de paja de trigo, el azufre y el PE.

## Capítulo 4

## 4. Conclusiones

El presente trabajo de investigación busca determinar si las partículas de cáscara de ajo funcionan como un modificador de asfalto por medio del análisis de sus propiedades físicas, térmicas y reológicas. Se prepararon mezclas de asfalto modificado a partir de la dosificación de concentración del 1% al 10% de la partícula de cáscara de ajo, tanto sin tratar como tratadas químicamente con hidróxido de sodio al 1 M y en todas las pruebas realizadas se reportan cambios visibles en las mezclas asfálticas modificadas con partículas de cáscara de ajo sin tratar y tratadas a la concentración de 1%, 5% y 10%.

Según los datos de viscosidad dinámica, AP1 y AP10 fueron las concentraciones con el mayor valor de viscosidad, mejorando fluidez, pero sin llegar a ser demasiado viscosas lo cual es bueno porque ayuda a su manipulación al momento de implementarse en la pavimentación. Debido a que las viscosidades de las muestras entre AP1 y AP10 son demasiado similares, la primera es la mejor opción debido a que el volumen es notablemente diferente.

Con los resultados obtenidos para la temperatura de reblandecimiento, la mezcla AP1 presenta la temperatura más alta antes de que el asfalto modificado comience a suavizarse. De igual manera, los resultados obtenidos indican que, a mayor concentración de la partícula, la temperatura de reblandecimiento decrece, lo que significa que a altas concentraciones el aditivo comienza a comportarse como un aglomerado.

La prueba de separación de fases comprueba lo ya mencionado, a bajas concentraciones, la diferencia de temperaturas está dentro del intervalo aceptable, habiendo una afinidad entre la partícula de ajo y el asfalto a diferencia de las mezclas preparadas a altas concentraciones. A altas concentraciones a partir del 3% la diferencia de temperaturas está muy por encima de lo deseable, demostrando que a altas concentraciones de la partícula de cáscara de ajo, el modificador no es compatible con el asfalto.

La prueba de penetración y el resultado del índice de penetración sustentan que a la concentración de AP1 el asfalto modificado es perfectamente capaz de resistir las deformaciones, volviendo al asfalto menos susceptible a la temperatura.

Las micrografías de fluorescencia muestran en general una buena dispersión de las partículas de cáscara de ajo sin tratar y tratadas en el asfalto, siendo las mejores a bajas concentraciones. Por lo tanto, se asegura que no es recomendable agregar más del 1% de partícula de cáscara de ajo para evitar problemas de inestabilidad y garantizar buenas propiedades físicas.

A partir de los termogramas, la pérdida de masa que sufren las mezclas asfálticas modificadas está en un rango de temperaturas de 250°C a 500°C con un residuo del 30%, infiriendo una buena estabilidad térmica para ambas partículas utilizadas. De igual forma, hay una pérdida de peso a los 230°C y 336°C, atribuyéndose a la hemicelulosa y celulosa contenida en el modificador.

Con las curvas maestras del módulo complejo y de la  $\tan\delta$ , se observa que AP1 y AP10 tienen los valores más altos de  $G^*/\sin\delta$  y AP1 tiene los valores más bajos de  $\tan\delta$ , lo cual significa que predomina su componente elástico. De igual manera, lo anterior se complementa con los resultados de la temperatura de falla, donde AP1 tiene el mayor valor de 89°C. Gracias a estos resultados se corrobora que la mezcla AP1 es lo suficientemente rígida y elástica para evitar ahuellamientos.

En los espectros FTIR de las mezclas asfálticas modificadas con partículas de cáscara de ajo tratadas y sin tratar, aunque la intensidad de los picos varía levemente debido al tratamiento químico, se demuestra que no hay formación de nuevos grupos funcionales. Por lo tanto, no hay cambios en la estructura química de las muestras asfálticas con respecto al asfalto virgen ni entre el uso de las diferentes partículas.

En general los resultados de todas las pruebas realizadas mostraron que no hay diferencias relevantes entre las partículas que sufrieron el tratamiento químico, incluso aún, se observa que las partículas sin tratar están por encima de las que no fueron modificadas químicamente. Esto se debe a que el hidróxido de sodio, al

remover la zona amorfa de las partículas, también afectó la zona cristalina, disminuyendo la celulosa de la partícula. Debido a estos resultados, se propone investigar el uso de otro tratamiento químico, así como la variación en la concentración de la solución de hidróxido de sodio para seguir investigando en este recurso de la modificación química las partículas tratadas químicamente como posibles agentes modificantes de asfaltos que es algo no estudiado.

Evidentemente la concentración que incrementa la rigidez del asfalto, mejora el desempeño del asfalto a altas temperaturas, y brinda mayor resistencia a las deformaciones y al ahuellamiento es la mezcla AP1. La razón que se atribuye principalmente a los buenos resultados que presentó, a pesar de ser una concentración muy pequeña, es gracias al tamaño de partícula que se utilizó (177  $\mu\text{m}$ ). El tamaño de partícula es muy importante debido, mientras más pequeño es el tamaño de partícula, mayor es el área superficial. Se demostró que, a este tamaño de partícula, la dispersión de la partícula de cáscara de ajo es excelente de tal manera que mejora las propiedades físicas, térmicas y reológicas del asfalto. La principal ventaja que tiene el emplear 1% de modificador al asfalto es el ahorro de material aunado a que se ahorra energía y presupuesto evitando el proceso de tratamiento químico a la partícula.

## 5. Bibliografía

- Al-Mansob R. A., Ismail A., Algorafi M. A., Hafezi, M. H. & Baghini M. S., "Comparison between Mixtures of Asphalt with Palm Oil Shells and Coconut Shells as Additives," *J. Kejuruter.*, vol. 25, no. 1, pp. 25–31, 2013, doi: 10.17576/jkukm-2015-25-04.
- Altun T. & Pehlivan E., "Removal of Cr (VI) from aqueous solutions by modified walnut shells," *Food Chem.*, vol. 132, no. 2, pp. 693–700, 2012, doi: 10.1016/j.foodchem.2011.10.099.
- Ameli A., Babagoli R., Norouzi N., Jalali F. & Poorheydari-Mamaghani F., "Laboratory evaluation of the effect of coal waste ash (CWA) and rice husk ash (RHA) on performance of asphalt mastics and Stone matrix asphalt (SMA) mixture," *Constr. Build. Mater.*, vol. 236, 2020, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2019.117557.
- Arabani M. & Tahami S. A., "Assessment of mechanical properties of rice husk ash modified asphalt mixture," *Constr. Build. Mater.*, vol. 149, pp. 350–358, 2017, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2017.05.127.
- Aziz S. H. & Ansell M. P., "The effect of alkalization and fibre alignment on the mechanical and thermal properties of kenaf and hemp bast fibre composites: Part 1 - polyester resin matrix," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 64, no. 9, pp. 1219–1230, 2004, doi: 10.1016/j.compscitech.2003.10.001.
- Barreto L., Tokumoto M. & Guedes I., "Evaluation of the anticorrosion performance of peel garlic extract as corrosion inhibitor for astm 1020 carbon steel in acidic solution", *Revista Materia*, vol. 22, no. 3, pp. 14, 2017, doi: 10.1590/S1517-707620170003.0186
- Castro López W. A., Rondón Quintana H. A. & Barrero Calixto J. C., "Evaluation of rheological and thermic properties of neat and modified asphalt with a waste of LDPE," *Ingeniería*, vol. 21, no. 1, pp. 7–18, 2016, doi: 10.14483/udistrital.jour.reving.2016.1.a01.
- Castro López W., Rondón-Quintana H. & Barrero Calixto J., "Evaluation of rheological and thermic properties of neat and modified asphalt with a waste of LDPE", *Ingeniería*, vol. 21, no. 1, pp. 7-18, 2016, doi: 10.14483/udistrital.jour.reving.2016.1.a01.
- Colunga-Sánchez L. M., Salazar-Cruz B. A., Rivera-Armenta J. L., Morales-Cepeda A. B., Ramos-Gálvan C. E. & Chávez-Cinco M. Y., "Evaluation of chicken feather and styrene-butadiene/chicken feather composites as modifier for asphalts binder," *Appl. Sci.*, vol. 9, no. 23, 2019, doi: 10.3390/app9235188.
- Doh H., Dunno, K. D. & Whiteside W. S., "Preparation of novel seaweed nanocomposite film from brown seaweeds *Laminaria japonica* and *Sargassum natans*," *Food Hydrocoll.*, vol. 105, no. February, p. 105744, 2020, doi: 10.1016/j.foodhyd.2020.105744.

- El Mechtali F. Z., Essabir H., Nekhlaoui S., Bensalah M. O., Jawaid M., Bouhfid R. & Qaiss A., "Mechanical and Thermal Properties of Polypropylene Reinforced with Almond Shells Particles: Impact of Chemical Treatments," *J. Bionic Eng.*, vol. 12, no. 3, pp. 483–494, 2015, doi: 10.1016/S1672-6529(14)60139-6.
- Fareed A., Zaidi S. B. A., Ahmad N., Hafeez I., Ali A. & Ahmad M. F., "Use of agricultural waste ashes in asphalt binder and mixture: A sustainable solution to waste management," *Constr. Build. Mater.*, vol. 259, p. 120575, 2020, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2020.120575.
- Fioresi F., Vieillard J., Bargougui R., Bouazizi N., Fotsing P. N., Woumfo E. D., Brun N., Mofaddel N., Le Derf F., "Chemical modification of the cocoa shell surface using diazonium salts," *J. Colloid Interface Sci.*, vol. 494, pp. 92–97, 2017, doi: 10.1016/j.jcis.2017.01.069.
- Fischer H. & Cernescu A., "Relation of chemical composition to asphalt microstructure - Details and properties of micro-structures in bitumen as seen by thermal and friction force microscopy and by scanning near-field optical microscopy", *Fuel*, vol. 153, pp. 628-633, 2015, doi: 10.1016/j.fuel.2015.03.043.
- Garnica P., Flores M., Delgado H. & Gómez J. A., "Caracterización geomecánica de mezclas asfálticas," *Secr. Comun. Y Transp.*, no. 267, pp. 1–105, 2005.
- Hospodarova V., Singovszka E. & Stevulova N., "Characterization of Cellulosic Fibers by FTIR Spectroscopy for Their Further Implementation to Building Materials", *American Journal of Analytical Chemistry*, vol. 09, no. 06, pp. 303-310, 2018, doi: 10.4236/ajac.2018.96023
- Hossain Z., Rashid F., Mahmud I., & Rahaman M. Z., "Morphological and Nanomechanical Characterization of Industrial and Agricultural Waste–Modified Asphalt Binders," *Int. J. Geomech.*, vol. 17, no. 3, p. 04016084, 2017, doi: 10.1061/(asce)gm.1943-5622.0000767.
- Ipeaiyeda A. R., Choudhary M. I. & Ahmed S., "Ammonia and Ammonium Acetate Modifications and Characterisation of Activated Carbons from Palm Kernel Shell and Coconut Shell," *Waste and Biomass Valorization*, vol. 11, no. 3, pp. 983–993, 2020, doi: 10.1007/s12649-018-0414-7.
- Iqbal M., Hussain A., Khattak A. & Ahmad K., "Improving the aging resistance of asphalt by addition of polyethylene and sulphur", *Civil Engineering Journal (Iran)*, vol. 6, no. 5, pp. 1017-1030, 2020, doi: 10.28991/cej-2020-03091525.
- Jeffry S. N. A., Jaya R. P., Manap N., Miron N. A. & Hassan N. A., "The influence of coconut shell as coarse aggregates in asphalt mixture," *Key Eng. Mater.*, vol. 700, pp. 227–237, 2016, doi: 10.4028/www.scientific.net/KEM.700.227.
- Kabir M. M., Wang H., Lau K. T. & Cardona F., "Chemical treatments on plant-based natural fibre reinforced polymer composites: An overview," *Compos. Part B Eng.*, vol. 43, no. 7, pp. 2883–2892, 2012, doi: 10.1016/j.compositesb.2012.04.053.
- Kallel F., Driss D., Chaari F., Belghith L., Bouaziz F., Ghorbel R. & Ellouz S., "Garlic (*Allium sativum* L.) husk waste as a potential source of phenolic compounds:

- Influence of extracting solvents on its antimicrobial and antioxidant properties”, *Industrial Crops and Products*, vol. 62, pp. 34-41, 2014, doi: 10.1016/j.indcrop.2014.07.047.
- Khosa M. A., Wu J. & Ullah A., “Chemical modification, characterization, and application of chicken feathers as novel biosorbents,” *RSC Adv.*, vol. 3, no. 43, pp. 20800–20810, 2013, doi: 10.1039/c3ra43787f.
- Kleiziene R., Panasenkiene M. & A. Vaitkus, “Effect of Aging on Chemical Composition and Rheological Properties of Neat and Effect of Aging on Chemical Composition and Rheological Properties of Neat and Modified Bitumen”, *Materials*, 2019, doi: 10.3390/ma12244066.
- Kluttz R., (2012), Considerations for Use of Alternative Binders in Asphalt Pavements: Materials Characteristics. En Glenda J. Beal and Javy Awan (Eds), *Alternative Binders for Sustainable Asphalt Pavement*, pp. 15-22, Transportation Research Board of the National Academies, doi: 10.17226/22725.
- Kotenkova E. A. & Kupaeva N. V., “Comparative antioxidant study of onion and garlic waste and bulbs,” *IOP Conf. Ser. Earth Environ. Sci.*, vol. 333, no. 1, pp. 1–6, 2019, doi: 10.1088/1755-1315/333/1/012031.
- Kuo W., Wang H. Y., Shu C. Y. & Su D. S., “Engineering properties of controlled low-strength materials containing waste oyster shells,” *Constr. Build. Mater.*, vol. 46, pp. 128–133, 2013, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2013.04.020.
- Liu G., Van de Ven M. F. C., Molenaar A. A. A. & Wu S., (2012), Organo Montmorillonate Nanoclay: Alternative Modifier to Sustain Durability of Asphalt Pavement. En Glenda J. Beal and Javy Awan (Eds), *Alternative Binders for Sustainable Asphalt Pavement*, pp. 37-48, Transportation Research Board of the National Academies, doi: 10.17226/22725.
- Luo Y., Zhang F., Li C. & Cai J., “Biomass-based shape-stable phase change materials supported by garlic peel-derived porous carbon for thermal energy storage”, *Journal of Energy Storage*, vol. 46, no. 8, pp. 103929, 2022, doi: <https://doi.org/10.1016/j.est.2021.103929>
- Lv S., Xia C., Yang Q., Guo S., You L., Guo Y. & Zheng J., “Improvements on high-temperature stability, rheology, and stiffness of asphalt binder modified with waste crayfish shell powder,” *J. Clean. Prod.*, vol. 264, p. 121745, 2020, doi: 10.1016/j.jclepro.2020.121745.
- Lv S., Ma W., Zhao Z. & Guo S., “Improvement on the high-temperature stability and anti-aging performance of the rubberized asphalt binder with the Lucobit additive!”, *Construction and Building Materials*, vol. 299, no. 2, pp. 124304, 2021, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2021.124304
- Maharaj R., Ali R., Ramlochan D., & Mohamed N., “Utilization of coir fibre as an asphalt modifier,” *Prog. Rubber, Plast. Recycl. Technol.*, vol. 35, no. 2, pp. 59–74, 2019, doi: 10.1177/1477760618795996.
- Manrique N. F., “Efectos del tratamiento químico en las propiedades físicas y mecánicas de las fibras naturales como sustitutas de la fibra de vidrio en

composites," *Inst. Ciencias Químicas y Ambient.*, no. 1.

Martínez-Anzures J. D., Zapién-Castillo S., Salazar-Cruz B. A., Rivera-Armenta J. L., Antonio-Cruz R., Hernández-Zamora G. & Méndez-Hernández M., "Preparation and properties of modified asphalt using branch SBS/nanoclay nanocomposite as a modifier," *Road Mater. Pavement Des.*, vol. 20, no. 6, pp. 1275–1290, 2019, doi: 10.1080/14680629.2018.1441062.

Nciri N., Shin T., Lee H. & Cho N., "Potential of Waste Oyster Shells as a Novel Biofiller for Hot-Mix Asphalt," *Appl. Sci.*, vol. 415, p. 25, 2018, doi: 10.3390/app8030415.

Negi R., Satpathy G., Tyagi Y. K. & Gupta R. K., "Biosorption of heavy metals by utilising onion and garlic wastes," *Int. J. Environ. Pollut.*, vol. 49, no. 3–4, pp. 179–196, 2012, doi: 10.1504/IJEP.2012.050898.

Peralta J., Williams R., Rover M. & Silva H., (2012), Development of a Rubber-Modified Fractionated Bio-Oil for Use as Noncrude Petroleum Binder in Flexible Pavements. En Glenda J. Beal and Javy Awan (Eds), *Alternative Binders for Sustainable Asphalt Pavement*, pp. 37-48, Transportation Research Board of the National Academies, doi: 10.17226/22725.

Rivera-Armenta J. L., Salazar-Cruz B. A., Chávez-Cinco M. Y., Morales-Cepeda A. B. & Zapién-Castillo S., "Influence of chicken feather on the rheological properties and performance of modified asphalts," *Constr. Build. Mater.*, vol. 264, 2020, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2020.120128.

Rodríguez L., Fanguero R. & Orrego C., "Effect of chemical and plasma DBD treatments on pseudostem plantain fiber properties," *Rev. Latinoam. Metal. y Mater.*, vol. 35, no. 2, pp. 295–304, 2015.

Romo D., "Refinación de petróleo en México y perspectiva de la Reforma Energética Oil Refining in Mexico and Prospects for the Energy Reform", *Revista Problemas del Desarrollo*, vol. 47, no. 187, pp. 139-164, 2016, doi: 10.1016/j.rpd.2016.10.005

Salazar-Cruz B. A., Zapién-Castillo S., Hernández-Zamora G. & Rivera-Armenta J. L., "Investigation of the performance of asphalt binder modified by sargassum," *Constr. Build. Mater.*, vol. 271, p. 121876, 2021, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2020.121876.

Samavatean N., Rafiee S., Mobli H. & Mohammadi A., "An analysis of energy use and relation between energy inputs and yield, costs and income of garlic production in Iran," *Renew. Energy*, vol. 36, no. 6, pp. 1808–1813, 2011, doi: 10.1016/j.renene.2010.11.020.

Seidel J. C. & Haddock J. E., "Soy Fatty Acids as Sustainable Modifier for Asphalt Binders. En Glenda J. Beal and Javy Awan (Eds)", *Alternative Binders for Sustainable Asphalt Pavement*, pp. 1-72, Transportation Research Board of the National Academies, doi: 10.17226/22725.

Singh R., Patil T. & Sawarkar A., "Pyrolysis of garlic husk biomass: Physico-chemical characterization, thermodynamic and kinetic analyses", *Bioresource Technology*

*Reports*, vol. 12, pp. 100558, 2020, doi: 10.1016/j.biteb.2020.100558.

Wen H., Bhusal S. & Wen B., "Laboratory Evaluation of Waste Cooking Oil-Based Bioasphalt as Sustainable Binder for Hot-Mix Asphalt. En Glenda J. Beal and Javy Awan (Eds)", *Alternative Binders for Sustainable Asphalt Pavement*, pp. 49-60, Transportation Research Board of the National Academies, 2012, doi: 10.17226/22725.

Yaacob H., Madzaili A. H., Hassan N. A., Hainin M. R. & Nazri F. M., "Stability properties of asphalt mixture incorporating coconut shell," *Aust. ranger Bull.*, vol. 4, no. 1, pp. 9–10, 2017, doi: 10.4314/jfas.v9i6s.2.

Zofka A. & Yut I., Investigation of Rheology and Aging Properties of Asphalt Binder Modified with Waste Coffee Grounds. En Glenda J. Beal and Javy Awan (Eds), *Alternative Binders for Sustainable Asphalt Pavement*, pp. 61-72, Transportation Research Board of the National Academies, 2012, doi: 10.17226/22725.

Zayed M., Eisa W. & Anis B., "Garlic peel as promising low-cost support for the cobalt nanocatalyst; synthesis and catalytic studies", *Journal of Environmental Management*, vol. 312, no. 2, pp. 114919, 2022, doi: 10.1016/j.jenvman.2022.114919

2006 S.C.T., *N-CMT-4-05-002/06. Calidad de materiales asfálticos modificados*. 2006, pp. 2–9.