POLITECNICO DI TORINO

Corso di Laurea Magistrale in Ingegneria Civile

Tesi di Laurea Magistrale

Indagine sperimentale e modellazione del comportamento a rottura dei leganti bituminosi alle basse temperature



Relatori

Prof. Orazio Baglieri Prof. Davide Dalmazzo Prof.ssa Lucia Tsantilis

> **Candidato** Chiara Tozzi

Dicembre 2017

Ringraziamenti

"Molti si stupiscono che nel mondo scientifico si dia così poca importanza al prestigio o alle motivazioni di chi illustra una certa idea. La si ascolta, e se sembra qualcosa che valga la pena di verificare – nel senso che è un'idea diversa, e non banalmente in contrasto con qualche risultato precedente – allora sì che diventa divertente.

Che importa quanto ha studiato quel tizio, o perché vuole essere ascoltato. In questo caso non fa nessuna differenza da dove vengano le idee. La loro origine vera è sconosciuta, la chiamiamo "immaginazione", "creatività". Stranamente molti credono che nella scienza non ci sia posto per la fantasia. È una fantasia di un tipo speciale, diversa da quella dell'artista. Il difficile è cercare di immaginare qualcosa che a nessuno è mai venuto in mente, che sia in accordo con quanto già si conosce, ma sia diverso; e sia inoltre ben definito, e non una vaga affermazione. [...]

Mi sento dire "Come fai a vivere senza sapere?". Non capisco cosa intendano. È facile. Quello che voglio sapere è come si arriva alla conoscenza. Questa libertà di dubitare è fondamentale nella scienza e, credo, in molti altri campi. C'è voluta una lotta di secoli per conquistarci il diritto al dubbio, all'incertezza: vorrei che non ce ne dimenticassimo e non lasciassimo pian piano cadere la cosa. Come scienziato, conosco il grande pregio di una soddisfacente filosofia dell'ignoranza, e so che una tale filosofia rende possibile il progresso, frutto della libertà di pensiero. E come scienziato sento la responsabilità di proclamare il valore di questa libertà, e di insegnare che il dubbio non deve essere temuto, ma accolto volentieri in quanto possibilità di nuove potenzialità per gli esseri umani. Se non siamo sicuri, e lo sappiamo, abbiamo una chance di migliorare la situazione."

Richard P. Feynman, John Danz Lectures Series 1963

Ringrazio il Professor O. Baglieri, il Professor D. Dalmazzo e la Professoressa L. Tsantilis per avermi insegnato a dubitare ed avermi permesso di esprimere la mia di "immaginazione".

INDICE

RINGR	AZIA	MENTI	III
INDICE			5
INDICE	DEL	LE FIGURE	8
INDICE	DEL	LE TABELLE	13
INTRO	DUZI	ONE	14
1 115	EGAI		16
1 1			10
1.1.			10
1.2.			19
1.3.			ı ∠ دد
1.0	.1.	Analisi SARA	20
1.3	.2.		20
1.3	.3.		20
1.3	.4.	Cenni sull'influenza della temperatura sulla microstruttura .	30
1.4.	PRO	DCESSO DI PRODUZIONE	31
1.5.	Col	NCLUSIONE	34
2. LA	REC	DLOGIA	36
2.1.	TEC	ORIA DELLA VISCOELASTICITÀ	37
2.1	.1.	Caratteristiche reologiche e determinazione della zona di	
viso	coela	sticità lineare	41
2.2.	LE (CURVE MAESTRE	45
2.2	.1.	Principio di equivalenza tempo-temperatura	46
2.3.	Мо	DELLI ANALOGICI VISCOELASTICI	48
2.3	.1.	Modello di Maxwell (Liquid-Like)	48
2.3	.2.	Modello di Kelvin-Voigt (Solid-Like)	49
2.3	.3.	Modello di Burger	50
2.3	.4.	Modelli generalizzati	51
2.4.	Мо	DELLI ANALITICI DI CURVA MAESTRA	53
2.4	.1.	Modello di Jongepier e Kuilman	54
2.4	.2.	Modello di Christensen e Anderson (CA)	56

2	2.4.3.	Modello di Christensen, Anderson e Marasteanu (CAM)57
2	2.4.4.	Modello di Christensen, Anderson e Marasteanu modif	icato58
2	2.4.5.	Modello di Al-Quadi	61
2	2.4.6.	Modello polinomiale	62
2	2.4.7.	Modello sigmoidale	63
2	2.4.8.	Modello di costruzione della curva maestra LCPC	64
2	2.4.9.	Nuovo modello di predizione del modulo complesso e	
C	lell'ang	olo di fase	66
2.5	. Bl/	ACK DIAGRAMS	67
2.6	. Pia	NO COLE-COLE	71
2.7	. Sis	TEMI DI CLASSIFICAZIONE	72
2	2.7.1.	Sistema di classificazione empirico	73
2	2.7.2.	Sistema di classificazione prestazionale Superpave	77
2.8	. Co	NCLUSIONE	80
3. I	NDAG	INE BIBLIOGRAFICA	82
3.1	. An	ALISI MECCANICHE AL DSR	82
3.2	. Uт	ILIZZO DEL DSR PER MISURE ALLE BASSE TEMPERATURE	86
3	3.2.1.	Modello di correzione degli errori strumentali	88
3.3	. Te	ORIA DELLA TORSIONE PER LE SEZIONI CIRCOLARI	90
3.4	. CA	RATTERIZZAZIONE A ROTTURA DEI MATERIALI VISCOELASTICI	93
3	3.4.1.	Comportamento a rottura dei materiali	94
3	3.4.2.	Criteri di analisi del comportamento a rottura	97
3	3.4.3.	Cenni sulle instabilità viscose alle alte temperature	110
3.5	. Co	NCLUSIONE	112
4. I	NDAG	INE SPERIMENTALE	113
4.1	. Sтi	RUMENTI UTILIZZATI	113
4.2	. MA	TERIALE	114
4.3	. Pr	OGRAMMA SPERIMENTALE	117
4.4	. Pr	OTOCOLLO DI PROVA	124
4	4.4.1.	Preparazione del campione	124
4	4.4.2.	Condizionamento	125

4.4	.3.	Prove in controllo di momento torcente	126
4.4	.4.	Prove in controllo di deformazione	126
4.5.	Pre	SENTAZIONE DEI RISULTATI DELLE PROVE	127
4.5	.1.	Morfologia di rottura	127
4.5	.2.	Prove in controllo di momento torcente	130
4.5	.3.	Prove in controllo di deformazione	131
4.6.	Con	ICLUSIONE	135
5. AN	ALIS	I E DISCUSSIONE DEI RISULTATI	136
5.1.	Pri	ICIPIO DI CORRISPONDENZA ELASTICO-VISCOELASTICO	136
5.2.	Ana	LISI DEI RISULTATI TRAMITE LE PSEUDO-STRAIN	141
5.2	.1.	Determinazione dei coefficienti di Prony	141
5.2	.2.	Calcolo delle pseudo-strain	143
5.2	.3.	Presentazione dei risultati	145
5.3.	Disc	CUSSIONE DEI RISULTATI	152
5.4.	Con	ICLUSIONE	154
CONCL	USIC	DNI	156
BIBLIO	GRA	FIA	159
ALLEG	АТО	1	164

Indice delle figure

FIGURA 1.1. AREE DI APPLICAZIONE DEL BITUME (BITUMINA HI-TECH PAVEMENT	
BINDERS 2013)	16
FIGURA 1.2. DIFFERENZE TRA BITUME E CATRAME (BITUMINA HI-TECH PAVEMENT	Г
BINDERS 2013)	18
FIGURA 1.3. DEFINIZIONE DI BITUME IN BASE A DENSITÀ E VISCOSITÀ (BANERJEE	Ξ
2012)	18
FIGURA 1.4 COLLOCAZIONE GEOGRAFICA DEL PITCH LAKE	19
FIGURA 1.5. FOTOGRAFIA DEL DEPOSITO NATURALE DI BITUME DEL PITCH LAKE.	19
FIGURA 1.6. UTILIZZO DEL BITUME NEL CORSO DELLA STORIA (J. CONNAN 1999).	20
FIGURA 1.7. SCHEMA DEL PROCEDIMENTO DI SEPARAZIONE SARA (LESUEUR 200)9)
	24
FIGURA 1.8. STRUTTURA MOLECOLARE DELL'ASFALTENE (BANERJEE 2012)	24
FIGURA 1.9. SEPARAZIONE SARA RIFERITA AI BITUMI DEL PROGRAMMA SHRP.	
(LESUEUR 2009)	25
FIGURA 1.10. PROCEDIMENTO DELLA CROMATOGRAFIA A SCAMBIO IONICO	
(LESUEUR 2009)	27
FIGURA 1.11. SEPARAZIONE IEC BITUMI SHRP (LESUEUR 2009)	28
FIGURA 1.12. MODELLO COLLOIDALE DELLA STRUTTURA DEL BITUME(LESUEUR	
2009)	29
FIGURA 1.13. BITUMI SOL E GEL (SHELL BITUMEN U.K. 1990)	30
FIGURA 1.14. IMMAGINI AL MICROSCOPIO A FORZA IONICA DELLA	
MICROSTRUTTURA DEL BITUME IN FUNZIONE DELLA TEMPERATURE,	
RISPETTIVAMENTE A SEGUITO DI RAFFREDDAMENTO E RISCALDAMENTO	
(NAHAR ET AL. 2013)	31
FIGURA 1.15. SCHEMA DI FRAZIONAMENTO DEL GREGGIO DI PETROLIO	
(BINASENERGY 2016)	32
FIGURA 1.16. DISTILLAZIONE DEL BITUME (LESUEUR 2009)	33
FIGURA 2.1 MOLLA DI HOOKE (KELLY 2015)	37
FIGURA 2.2 RAPPRESENTAZIONE DELLA RISPOSTA DEFORMATIVA SOTTO CARICO	С
DI UN FLUIDO IDEALE (KELLY 2015)	38
FIGURA 2.3 SMORZATORE VISCOSO DI NEWTON (KELLY 2015)	38
FIGURA 2.4. REGIMI DI CREEP (HAMRANG 2016)	40
FIGURA 2.5 . RAPPRESENTAZIONE DI G* SUL PIANO COMPLESSO (MALVERN	
INSTRUMENTS 2016)	42
FIGURA 2.6 . RAPPRESENTAZIONE DELLA RISPOSTA DEFORMATIVA IN CONDIZION	11
DI CARICO OSCILLATORIO (MALVERN INSTRUMENTS 2016)	43
	8

FIGURA 2.7. DETERMINAZIONE DELLA REGIONE VISCOELASTICA LINEARE
(PETERSEN ET AL. 1994)
FIGURA 2.8. CURVA MAESTRA DI G*E δ (YUSOFF, SHAW, AND AIREY 2011)45
FIGURA 2.9 COSTRUZIONE DELLA CURVA MAESTRA TRAMITE IL PRINCIPIO DI
EQUIVALENZA (SUBHY 2017)47
FIGURA 2.10. RAPPRESENTAZIONE DEL MODELLO DI MAXWELL (AFLAKI AND
HAJIKARIMI 2012)
FIGURA 2.11. A- RAPPRESENTAZIONE DEL MODELLO DI KELVIN-VOIGT (AFLAKI AND
HAJIKARIMI 2012) B- RAPPRESENTAZIONE DELLA RISPOSTA DEFORMATIVA
DEL MODELLO (KELLY 2015)49
FIGURA 2.12. RAPPRESENTAZIONE DEL MODELLO DI BURGER (AFLAKI AND
HAJIKARIMI 2012)
FIGURA 2.13. EVOLUZIONE DELLE DEFORMAZIONI NEL TEMPO NEL MODELLO DI
BURGER (AFLAKI AND HAJIKARIMI 2012)51
FIGURA 2.14. MODELLI VISCOELASTICI GENERALIZZATI (KELLY 2015)
FIGURA 2.15 DEFINIZIONE DEL CA (YUSOFF, SHAW, AND AIREY 2011)56
FIGURA 2.16. MODELLAZIONE UTILIZZANDO IL CA (YUSOFF, SHAW, AND AIREY 2011)
FIGURA 2.17. MODELLAZIONE UTILIZZANDO IL CAM (YUSOFF, SHAW, AND AIREY
2011)
FIGURA 2.18. DEFINIZIONE DEL MODELLO CAM GENERALIZZATO (YUSOFF, SHAW,
AND AIREY 2011)61
FIGURA 2.19. CONFRONTO TRA I DATI SPERIMENTALI E I DATI TEORICI DEL
MODELLO DI AL-QADI, IN TERMINI DI MODULO COMPLESSO ED ANGOLO DI
FASE (YUSOFF, SHAW, AND AIREY 2011)62
FIGURA 2.20. DESCRIZIONE DEI PARAMETRI DEL MODELLO SIGMOIDALE (YUSOFF,
SHAW, AND AIREY 2011)64
FIGURA 2.21. RAPPRESENTAZIONE DELLE CARATTERISTICHE REOLOGICHE DEL
MATERIALE IN FUNZIONE DELLA FREQUENZA (AIREY 2002)68
FIGURA 2.22. BLACK DIAGRAM PER LE DUE DIFFERENTI CONFIGURAZIONI DI
PROVA (AIREY 2002)69
FIGURA 2.23. RAPPRESENTAZIONE DEI DATI DELLA STRESS SWEEP, IN TERMINI DI
MODULO COMPLESSO E ANGOLO DI FASE (AIREY 2002)
FIGURA 2.24. CURVA MAESTRA ALLA TEMPERATURA DI RIFERIMENTO DI 40°C PER
PROVE AL DSR EFFETTUATE PER BASSI ED ALTI VALORI DI STRAIN (AIREY
2002)

FIGURA 2.25. BLACK DIAGRAM PER TEST AL DSR EFFETTUATI IN CAMPO
VISCOELASTICO LINEARE (BASSE STRAIN) E IN CAMPO VISCOELASTICO NON
LINEARE (ALTE STRAIN) (AIREY 2002)71
FIGURA 2.26. PIANO DI COLE-COLE PER BITUME AAD1 (SHRP PROGRAM) (CARRET
ET AL. 2015)
FIGURA 2.27 SPECIFICHE CNR
FIGURA 2.28. CONFIGURAZIONE DELLA PROVA DI PENETRAZIONE (BAGLIERI 2015)
FIGURA 2.29. CONFIGURAZIONE DELLA PROVA PALLA-ANELLO (BAGLIERI 2015) 75
FIGURA 2.30. CONFIGURAZIONE DELLA PROVA FRAASS (BAGLIERI 2015)
FIGURA 2.31. CONFIGURAZIONE PROVA DI DUTTILITÀ (BAGLIERI 2015)
FIGURA 2.32. LEGAME TRA LE APPARECCHIATURE DI PROVA E LE PRESTAZIONI DEI
LEGANTI (SANGIORGI AND PETRETTO 2004)78
FIGURA 2.33. REOMETRO ROTAZIONALE (MALVERN INSTRUMENTS 2016)78
FIGURA 2.34 CONFIGURAZIONE DI PROVA BBR (PETERSEN ET AL. 1994)79
FIGURA 2.35. SISTEMA SUPERPAVE AASHTO M320 80
FIGURA 3.1 CONFIGURAZIONE PIATTO-CONO (BAGLIERI 2015)
FIGURA 3.2 CONFIGURAZIONE PIATTO-PIATTO (BAGLIERI 2015)
FIGURA 3.3 CONFIGURAZIONE DI PROVA (SUBHY 2017)
FIGURA 3.4 BALCK DIAGRAM DELLE FREQUENCY SWEEP EFFETTUATE CON I
DIVERSI SISTEMI DI MISURA (LU, UHLBACK, AND SOENEN 2017)87
FIGURA 3.5. TRAVE DI SEZIONE CIRCOLARE SOTTOPOSTA A TORSIONE
(CARPINTERI 1995A)90
FIGURA 3.6. DISTRIBUZIONE DELLE TENSIONI NELLA SEZIONE CIRCOLARE
(CARPINTERI 1995A)93
FIGURA 3.7 STADI DI FORMAZIONE DI UNA ROTTURA DUTTILE COPPA-CONO (SMITH
AND HASHEMI 2008)95
FIGURA 3.8 IMMAGINE DI UNA ROTTURA DUTTILE DI UNA LEGA DI ALLUMINIO
SOLLECITATA ASSIALMENTE (SMITH AND HASHEMI 2008)
FIGURA 3.9. FRATTURA FRAGILE DI UNA LEGA METALLICA SOLLECITATA
ASSIALMENTE (SMITH AND HASHEMI 2008)
FIGURA 3.10 TIPOLOGIA DI ROTTURA PER TORSIONE (UNIVERSITY OF COLORADO
BOULDER 2016)
FIGURA 3.11. LASTRA PIANA INFINITA SOLLECITATA A TRAZIONE: A- FORO
CIRCOLARE; B- FORO ELLITTICO; C- RAPPRESENTAZIONE DELLA
SINGOLARITÀ TENSIONALE (CARPINTERI 1995)
FIGURA 3.12. ILLUSTRAZIONE DELLE DIFFERENTI TIPOLOGIE DI SOLLECITAZIONE,
RISPETTIVAMENTE MODO I, MODO II E MODO III (CARPINTERI 1995B)

FIGURA 3.13. STAMPI MODIFICATI PER BBR E DTT PER LA GENERAZIONE DELLA	
FESSURA INIZIALE (GAUTHIER AND ANDERSON 2006) 1	104
FIGURA 3.14. CONFRONTO TRA I TRE MODELLI DI FRATTURA (GAUTHIER AND	
ANDERSON 2006) 1	105
FIGURA 3.15. EVOLUZIONE DELLA DEFORMAZIONE IN FUNZIONE DELLA TENSIONI	Е
(HAMMOUM ET AL. 2009)1	107
FIGURA 3.16. RELAZIONE TRA L'AMPIEZZA DELLA FESSURA E LA SUA VELOCITÀ D	Э
CRESCITA (HINTZ AND BAHIA 2013)1	107
FIGURA 3.17. SUPERFICIE DEL CAMPIONE A SEGUITO DELLA FRATTURA (HINTZ	
AND BAHIA 2013) 1	108
FIGURA 3.18. CONFIGURAZIONE DI PROVA (BUENO, HUGENER, AND PARTL 2014)1	109
FIGURA 3.19. MORFOLOGIA DI FRATTURA (BUENO, HUGENER, AND PARTL 2014) 1	109
FIGURA 3.20. ILLUSTRAZIONE GEOMETRICA DI EDGE FRACTURE, SIA IN	
COORDINATE POLARI CHE IN COORDINATE CARTESIANE (KEENTOK AND XU	Е
1999)	111
FIGURA 4.1 REOMETRO ROTAZIONALE 1	114
FIGURA 4.2 BLACK DIAGRAM 1	115
FIGURA 4.3 COLE-COLE DIAGRAM 1	115
FIGURA 4.4 CURVA MAESTRA DEL MODULO COMPLESSO 1	116
FIGURA 4.5 CURVA MAESTRA DELL'ANGOLO DI FASE 1	116
FIGURA 4.6 FOTOGRAFIA DEL PROVINO 3006.1 A SEGUITO DELLA ROTTURA 1	118
FIGURA 4.7 DIAGRAMMA SFORZO-DEFORMAZIONE DEL PROVINO 3006.1 1	118
FIGURA 4.8 FOTOGRAFIA A ROTTURA DEL PROVINO 0707.1 1	119
FIGURA 4.9 DIAGRAMMA SFORZO-DEFORMAZIONE DEL PROVINO 0707.1 1	119
FIGURA 4.10. CONFRONTO TRA IL COMPORTAMENTO SENZA CONDIZIONAMENTO)
FISSATO E LA PROVA CON CONDIZIONAMENTO DI 45 MINUTI	120

FISSATO E LA PROVA CON CONDIZIONAMENTO DI 45 MINUTI	120
FIGURA 4.11 FOTOGRAFIA A ROTTURA DEL CAMPIONE 1007.1	121
FIGURA 4.12. DIAGRAMMA SFORZO-DEFORMAZIONE DEL PROVINO 1007.1	121
FIGURA 4.13 FOTOGRAFIA A ROTTURA DEL CAMPIONE 1007.2	121
FIGURA 4.14 DIAGRAMMA SFORZO-DEFORMAZIONE DEL PROVINO 1007.2	122
FIGURA 4.15. CONFRONTO TRA LE DUE PROVE	122
FIGURA 4.16 CONFIGURAZIONE DELLO STAMPO	124
FIGURA 4.17 CONFIGURAZIONE DEL CAMPIONE A SEGUITO DELLA RIMOZIONE	

DELLO STAMPO	. 125
FIGURA 4.18 PROVE IN CONTROLLO DI MOMENTO TORCENTE	. 131
FIGURA 4.19 PROVE IN CONTROLLO DI DEFORMAZIONE (T = -5°C)	. 133
FIGURA 4.20 PROVE IN CONTROLLO DI DEFORMAZIONE (T = -10°C)	. 133
FIGURA 4.21 PROVE IN CONTROLLO DI DEFORMAZIONE (T = -15°C)	. 134

FIGURA 4.22 PROVE IN CONTROLLO DI DEFORMAZIONE (0,05%/S)	134
FIGURA 4.23 PROVE IN CONTROLLO DI DEFORMAZIONE (0,1%/S)	135
FIGURA 5.1 ANALISI IN PSEUDO-STRAIN D1 - T = -5°C	146
FIGURA 5.2 ANALISI IN PSEUDO-STRAIN D2 - T = -5°C	146
FIGURA 5.3 ANALISI IN PSEUDO-STRAIN D3 - T = -5°C	147
FIGURA 5.4 ANALISI IN PSEUDO-STRAIN D4 - T = -5°C	147
FIGURA 5.5 ANALISI IN PSEUDO-STRAIN D1 - T = -10°C	148
FIGURA 5.6 ANALISI IN PSEUDO-STRAIN D2 - T = -10°C	148
FIGURA 5.7 ANALISI IN PSEUDO-STRAIN D3 - T = -10°C	149
FIGURA 5.8 ANALISI IN PSEUDO-STRAIN D4 - T = -10°C	149
FIGURA 5.9 ANALISI IN PSEUDO-STRAIN D1 - T = -15°C	150
FIGURA 5.10 ANALISI IN PSEUDO-STRAIN D2 - T = -15°C	150
FIGURA 5.11 ANALISI IN PSEUDO-STRAIN D3 - T = -15°C	151
FIGURA 5.12 ANALISI IN PSEUDO-STRAIN D4 - T = -15°C	151
FIGURA 5.13 RAPPRESENTAZIONE DEI PUNTI PER I QUALI IL MATERIALE SI	
DISTACCA DAL COMPORTAMENTO LINEARE	153

Indice delle tabelle

TABELLA 1-1. RANGE INDICATIVO DEGLI ELEMENTI CHE COMPONGONO IL BITUME	
DEL DEPOSITO DI ALBERTA (BANERJEE 2012)2	22
TABELLA 1-2 PROPRIETÀ CHIMICHE DELLE FRAZIONI SARA (LESUEUR 2009)	26
TABELLA 2-1 DIFFERENTI METODI EMPIRICI DI INTERPOLAZIONE DELLO SHIFT	
FACTOR4	ŀ7
TABELLA 4-1 PROVINO 3006.1	7
TABELLA 4-2 PROVINO 0707.1	9
TABELLA 4-3 PROVINI 1007	20
TABELLA 4-4 PROVE IN CONTROLLO DI MOMENTO TORCENTE	23
TABELLA 4-5 PROVE IN CONTROLLO DI DEFORMAZIONE 12	23
TABELLA 4-6 CONDIZIONAMENTO 12	26
TABELLA 4-7 MORFOLOGIA DI ROTTURA- PROVE IN CONTROLLO DI TENSIONE 12	27
TABELLA 4-8 MORFOLOGIA DI ROTTURA- PROVE IN CONTROLLO DI DEFORMAZION	IE
0,05%/S	28
TABELLA 4-9 MORFOLOGIA DI ROTTURA- PROVE IN CONTROLLO DI DEFORMAZION	IE
0,1%/S	29
TABELLA 4-10 RISULTATI PROVE IN CONTROLLO DI MOMENTO TORCENTE	30
TABELLA 4-11 PROVE IN CONTROLLO DI DEFORMAZIONE	32
TABELLA 5-1 PUNTI DI DISTACCO DELLE CURVE IN TERMINI DI PSEUDO-STRAIN DA	۱L
COMPORTAMENTO VISCOELASTICO LINEARE15	52
TABELLA 5-2 DIFFERENZA TRA LE CURVE DI COMPORTAMENTO IN TERMINI DI	
PSEUDO-STRAIN A -5°C15	54

Introduzione

Il fenomeno della fessurazione termica rappresenta una delle principali cause di degrado nell'ambito delle pavimentazioni flessibili; viene associato alle tensioni di trazione che si generano all'interno del legante bituminoso a seguito di una contrazione impedita, generata dalla contemporanea presenza di una bassa temperatura e dell'aggregato.

La caratterizzazione del legante alle basse temperature assume così un'importanza rilevante in ambito infrastrutturale. Ai fini progettuali viene generalmente valutato il comportamento del bitume alle basse temperature tramite il BBR (SHRP Program); tuttavia, poiché la prova al BBR è una prova di creep e non di rottura, spesso questa risulta essere non sufficientemente simulativa del comportamento reale del materiale.

Numerose ricerche sono state effettuate al fine di elaborare nuovi modelli di valutazione alternativi al BBR, in grado di fornire una migliore corrispondenza tra le prove sperimentali e le caratteristiche reali.

In particolar modo è in via di sviluppo l'utilizzo del DSR, tramite l'introduzione di un sistema piatto-piatto di 4mm che consente l'applicazione dello strumento anche alle basse temperature.

Nel contesto illustrato si colloca il presente lavoro, che propone una nuova indagine sperimentale di valutazione delle proprietà a rottura dei leganti bituminosi alle basse temperature.

Viene testato un bitume 50/70 tradizionale; la procedura prevede l'utilizzo del reometro rotazionale con configurazione piatto-piatto di diametro 4mm e la realizzazione di un provino di altezza 5mm.

Il provino, intatto nelle sue condizioni iniziali, viene portato a rottura in condizioni di carico monotone, sia in controllo di tensione che in controllo di deformazione, a tre differenti livelli di temperatura (-5°C, -10°C e -15°C).

I risultati ottenuti dall'indagine sperimentale sono stati discussi in termini di comportamento a rottura e morfologia di rottura; in seguito sono stati modellati attraverso un'analisi tempo-dipendente.

La metodologia di analisi dei risultati prevede la modellazione viscoelastica tramite le serie di Prony, in accordo con il principio di corrispondenza elasticoviscoelastico di Shapery (1984). Il principio di Shapery consente di depurare i risultati sperimentali dalla variabile temporale, tramite il concetto di pseudostrain, e quindi di ricavare dei parametri di caratterizzazione a rottura funzione esclusivamente del danneggiamento e della non linearità di comportamento del materiale.

Il lavoro viene quindi, in primo luogo contestualizzato nel panorama di ricerca di riferimento, ed in seguito illustrato tramite il protocollo di prova definitivo. I risultati vengono infine discussi, analizzandone i differenti aspetti.

1.I LEGANTI BITUMINOSI

Il bitume, noto ed impiegato per vari usi da oltre 6.000 anni, è un materiale inerte e stabile, che mantiene le sue proprietà nel tempo; risulta, inoltre, facilmente e completamente riciclabile (non viene quindi "consumato") e molto versatile (può essere impiegato in varie forme: tal quale, emulsionato, sotto forma di schiuma, ossidato, modificato con polimeri o gomma o fibre o altri materiali).

In origine materiale naturale, il bitume è oggi prodotto prevalentemente nelle raffinerie di petrolio, dove costituisce il residuo della distillazione sotto vuoto a partire da adatti grezzi (ricchi di componenti asfaltenici).

Le più importanti aree di applicazione, in continua evoluzione, comprendono le pavimentazioni stradali e le impermeabilizzazioni e oggigiorno la domanda mondiale di bitume è all'incirca di 100 milioni di tonnellate l'anno (Figura 1.1).



Figura 1.1. Aree di applicazione del bitume (Bitumina Hi-Tech pavement binders 2013)

1.1. Definizioni

Il termine bitume (dal latino *bitumen*) presenta diverse definizioni in letteratura; la prima risale alla pubblicazione della prima enciclopedia scientifica (1728) ad opera di Chambers, nel quale il bitume viene definito come un termine generico che comprende nafta, petrolio, pece e molti minerali composti da idrocarburi.

Attualmente, la normativa Europea definisce il bitume come "materiale non volatile, adesivo ed impermeabilizzante derivato dal petrolio greggio, o presente in natura, che è completamente, o quasi completamente, solubile nel toluene" (EN 12597).

Nel linguaggio comune, i termini "bitume" e "catrame" sono spesso usati erroneamente per definire lo stesso materiale a causa del loro aspetto simile; essi invece differiscono non solo per origine ma anche per composizione chimica e caratteristiche fisiche.

"Catrame" (in inglese *tar*) è il termine utilizzato per definire quel materiale ottenuto quando dei materiali organici, come ad esempio carbone o legno, subiscono un processo di carbonizzazione o distillazione distruttiva in assenza di aria (generalmente si usa aggiungere alla parola catrame il nome del materiale dal quale deriva). Si preferisce non utilizzare il catrame per le pavimentazioni stradali a causa della sua elevata suscettibilità alla temperatura e l'elevato rischio tossicologico dovuto all'esposizione ai suoi fumi. (Shell Bitumen U.K. 1990)

Le differenti caratteristiche dei due materiali sono riportate in Figura 1.2.

Bitumen		Coal Tar	
Origin	Naturally ocurring.	Derives from coal.	
Production	Petroleum processing from crude oil (petroleum), the process does not involve cracking or thermal conversion. Comes from animal matter.	Through a process of carbonization of coal pyrolisis of coal at a high temperature. It is essentially a by-product of the production of coke from coal. Comes from plants matter.	
Appareance	Black, sticky, viscose, thermoplastic.	Thick, black, sticky liquid.	
Application	Construction. Currently, approximately 80% of bitumen demand is for road construction.	Construction, medicine coal tar is also added to the dye treatments that are administered to the fabrics. Coal tar was also used for road construction and water proofing until it was replaced by bitumen after the Second World War.	
Toxicity	Not carcinogenic.	Carcinogenic.	

Figura 1.2. Differenze tra bitume e catrame (Bitumina Hi-Tech pavement binders 2013)

Se si fa riferimento invece all'ambito geochimico, il bitume può essere distinto dagli altri oli in funzione della sua densità, nel seguente modo: *"Viene considerato bitume l'olio ad alta viscosità con grado API¹ inferiore a 10°"* (Figura 1.3). [API (American Petreleum Institute)]



Figura 1.3. Definizione di bitume in base a densità e viscosità (Banerjee 2012)

¹ La densità e il grado API sono correlate dalla relazione: °API = 141,5/ρ^{*} - 131,3 dove ρ^{*} è la densità relativa rispetto all'acqua. Da questa relazione discende che un olio della stessa densità dell'acqua presenta 10°API, se è più pesante presenta un valore minore di 10°API, mentre se è più leggero presenta un valore del grado API maggiore di 10°API.

1.2. Background storico

Il bitume è uno dei più antichi materiali ingegneristici e può essere, o estratto da giacimenti naturali (si parla in questo caso di bitume naturale), oppure ricavato dalla distillazione del petrolio.

Il bitume naturale è costituito dal residuo formatosi in seguito a naturali fenomeni di ossidazione ed evaporazione delle sostanze più volatili dei petroli ed è presente sotto forma di depositi, vene, sacchi o laghi.

Il giacimento più importante si trova nell'isola di Trinidad (Figura 1.4-1.5), dove costituisce quasi un lago (contiene più del 50% di bitume puro misto ad acqua, sabbia, argilla). Nonostante le proprietà del bitume naturale siano analoghe a quelle del bitume da petrolio, i due materiali differiscono molto per composizione chimica.



Figura 1.4 Collocazione geografica del Pitch Lake



Figura 1.5. Fotografia del deposito naturale di bitume del Pitch Lake

Il bitume naturale, grazie alle sue proprietà impermeabilizzanti e adesive, è stato utilizzato sin dalla nascita delle prime civiltà. Il primo riferimento al riguardo si trova nella Genesi, 6:14 (*"Allora Dio disse a Noè: «...fatti un'arca di*

legno di cipresso; dividerai l'arca in scompartimenti e la spalmerai di bitume dentro e fuori...") nel quale se ne esplica l'utilizzo come impermeabilizzante per le imbarcazioni. (Roberts, Mohammad, and Wang 2002)

In realtà gli utilizzi sono stati molteplici nel corso della storia e documentati in numerose ricerche (Figura 1.6).

use of bitumen	examples	excavations with examples studied Mari, Babylon, Larsa, Haradum, Qal'at al- Bahrain, Mleiha, Failaka		
mortars in construction building	temples, palaces, terraces, floors, ziggurats, door threshold, courtyard			
waterproofing agent	mats, baskets, jars, water reserves, bathrooms, water pipes, cisterns, boats, sarcophagi	Tell es-Sawwan, Tell el'Oueili, Qal'at al- Bahrain, Saar, Baghdad, Ra's al-Junayz, Susa, Failaka, Tell Brak		
adhesive and glue	sickles, tool handles, statues, jars, decoration (game, lyre, temple, pillar, ostrich egg)	Tell Atij, Netiv Hagdud, Umm El Tlel, Mari, Tell Halula, Ras Shamra, Susa		
domestic artefacts	spindle whorls, balls, dice, wall cones	Tell el'Oueili, Failaka, Saar?, Qal'at al- Bahrain, Susa, Tell Brak		
jewellery	bead, ring, gold badges on clothing or for horse harnesses	Umm al-Qaiwwain, Ulu Burun, Susa, Saar		
sculpture	sculpture, cylinder and stamp seal of Susa in bitumen mastic	Susa		
mummification	mixed with conifer resin, beeswax, grease to prepare mixtures for embalming	Egyptian mummies from the Queen valley and from several Museums (Lyon, Hannover, Paris)		

Figura 1.6. Utilizzo del bitume nel corso della storia (J. Connan 1999)

La principale applicazione storica riguarda sicuramente il campo dell'edilizia, nel quale veniva impiegato per la produzione di un legante sviluppato componendo il bitume naturale con paglia, argilla e sabbia.

Inoltre, per le sue proprietà impermeabilizzanti veniva spesso usato come rivestimento: per terrazzi o tetti, (come nei famosi "Giardini pensili di Babilonia"), per cisterne, imbarcazioni (un esempio può essere il modello esposto nel *Musée national de la Marine* di Parigi), ponti, pali in legno o sarcofagi (un sarcofago in argilla interamente ricoperto con bitume è esposto al *Bahrain Museum*).

Nell'Antico Egitto il bitume veniva infine usato per le imbalsamificazioni, a scopo di preservare i corpi dopo la morte (un esempio di quelle che vengono chiamate "mummie nere" è visibile al *British Museum* di Londra). (J. Connan 1999; Jacques Connan and Van de Velde 2010; J Connan and Lombard 1998) L'utilizzo di leganti bituminosi in ambito infrastrutturale risulta invece molto più recente: la prima pavimentazione realizzata in conglomerato bituminoso si trova a New York e risale al 1875 (De Smedt, New York section of the Society of the Chemical Industry), ma il primo progetto su larga scala è quello della Pennsylvania Avenue di Washington D.C. (1876). Il materiale utilizzato per la pavimentazione della Pennsylvania Avenue era una miscela di 50% di bitume naturale del Pitch Lake e 50% di derivati pesanti del petrolio combinati con aggregati locali. (Roberts, Mohammad, and Wang 2002) Con lo sviluppo e l'affinamento delle tecniche di raffinazione, in grado di fornire bitumi in notevoli quantità a un prezzo via via più competitivo, l'uso di bitumi

naturali sta progressivamente diminuendo, tanto che il suo contributo in campo infrastrutturale risulta pressoché nullo.

1.3. Caratteristiche fisico-chimiche del bitume

Il bitume si presenta come un liquido viscoso a temperatura ambiente di densità di circa 1,04 g/cm³ e mostra una temperatura di transizione vetrosa prossima ai -20°C. La complessità chimica del materiale è conseguenza della compresenza di differenti componenti. Il greggio di origine viene definito, in base alla sua composizione, come paraffinico, naftenico o aromatico rispettivamente se presenta una maggiore presenza di strutture sature, cicliche o aromatiche; questa classificazione è applicata molte volte anche al bitume che ne deriva, ad esempio il bitume venezuelano è generalmente conosciuto come bitume naftenico.

Il bitume complessivamente può essere descritto come una miscela contente prevalentemente carbonio (80-88% in peso) e idrogeno (8-12% in peso), con un rapporto H/C pressoché costante e pari a 1,4-1,5 (valore intermedio tra quello delle strutture aromatiche, H/C=1, e quello degli alcheni saturi, H/C=2). In aggiunta generalmente fanno parte della miscela nitrogeno, solfuri (CHNS) ed ossigeno; tracce di metalli risultano inoltre presenti, tipicamente Nichel e Vanadio (Tabella 1-1).

Elemento	Range [wt%]			
Carbonio	82-83 wt%			
Idrogeno	10,1-10,2 wt%			
Nitrogeno	3000- 5000 ppm			
Solfuri	4,5 – 6,0 wt%			
Ossigeno	< 1 wt%			
Vanadio	180 – 250 ppm			
Nichel	60 – 90 ppm			

Tabella 1-1. Range indicativo degli elementi che compongono il bitume del deposito di Alberta (Banerjee 2012)

La prima separazione chimica del bitume risale al 1836, anno in cui Boussignault separò per distillazione il bitume della città di Bechelbronn (attualmente Merkwiller-Pechelbronn, Alsazia). Mantenendo il materiale ad una temperatura di circa 230°C per pochi giorni, egli ottenne due componenti: per l'85% una frazione distillabile che chiamò *petrolene*, e per il 15% una frazione solida che chiamò *asfaltene*.

Il petrolene si presentava come un liquido giallo di densità a 21°C pari a 0,891 g/cm³, un rapporto H/C=1,56 e totalmente composto da idrocarburi.

L'asfaltene, invece, costituiva la frazione solida, con un rapporto H/C=1,58 ed una presenza di ossigeno dell'ordine del 14% in peso.

Avendo notato un simile rapporto H/C tra le due frazioni separate per distillazione, Boussignault suggerì che l'asfaltene fosse il prodotto dell'ossidazione del petrolene.

Qualche decennio dopo, Richardson introdusse la separazione per solventi, definendo gli asfalteni come la frazione insolubile del bitume nella nafta e i malteni come la parte solubile (il termine deriva dalla sua somiglianza con il catrame minerale, in inglese *maltha*). L'ulteriore separazione dei malteni è stata in seguito sempre affrontata tramite solventi: nel 1879, Kayser riuscì a separare il bitume in tre componenti ($\alpha,\beta \in \gamma$) grazie alla loro solubilità in alcol, eteri e cloroformio e nel 1939 Hoiberg separò la frazione maltenica, tramite nesano, in resine ed oli, definendo le resine come la componente precipitata e gli oli come la frazione solubile. (Lesueur 2009)

Le analisi di separazione sono poi state affinate tramite l'introduzione di metodi cromatografici per la separazione della frazione maltenica, utilizzate per il bitume già dal 1908.

Vengono di seguito descritti due dei procedimenti di frazionamento attualmente utilizzati, basati su metodi cromatografici: il frazionamento SARA e la cromatografia a scambio ionico.

1.3.1. Analisi SARA

La metodologia di frazionamento SARA si basa modello proposto da Corbett, che prevede, a seguito della separazione tra malteni ed asfalteni tramite solvente, un'ulteriore separazione della frazione maltenica in oli (saturi ed aromatici) e resine.

Grazie a questo metodo, la composizione del bitume viene generalmente definita in termini di **S**aturi, **A**romatici, **R**esine ed **A**sfalteni (SARA).

Il metodo, attualmente in uso, fa riferimento alla ASTM D-4124 ed è molto simile alla procedura di Corbett.

Il primo step prevede la separazione degli asfalteni per precipitazione tramite l'utilizzo dell'n-eptano; la miscela privata degli asfalteni costituisce la frazione maltenica. In seguito alla prima separazione degli asfalteni, la soluzione residua di malteni viene inserita nella colonna cromatografica che porta alla precipitazione di tre classi molecolari: oli saturi (tramite l'utilizzo dell'n-eptano), oli aromatici (tramite l'utilizzo di toluene) e resine (tramite tricloroetilene) (Figura 1.7).



Figura 1.7. Schema del procedimento di separazione SARA (Lesueur 2009)

Gli asfalteni sono miscele di idrocarburi costituiti da una struttura aromatica (Figura 1.8) di elevata polarità, per definizione insolubile nelle normali paraffine e solubile in benzene o toluene. Essi hanno un notevole effetto sulle caratteristiche del bitume e ne costituiscono all'incirca il 5-30% in peso: si presentano a temperatura ambiente sotto forma di polvere nera (responsabili della colorazione del bitume).



Figura 1.8. Struttura molecolare dell'asfaltene (Banerjee 2012)

Gli oli saturi rappresentano circa il 5-15% in peso, si presentano come un liquido incolore a temperatura ambiente e presentano una temperatura di transizione vetrosa molto bassa (circa -70°C).

Gli oli aromatici sono i componenti presenti con maggiore abbondanza insieme con le resine (30-45% in peso) e presentano una temperatura di transizione vetrosa di circa -20°C, simile a quella del bitume.

Le resine, infine, si presentano in forma solida a temperatura ambiente e sono di colore nero. La Figura 1.9 mostra l'analisi SARA effettuata nel corso del programma SHRP mentre la Tabella 1-2 definisce, in modo riassuntivo, le proprietà chimiche delle frazioni SARA.



Figura 1.9. Separazione SARA riferita ai bitumi del programma SHRP². (Lesueur 2009)

² La sigla "AA" identifica i bitumi del programma SHRP

_							
	H/C	С	Н	0	Ν	S	Solventi
	[-]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	ASTM D4124
Bitume	1,5	80-88	8-12	0-2	0-2	0-9	-
Saturi	1,9	78-84	12- 14	< 0,1	< 0,1	< 0,1	n-eptano
Aromatici	1,5	80-86	9-13	0,2	0,4	0-4	Toluene
Resine	1,4	67-88	9-12	0,3- 2	0,2-1	0,4-5	Tricloroetilene
Asfalteni	1,1	78-88	7-9	0,3- 5	0,6-4	0,3-11	Insolubile in n- eptano

Tabella 1-2 Proprietà chimiche delle frazioni SARA (Lesueur 2009)

1.3.2. Cromatografia a scambio ionico

Il metodo di frazionamento SARA è il più utilizzato, ma negli ultimi vent'anni è stata sviluppata sempre di più un'altra tecnica: la cromatografia a scambio ionico (Ion Exchange Chromatography, IEC).

Il bitume risulta così separato in cinque frazioni corrispondenti ad acidi e basi, forti e deboli, e ad elementi neutri.

La prima separazione del bitume in componenti IEC risale al 1977 ad opera di Boduszynski; il modello però attualmente usato è quello proposto da Green e sviluppato successivamente nel programma di ricerca SHRP.

Il protocollo SHRP prevede una prima dissoluzione di 16 grammi di bitume in 64 grammi di una miscela composta da benzene (45% in volume), tetraidrofurano (45% in volume) e etanolo (10% in volume) e un successivo passaggio attraverso una resina a scambio ionico. Le resine a scambio ionico sono materiali polimerici ad alto peso molecolare che contengono molti gruppi funzionali ionici per molecola e sono insolubili in acqua. I gruppi funzionali sono dotati di carica elettrica e sono in grado di effettuare scambi reversibili di ioni con la soluzione in esame. Di conseguenza, la separazione e la migrazione dei vari componenti ionici di una miscela durante il processo cromatografico sono determinate dalla distribuzione competitiva delle

specie ioniche tra la fase stazionaria (resina a scambio ionico) e la fase mobile (soluzione tampone).

La prima resina a scambio ionico è di tipo anionico, connessa in serie con una seconda di tipo cationico. (Figura 1.10).



Figura 1.10. Procedimento della cromatografia a scambio ionico (Lesueur 2009)

I ricercatori SHRP hanno proposto in seguito un ulteriore modello in grado di separare le sostanze anfotere: esso consiste nell'utilizzare il cicloesanone come solvente

iniziale, che assorbe sia le sostanze anfotere che le basi. Queste ultime vengono ulteriormente suddivise tramite la resina a scambio ionico.

L'eluato dell'immersione del bitume nel solvente comprende invece gli acidi e gli elementi neutri, anch'essi poi ulteriormente separati tramite resina a scambio ionico. La Figura 1.11 mostra la separazione IEC dei bitumi del progetto SHRP.



Figura 1.11. Separazione IEC bitumi SHRP (Lesueur 2009)

1.3.3. Modello colloidale

Il bitume viene generalmente descritto come una dispersione colloidale nel quale i componenti con il più alto peso molecolare (asfalteni) sono dispersi in un mezzo contenente la rimanente componente (malteni).

Rosinger suggerì questo modello nel 1914, ma la prima descrizione della struttura colloidale viene attribuita a Nellensteyn (1923), il quale riconobbe che gli alfalteni formano una sospensione colloidale nella fase maltenica.

Le molecole di asfaltene, aventi raggio compreso tra i 2-8nm tendono ad agglomerarsi formando delle strutture chiamate micelle. Le resine invece avvolgono le micelle, interfacciandosi con la fase non polare in cui esse sono immerse (Figura 1.12). (Mouazen, Poulesquen, and Vergnes 2011)



Figura 1.12. Modello colloidale della struttura del bitume(Lesueur 2009)

Il modello fu successivamente sviluppato da Pfeitter, che analizzò il comportamento reologico del bitume in relazione con la sua struttura colloidale: in presenza di sufficienti quantità di resine, le micelle acquisiscono una buona mobilità costituendo un sistema di tipo *sol*, viceversa in carenza di resine gli asfalteni tendono ad aggregarsi tra loro fino a formare una rete continua e la struttura viene definita *gel* (Figura 1.13). I bitumi di tipo sol mostrano un comportamento di tipo Newtoniano, viceversa i bitumi gel presentano un comportamento fortemente non-Newtoniano.

La maggior parte dei bitumi si colloca tra questi due estremi, presentando un comportamento sol-gel; per questo può essere definito un indice colloidale nel modo seguente:

$$I_C = \frac{A_S + S}{R + A_r} \tag{1.1}$$

in cui:

- A_s rappresenta il contenuto in peso di asfalteni;
- S il contenuto in peso di saturi;
- R il contenuto in peso di resine;
- A_r il contenuto in peso di aromatici.

L'indice colloidale per i bitumi stradali varia generalmente tra 0,5 e 2,7; un comportamento fortemente gel viene osservato nel caso in cui si abbia un I_c maggiore di 1,2 e tipicamente sol quando l' I_c diventa minore di 0,7.



Figura 1.13. Bitumi sol e gel (Shell Bitumen U.K. 1990)

1.3.4. Cenni sull'influenza della temperatura sulla microstruttura

La microstruttura del bitume, e di conseguenza le sue proprietà, sono fortemente influenzate dalla temperatura (sia quella in fase di esercizio, sia quelle alle quali è sottoposto durante il processo di produzione).

Viene osservato che, a seguito di un processo di raffreddamento lento dallo stato liquido, il materiale definisce in modo graduale la sua microstruttura, fino ad una condizione di stabilità (Figura 1.13a).

Viceversa, a seguito del riscaldamento, la microstruttura tende a scomparire gradualmente fino ad una sua completa fusione (Figura 1.13b).



Figura 1.14. Immagini al microscopio a forza ionica della microstruttura del bitume in funzione della temperature, rispettivamente a seguito di raffreddamento e riscaldamento (Nahar et al. 2013)

La microstruttura è inoltre funzione degli stati termodinamici precedenti: il materiale possiede 'memoria' storica delle configurazioni precedentemente assunte.

Viene osservato che, per una data temperatura sufficientemente alta (funzione del tipo di bitume), la microstruttura si fonde completamente formando una miscela omogenea, e questa 'memoria' storica viene così cancellata.

1.4. Processo di produzione

Il bitume, fino all'introduzione nel ventesimo secolo delle moderne tecnologie di raffinazione, veniva ricavato esclusivamente da risorse naturali. Attualmente viene ottenuto principalmente dalla distillazione frazionata del petrolio greggio condotta per mezzo di alte torri in acciaio note come colonne di frazionamento o colonne di distillazione.

Una colonna di distillazione contiene dei piatti (aventi dei fori che consentono il passaggio delle diverse frazioni) posti a diverse altezze in base a distinti punti di ebollizione, sui quali si depositano i diversi componenti del greggio: sui piatti in cima alla colonna si depositano gli idrocarburi più leggeri (gas), sui piatti inferiori gli idrocarburi più pesanti.

Sul fondo si raccolgono infine i residui della distillazione.

Il processo di separazione sfrutta le differenti temperature di ebollizione delle diverse frazioni che compongono il petrolio greggio e viene realizzata tramite condensazione frazionata dei vapori del distillato. (Figura 1.15).



Figura 1.15. Schema di frazionamento del greggio di petrolio (BinasEnergy 2016)

Il residuo della distillazione frazionata viene successivamente raffinato ulteriormente una distillazione sottovuoto a temperature leggermente maggiori, 350-400°C (*vacuum distillation*): nella colonna di distillazione sottovuoto il bitume viene sottoposto ad una pressione compresa tra 10 e 150 mmHg, in funzione della tipologia del greggio di partenza. Una bassa pressione consente di vaporizzare gli oli più pesanti senza surriscaldare il residuo, che costituisce il prodotto finale della lavorazione.

Le proprietà del materiale risultante della distillazione sottovuoto, chiamato *straight-run bitumen*, dipendono: dalla natura del greggio d'origine; dalla velocità e dalla temperatura del processo di distillazione e dalla pressione della colonna di distillazione sottovuoto.



Figura 1.16. Distillazione del bitume (Lesueur 2009)

Alcuni oli pesanti danno come prodotto della distillazione sottovuoto, un bitume che può essere utilizzato direttamente per le pavimentazioni stradali; questi oli però spesso non vengono utilizzati poiché possiedono delle caratteristiche non adatte per la produzione degli altri prodotti della distillazione. Altri oli, invece, presentano delle caratteristiche migliori ai fini della produzione della maggior parte dei prodotti della raffineria, ma generano un residuo sottovuoto inutilizzabile in modo diretto ai fini della progettazione infrastrutturale.

In questa seconda situazione il residuo della distillazione sottovuoto viene raffinato ulteriormente tramite insufflazione: viene sottoposto in raffineria ad aerazione per insufflazione d'aria, per alcune ore, ad una temperatura compresa tra 200°C e 275°C.

L'insufflazione è un processo esotermico: il composto aromatico viene ossidato in condizioni controllate, al fine di produrre idrocarburi ad alto peso molecolare (asfalteni), con la contemporanea formazione di vapore.

Le proprietà del materiale (*air-blown o oxidized bitumen*) risultante dipende dal greggio d'origine e soprattutto dalla temperatura e dal tempo di insufflazione; il principale effetto dell'insufflazione è quello di incrementare la viscosità del prodotto finale. A parità di viscosità, la reazione di ossidazione, genera dei

bitumi più duri, andando a compensare l'eventuale carenza di asfalteni del residuo d'origine.

Le reazioni chimiche che avvengono durante il processo comportano quindi una modifica della struttura colloidale del materiale ed un conseguente cambiamento delle proprietà reologiche. Nel metodo moderno di insufflazione viene inserito un catalizzatore al fine di accelerare il processo e generare bitumi con una maggiore resistenza alle alte temperature e una migliore flessibilità alle basse temperature. (Singh and Jain 1997)

Esistono infine dei greggi non adatti per la produzione di bitume; ad esempio tra questi vi è il "far est" (Indonesia e Australia) per la sua alta concentrazione di cere che, non potendo essere completamente eliminate dalla distillazione sottovuoto, compromettono l'adesione del bitume finale.

1.5. Conclusione

Il bitume è, quindi, un materiale dalle proprietà adesive ed impermeabilizzanti, utilizzato per fini ingegneristici fin dall'antichità. Attualmente il principale campo di applicazione è rappresentato dalle pavimentazioni stradali: a seguito dell'incremento del carico di traffico e della necessità di avere materiali sempre migliori, l'utilizzo del bitume naturale è stato pressoché abbandonato a favore del bitume artificiale, prodotto tramite distillazione sottovuoto del residuo della distillazione frazionata del petrolio. Le sue proprietà chimiche e fisiche sono fortemente influenzate, quindi, dal greggio di origine e dalle tecniche di produzione utilizzate.

Bisogna sottolineare, infatti, che non tutte le tipologie di greggio sono adatte per la produzione di bitume: esistono petroli molto leggeri, con bassissime percentuali di bitume e petroli estremamente pesanti, con un'elevata componente di bitume. Poiché generalmente dalla distillazione si vuole ottenere, oltre al bitume, anche le altre frazioni, si preferisce scegliere greggi con percentuali di bitume tra il 15 e il 60% in peso.

Il bitume si presenta così come un materiale la cui composizione chimica è fortemente dipendente dal processo di produzione e dal greggio di origine, ma anche dalla temperatura, che ne determina la microstruttura.

Nel Capitolo successivo verranno quindi illustrati i parametri reologici attraverso il quale vengono definite le caratteristiche del materiale.

2.LA REOLOGIA

La caratterizzazione delle proprietà del bitume ha come punto di partenza lo studio del suo comportamento reologico.

La parola "reologia" deriva dal Greco " $\rho \epsilon \omega$ ", che può essere tradotto come "scorrere, fluire", e " $\lambda o \gamma o o$ ", che significa "discorso, espressione, teoria"; letteralmente quindi il termine identifica lo studio di ciò che fluisce.

Le basi della reologia furono poste nel 1928 da E.C. Bingham, con l'obiettivo di definire il comportamento di materiali cosiddetti viscoelastici, ovvero che presentano una risposta alle sollecitazioni avente una componente viscosa ed una componente elastica funzione della temperatura e del tempo di carico.

In principio la caratterizzazione reologica in ambito infrastrutturale veniva affrontata tramite un sistema di classificazione empirico, abbandonato in seguito poiché, con il progressivo aumento del carico di traffico e la presenza sempre maggiore di bitumi modificati o altri bitumi speciali, non costituiva più uno strumento universalmente consistente.

La caratterizzazione reologica del bitume viene attualmente determinata, quindi, tramite analisi meccaniche dinamiche (DMA) di tipo oscillatorio, condotte nella regione di comportamento viscoelastico lineare. I dati delle analisi meccaniche possono essere presentati in svariate forme; una delle prime tecniche di analisi implica la costruzione delle curve maestre, ovvero delle curve continue dei parametri reologici in funzione della frequenza. Il principio utilizzato nella caratterizzazione reologica è il principio di corrispondenza tempo-temperatura (TTSP) che, in ambito della viscoelasticità lineare, autorizza una sovrapposizione degli effetti di tempo e temperatura.

Il presente Capitolo si pone quindi come obiettivo quello di illustrare in maniera dettagliata i concetti teorici qui introdotti ai fini del progetto di tesi.
2.1. Teoria della viscoelasticità

Un corpo viene definito perfettamente elastico quando restituisce completamente la deformazione dovuta al carico, nel momento in cui questo cessa di agire. Lo sforzo applicato $\sigma(t)$, produce una deformazione $\varepsilon(t)$ linearmente dipendente dallo sforzo tramite il modulo elastico E, che graficamente viene individuato come la pendenza della retta presente sul diagramma sforzo-deformazione (Equazione 2.1).

Questo tipo di comportamento viene individuato tramite il modello della molla di Hooke (Figura 2.1).



Figura 2.1 Molla di Hooke (Kelly 2015)

$$\sigma = E \cdot \varepsilon \tag{2.1}$$

in cui:

- σ rappresenta la sollecitazione imposta;
- E il modulo elastico del materiale;
- ε la deformazione relativa al tipo di sollecitazione imposta.

Un fluido viene definito Newtoniano se lo sforzo applicato $\sigma(t)$ produce una velocità di deformazione d ϵ /dt linearmente dipendente dallo sforzo per mezzo della viscosità η : la deformazione, a differenza del solido elastico, è irreversibile, quindi non recuperata una volta rimosso il carico (Figura 2.2). Il fluido infatti, alla rimozione del carico, mantiene la sua deformazione massima dissipando il lavoro sotto forma di calore.



Figura 2.2 Rappresentazione della risposta deformativa sotto carico di un fluido ideale (Kelly 2015)

Questo tipo di comportamento viene individuato tramite il modello del dissipatore elementare di Newton (Figura 2.3).



Figura 2.3 Smorzatore viscoso di Newton (Kelly 2015)

L'equazione che rappresenta il modello è la seguente:

$$\tau = \eta \cdot \dot{\gamma} \tag{2.2}$$

in cui:

- τ rappresenta la sollecitazione di taglio imposta;
- η la viscosità del materiale;
- $\dot{\gamma}$ la velocità di deformazione.

Il bitume, come descritto nel Capitolo I, è un materiale termoplastico e viscoelastico, che presenta quindi un comportamento reologico funzione della frequenza di carico, del tempo e della temperatura. La sua legge di comportamento devia quindi dai modelli elementari illustrati, presentando al

contempo una componente elastica ed una viscosa, di intensità variabile in funzione delle condizioni al contorno.

Un materiale viscoelastico presenta, in generale, le seguenti caratteristiche:

- la deformazione aumenta con il tempo quando viene applicato uno sforzo e mantenuto costante (creep);
- lo sforzo diminuisce con il tempo in risposta ad una deformazione applicata costante (rilassamento);
- la rigidezza del materiale è funzione della velocità di applicazione del carico;
- per un carico ciclico si ha un fenomeno di isteresi, ovvero una sovrapposizione tra le curve di carico e quelle di scarico con dissipazione di energia meccanica.

Il fenomeno di creep consiste nell'aumento progressivo di deformazione sotto l'azione di un carico applicato costante.

Si può quindi definire un modulo di cedevolezza per creep, variabile nel tempo, D(t) come il rapporto tra la deformazione ottenuta e il livello di carico applicato:

$$\sigma(t) = \sigma_0 \tag{2.3}$$

$$D(t) = \frac{\varepsilon(t)}{\sigma_0}$$
(2.4)

Se il carico è mantenuto costante si distinguono tre regimi di creep (Figura 2.4):

- creep primario, nel quale la curva assume una concavità verso il basso;
- creep secondario, nel quale la curva presenta un andamento proporzionale tra deformazione e tempo;
- creep terziario, nel quale la deformazione cresce rapidamente sino alla rottura del materiale.



Figura 2.4. Regimi di creep (Hamrang 2016)

Il rilassamento rappresenta il fenomeno duale del creep e consiste nella graduale diminuzione dello sforzo quando il materiale viene sottoposto ad una deformazione costante; viene definito, analogamente al fenomeno di creep, un rapporto tensione-deformazione funzione del tempo, che rappresenta in questo caso il modulo di rilassamento E(t):

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 \tag{2.5}$$

$$E(t) = \frac{\sigma(t)}{\varepsilon_0}$$
(2.6)

La viscoelasticità denota quindi la coesistenza in un materiale di proprietà elastiche e viscose.

Particolare attenzione è stata dedicata allo studio della viscoelasticità lineare. Si tratta di un'approssimazione che vale per limitate variazioni di deformazione, ma che consente di caratterizzare il materiale attraverso dei modelli di comportamento viscoelastici lineari; inoltre, attraverso l'analisi in campo viscoelastico lineare, si possono sviluppare tutte le teorie di non linearità. Il comportamento viscoelastico lineare viene descritto da equazioni differenziali lineari nella seguente forma:

$$\begin{pmatrix} 1 + \alpha_1 \frac{\partial}{\partial t} + \alpha_2 \frac{\partial^2}{\partial t^2} + \dots + \alpha_n \frac{\partial^n}{\partial t^n} \end{pmatrix} \sigma$$

$$= \left(1 + \beta_1 \frac{\partial}{\partial t} + \beta_2 \frac{\partial^2}{\partial t^2} + \dots + \beta_m \frac{\partial^m}{\partial t^m} \right) \gamma$$

$$(2.7)$$

in cui:

• n=m (oppure n=m-1). (Enciclopedia Treccani 1962)

Nell'equazione 2.7 si può notare che i coefficienti delle derivate rispetto al tempo sono costanti; questi rappresentano parametri del materiale come ad esempio il coefficiente di viscosità o il modulo di elasticità.

I materiali viscoelastici, in sintesi, presentano una linearità di comportamento per bassi valori di deformazioni applicate, per i quali il materiale rimane nella regione viscoelastica lineare (LVE); quando l'intensità delle deformazioni applicate supera un valore critico il materiale non segue un comportamento viscoelastico lineare. (Behzadfar and Hatzikiriakos 2013)

2.1.1. Caratteristiche reologiche e determinazione della zona di viscoelasticità lineare

Il comportamento reologico del bitume viene descritto in modo completo attraverso due caratteristiche: il modulo complesso G^{*} e l'angolo di fase δ .

Il modulo complesso G^{*} definisce la risposta del materiale ad una sollecitazione in campo oscillatorio, per una determinata temperatura; viene definito nell'Equazione 2.8 e può essere rappresentato nel piano complesso, secondo le relazioni 2.9-2.12 (Figura 2.6):

$$G^* = \frac{\tau_0}{\gamma_0} \tag{2.8}$$

in cui:

41

• τ_0 e γ_0 rappresentano le ampiezze delle onde, rispettivamente di tensione e deformazione, in valore assoluto.

$$G^* = G' + iG''$$
(2.9)

$$G' = G^* \cdot \cos\delta \tag{2.10}$$

$$G'' = G^* \cdot \sin\delta \tag{2.11}$$

$$|G^*| = \sqrt{G'^2 + G''^2} \tag{2.12}$$

Dal punto di vista del significato reologico, G' (*storage modulus*) rappresenta la componente elastica del modulo complesso (componente conservativa), mentre G'' (*loss modulus*) rappresenta la componente viscosa (componente dissipativa).



Figura 2.5 . Rappresentazione di G* sul piano complesso (Malvern Instruments 2016)

L'angolo di fase rappresenta, invece, lo sfasamento tra la curva della forzante e la curva della risposta deformativa, come indicato in Figura 2.6. Sul piano complesso viene indicato come l'angolo tra il modulo complesso G* e l'asse dei reali (Figura 2.5).



Figura 2.6 . Rappresentazione della risposta deformativa in condizioni di carico oscillatorio (Malvern Instruments 2016)

L'angolo di fase costituisce a livello fisico il grado di elasticità del materiale: per un materiale elastico non vi è sfasamento temporale della risposta, ovvero la risposta deformativa è in fase con il carico applicato (δ =0, G'=G* e G''=0); per un materiale perfettamente viscoso vi è, al contrario, lo sfasamento massimo, ovvero la risposta deformativa risulta essere in opposizione di fase (δ =90°, G'=0 e G''=G*).

La regione di viscoelasticità lineare può essere determinata applicando al materiale, per una data temperatura, delle deformazioni sempre crescenti e misurando il corrispettivo modulo complesso: si definisce il limite della regione viscoelastica lineare attraverso una deformazione limite, ovvero la deformazione per la quale il modulo complesso viene ridotto del 5% (Figura 2.7).



La regione di viscoelasticità lineare si può determinare tramite formule sperimentali nel caso in cui non si disponga di prove di laboratorio; la normativa prevede in questo caso di assumere come valore limite di deformazione quella corrispondente al 20% del valore ricavato tramite la formula empirica. È stato però osservato che queste formulazioni non si adattano particolarmente bene per misure alle basse temperature.

Nel caso in cui il reometro sia a controllo di tensione, l'espressione è la seguente:

$$\tau = 0.12 \cdot (G^*)^{0.71} \tag{2.13}$$

in cui:

- τ è la tensione in taglio [kPa];
- *G** rappresenta il modulo complesso [kPa].

Per un reometro in controllo di deformazione si avrà invece:

$$\gamma = 12/(G^*)^{0,29} \tag{2.14}$$

in cui:

• *γ* rappresenta la deformazione [%].

Nel corso del Capitolo verrà quindi trattata la modellazione reologica del materiale, rimanendo nell'ambito della viscoelasticità lineare.

2.2. Le curve maestre

Le curve maestre costituiscono le rappresentazioni delle caratteristiche reologiche del materiale, in campo viscoelastico lineare, (G* e δ) su un piano bi-logaritmico in funzione della frequenza, ad una data temperatura di riferimento T₀ scelta arbitrariamente.



Figura 2.8. Curva maestra di G*e δ (Yusoff, Shaw, and Airey 2011)

La Figura 2.8 mostra un andamento qualitativo della curva maestra, sia per quanto riguarda il modulo complesso, sia per l'angolo di fase: la curva presenta un asintoto orizzontale (asintoto vetroso) che rappresenta una risposta indipendente dal tempo, tipico di un comportamento di tipo elastico, ed un asintoto obliquo (asintoto viscoso, inclinato di 45°) che rappresenta un comportamento di fluido viscoso.

Per una T fissata quindi, la risposta del materiale varia da solido elastico a fluido viscoso in funzione della frequenza.

Il termine ω_c rappresenta la frequenza di cross over, ovvero la frequenza di passaggio da un comportamento prevalentemente viscoso ad un comportamento prevalentemente elastico; viene individuata tramite il punto di intersezione dei due asintoti.

La costruzione della curva maestra del bitume viene effettuata attraverso una modellazione dei dati sperimentali; l'analisi può essere affrontata attraverso dei modelli analogici di comportamento (composizione dei due modelli analogici elementari: molla e dissipatore) o utilizzando formulazioni analitiche. Entrambe le vie di modellazione delle caratteristiche reologiche descrivono il comportamento del materiale in ambito viscoelastico lineare e si avvalgono quindi del principio di equivalenza tempo-temperature (*Time-temperature superposition principle* TTSP).

2.2.1. Principio di equivalenza tempo-temperatura

Il lavoro condotto in numerose ricerche sperimentali ha portato all'evidenza di una relazione tra la frequenza e la temperatura (o in modo analogo tra la temperatura e il tempo di carico). Il principio risulta essere valido in campo viscoelastico lineare (LVE) e prevede che, le misure effettuate in un fissato range di frequenze a diverse temperature, possano essere riportate ad una temperatura di riferimento tramite un fattore di traslazione orizzontale, funzione della temperatura, chiamato *shift factor*. Si può in questo modo costruire per una data temperatura una curva continua in grado di descrivere le proprietà del materiale in un completo range di frequenze.

Le proprietà, modellate tramite lo shift factor, verranno in questo modo descritte non più in funzione della frequenza, ma in funzione di una frequenza ridotta, analiticamente rappresentata dal prodotto tra la frequenza e lo shift factor.

La temperatura di riferimento, indicata in letteratura come T_0 , viene selezionata in funzione della temperatura di prova o in modo arbitrario.



Figura 2.9 Costruzione della curva maestra tramite il principio di equivalenza (Subhy 2017)

Il fattore di traslazione orizzontale viene ricavato tramite diversi modelli empirici che ne descrivono l'andamento in funzione della temperatura, oppure in modo manuale per ogni temperatura.

Nella Tabella 2.1 vengono indicate alcune differenti interpolazioni suggerite per il fattore di shift, indicandone la bibliografia di riferimento.

Metodo	Riferimento
Shift manuale	(Medani and Huurman 2003)
William, Landel and Ferry (WLF)	(Attane 2000)
Arrhenius	(Blasl et al. 2017)
Log- linear	(Huang 2004)

Tabella 2-1 Differenti metodi empirici di interpolazione dello shift factor

Il principio di equivalenza risulta perdere di validità in presenza di cambiamenti di fase, in bitumi con alta presenza di asfalteni o per i bitumi modificati con un'elevata percentuale di additivi. (Chailleux et al. 2017)

2.3. Modelli analogici viscoelastici

Nell'ambito della teoria della viscoelasticità lineare, si possono individuare dei modelli analogici in grado di descrivere il comportamento del materiale. Poiché un materiale viscoelastico presenta caratteristiche elastiche e viscose, i relativi modelli meccanici vengono descritti tramite composizione dei due modelli elementari: la molla di Hooke e lo smorzatore viscoso di Newton.

2.3.1. Modello di Maxwell (Liquid-Like)

Il modello di Maxwell è un sistema composto da una molla di Hooke ed uno smorzatore viscoso collegati in serie (Figura 2.10). Questo tipo di configurazione comporta che, il carico che agisce sulla molla, risulta essere lo stesso di quello agente sul dissipatore, quindi, per ragioni di continuità, la deformazione totale del sistema viene definita come la somma della deformazione dei due elementi.

La legge costitutiva che ne deriva viene indicata nell'equazione 2.15.



Figura 2.10. Rappresentazione del modello di Maxwell (Aflaki and Hajikarimi 2012)

$$\gamma(t) = \left(\frac{1}{G} + \frac{t}{\eta}\right) \cdot \tau \tag{2.15}$$

in cui:

• $\gamma(t)$ rappresenta la deformazione totale al tempo t;

48

- G il modulo di taglio del materiale;
- η la viscosità del materiale;
- τ la sollecitazione di taglio imposta.

2.3.2. Modello di Kelvin-Voigt (Solid-Like)

Il modello di Kelvin-Voigt è composto da una molla di Hooke e un dissipatore, questa volta collegati in parallelo (Figura 2.11).

Poiché i due elementi sono combinati in parallelo, dovranno presentare pari deformazione, ricavata sommando le tensioni.

Il comportamento viene descritto analiticamente tramite l'Equazione 2.16.



Figura 2.11. a- Rappresentazione del modello di Kelvin-Voigt (Aflaki and Hajikarimi 2012) b-Rappresentazione della risposta deformativa del modello (Kelly 2015)

$$\gamma(t) = \gamma_0 \left[1 - e^{\left(-\frac{t}{\lambda} \right)} \right]$$
(2.16)

in cui:

- $\gamma(t)$ rappresenta la deformazione totale al tempo t;
- γ₀ costituisce la deformazione elastica della molla alla quale il sistema tende;

- $\lambda = \eta/G^3$ rappresenta il tempo di rilassamento.
- τ la sollecitazione di taglio imposta.

2.3.3. Modello di Burger

Il modello di Burger è un modello a 4 parametri, poiché è composto da un sistema molla-dissipatore in serie combinato con un sistema molla-dissipatore in parallelo (Figura 2.12).



Figura 2.12. Rappresentazione del modello di Burger (Aflaki and Hajikarimi 2012)

La sua formulazione analitica è indicata nel modo seguente:

$$\gamma(t) = \underbrace{\frac{\tau}{G_0} + \frac{\tau}{\eta_0} \cdot (t - t_0)}_{Sistema in serie} + \underbrace{\frac{\tau}{G_1} \left[e^{\left(- \frac{t - t_0}{\lambda_0} \right)} \right]}_{Sistema in paralleo}$$
(2.17)

Si possono quindi valutare le deformazioni nel tempo tramite un diagramma tempo-deformazioni, come riportato in Figura 2.13.

³ Si può notare tramite analisi dimensionale che λ rappresenta effettivamente un tempo.



Figura 2.13. Evoluzione delle deformazioni nel tempo nel modello di Burger (Aflaki and Hajikarimi 2012)

La Figura 2.13 presenta una deformazione elastica istantanea, ε_E , dovuta all'applicazione della sollecitazione τ nel tempo t_0 : nel momento di applicazione del carico la molla reagisce deformandosi della quantità ε_E , recuperata istantaneamente al termine del tempo di carico.

La quota parte di deformazione elastica smorzata dal sistema in parallelo viene indicata come ε_{DE} (elastica ritardata) mentre ε_v rappresenta la deformazione viscosa non recuperata.

2.3.4. Modelli generalizzati

Componendo i modelli semplici descritti nel paragrafo possono essere composti molteplici modelli di comportamento generalizzati, tramite i quali può essere descritto il comportamento del materiale.

Tra i modelli complessi più frequentemente utilizzati si collocano il modello generalizzato di Maxwell e il modello generalizzato di Kelvin-Voigt (Figura 2.14).



Figura 2.14. Modelli viscoelastici generalizzati (Kelly 2015)

Il modello generalizzato di Maxwell consiste in N differenti unità di Maxwell combinate in parallelo, ciascuna con differenti parametri caratteristici.

La catena di Kelvin, invece, presenta N unità di Kelvin collegate in serie.

La molla isolata in entrambi i modelli viene omessa in caso in cui il materiale presenti un comportamento di tipo fluido, viceversa viene omesso il dissipatore isolato.

Risulta importante sottolineare che il modello generalizzato di Maxwell è alla base della determinazione del modulo di rilassamento ai fini dell'analisi viscoelastica effettuata nel progetto di tesi: il modulo di rilassamento viene definito tramite una serie numerica ricavata dal sistema di elementi in serie, chiamata serie di Prony. Il modulo di rilassamento ricavato qd ogni step di calcolo viene quindi implementato nel calcolo delle pseudo-deformazioni, come illustrato in seguito nel Capitolo V.

Il modello che meglio descrive il comportamento del materiale non è univoco, ma va selezionato opportunamente in funzione della tipologia di bitume e della temperatura.

2.4. Modelli analitici di curva maestra

I modelli matematici empirici per caratterizzare le curve maestre del bitume proposte in letteratura sono molteplici.

In generale, la calibrazione dei parametri di modello viene fatta minimizzando gli scarti tra il modello analitico e i dati sperimentali, attraverso due metodi. (Blasl et al. 2017)

Il primo metodo è quello dei minimi quadrati (*Least square* LS), espresso nel modo seguente:

$$LS = \sum_{i=1}^{n} (y_i - f(x_i, p))^2$$
(2.18)

in cui:

- (x_i, y_i) con i = 1, 2, ..., n, sono le coordinate dei dati;
- *f*(*x_i*, *p*) è la funzione analitica del modello, i cui parametri sono rappresentati dal vettore p.

Il secondo metodo consiste invece nel minimizzare l'errore assoluto (Least Absolute Relative Error, LARE), espresso nel seguente modo:

$$LARE = \sum_{i=1}^{n} \left\{ \left| \frac{y_i - f(x_i, p)}{y_i} \right| + \left| \frac{y_i - f(x_i, p)}{f(x_i, p)} \right| \right\}$$
(2.19)

Si procede quindi ad illustrare i modelli analitici più utilizzati per la modellazione del comportamento reologico del bitume. (Yusoff, Airey, and Hainin 2010; Yusoff, Shaw, and Airey 2011)

2.4.1. Modello di Jongepier e Kuilman

Jongepier e Kuilman hanno sviluppato un modello algebrico empirico basato sull'assunzione che lo spettro di rilassamento possa essere approssimato tramite una funzione log-normale. Lo spettro di rilassamento viene ricavato sperimentalmente attraverso il reometro di Weissenberg (temperatura compresa tra -20°C e 160°C ed intervallo di frequenza da $3 \cdot 10^{-3}$ a 32 rad/s).

Questo approccio prevede la risoluzione di integrali per via numerica, essendo esso espresso tramite una serie di equazione di elevata complessità.

La frequenza ridotta viene espressa attraverso una frequenza adimensionale relativa:

$$\omega_r = \frac{\omega \eta_0}{G_g} \tag{2.20}$$

in cui:

- ω_r è la frequenza ridotta in rad/s;
- η_0 è la viscosità zero shear espressa in Pa s;
- G_a è il modulo di transizione vetrosa in Pa.

La distribuzione logaritmica di tipo log-normale, si presenta invece nel seguente modo:

$$H(\tau) = \frac{G_g}{\beta \sqrt{\pi}} \exp \left[-\frac{\ln \tau / \tau_m}{\beta}\right]^2$$
(2.21)

in cui:

- $H(\tau)$ è lo spettro di rilassamento;
- τ è il tempo di rilassamento in secondi;

- τ_mè una costante di tempo che determina la posizione della curva di rilassamento in funzione del tempo di rilassamento ad una determinata temperatura;
- β è un parametro che dipende dal tipo di bitume.

Il modulo di transizione vetrosa viene definito come:

$$G_g = \int_{-\infty}^{\infty} H(\tau) \, dln\tau \tag{2.22}$$

E il parametro τ_m come:

$$\tau_m = \frac{\eta_0}{G_g} exp\left(\frac{\beta^2}{4}\right) \tag{2.23}$$

Il modello viene così definito tramite le seguenti equazioni:

$$G'(x) = \frac{G_g}{\beta\sqrt{\pi}} \exp\left\{-\frac{\beta(x-1/2)}{2}\right\}^2 \cdot \int_0^\infty exp - \left(\frac{u}{\beta}\right)^2 \cdot \frac{\cosh(x+1/2)u}{\cosh u} du$$
(2.24)

$$G''(x) = \frac{G_g}{\beta\sqrt{\pi}} \exp\left\{-\frac{\beta(x-1/2)}{2}\right\}^2 \cdot \int_0^\infty exp - \left(\frac{u}{\beta}\right)^2$$

$$\cdot \frac{\cosh(x-1/2)u}{\cosh u} du$$
(2.25)

Il rapporto tra G' e G" rappresenta, in questo modo, la tangente dell'angolo di fase.

La funzione utilizzata per l'interpolazione dello shift factor è quella WLF. Il metodo presenta, però, degli aspetti svantaggiosi: in aggiunta alle difficoltà di calcolo del modello e alle problematiche di determinazione dello spettro di rilassamento tramite prove sperimentali, questo mostra delle incompatibilità per alcuni bitumi (quelli che presentano un parametro β elevato oppure molto piccolo).

2.4.2. Modello di Christensen e Anderson (CA)

Il modello CA fu sviluppato durante il programma SHRP, effettuando analisi in campo oscillatorio su otto bitumi SHRP.

Il modello prevede la definizione di quattro parametri primari: il modulo di transizione vetrosa G_g , η_{ss} ovvero la viscosità allo stato stazionario, la frequenza di cross-over ω_c e l'indice reologico R (Figura 2.15).



Figura 2.15 Definizione del CA (Yusoff, Shaw, and Airey 2011)

Le equazioni del modello sono le seguenti:

$$|G^*| = G_g \left[1 + \left(\frac{\omega_c}{\omega}\right)^{\frac{\log 2}{R}} \right]^{-\frac{R}{\log 2}}$$
(2.26)

$$\delta = \frac{90}{\left[1 + \left(\frac{\omega}{\omega_c}\right)^{\frac{\log 2}{R}}\right]}$$
(2.27)

Il modello non è raccomandato per temperature e frequenze in cui l'angolo di fase risulta essere prossimo ai 90°, come si può vedere dalla Figura 2.15b; inoltre esso non si presta per la determinazione del comportamento viscoelastico lineare dei bitumi modificati.



Figura 2.16. Modellazione utilizzando il CA (Yusoff, Shaw, and Airey 2011)

2.4.3. Modello di Christensen, Anderson e Marasteanu (CAM)

Marastenu e Anderson hanno sviluppato un ulteriore modello, modificando il modello CA, con lo scopo di migliorare le problematiche riscontrate nel CA. Il modello prevede l'introduzione di un ulteriore parametro m nelle equazioni che descrivono le curve maestre:

$$|G^*| = G_g \left[1 + \left(\frac{\omega_c}{\omega}\right)^{\frac{\log 2}{R}} \right]^{-\frac{mR}{\log 2}}$$
(2.28)

$$\delta = \frac{90m_e}{\left[1 + \left(\frac{\omega}{\omega_c}\right)^{\frac{\log 2}{R}}\right]}$$
(2.29)

Il parametro m definisce la velocità di convergenza del modulo complesso ai due asintoti (asintoto obliquo e asintoto orizzontale) quando la frequenza tende a zero o ad infinito.

Il modello è stato testato su 38 bitumi, modificati e non, ed ha mostrato un migliore grado di precisione rispetto al CA ma sono state comunque riscontrate delle imprecisioni di modellazione per quanto riguarda temperature molto alte (Figura 2.16) e per bitumi dal comportamento termo-reologico complesso.



Figura 2.17. Modellazione utilizzando il CAM (Yusoff, Shaw, and Airey 2011)

2.4.4. Modello di Christensen, Anderson e Marasteanu modificato

Zeng et al., sulla base del CAM, hanno sviluppato un modello empirico algebrico (CAM generalizzato) per caratterizzare bitumi modificati e conglomerati. L'equazione del modulo complesso si basa su quella del modello CAM:

$$|G^*| = G_e + \frac{G_g - G_e}{\left[1 + \left(\frac{f_c}{f'}\right)^k\right]^{\frac{m_e}{k}}}$$
(2.30)

in cui:

- *G_e* rappresenta il modulo complesso per f che tende a zero (nullo per i bitumi);
- G_q rappresenta il modulo complesso per f che tende ad infinito;
- *f_c* è un parametro di modello avente dimensioni di una frequenza (equivalente alla frequenza di cross-over del CA e del CAM;
- f' rappresenta la frequenza ridotta;
- k ed me sono dei parametri di forma della curva adimensionali.

I due moduli, $G_e \in G_g$, rappresentano i due asintoti orizzontali (rispettivamente quando la frequenza tende a zero e ad infinito); il terso asintoto viene invece descritto tramite la sua pendenza m_e (Figura 2.17).

L'asintoto G_g intercetta l'asintoto obliquo alla frequenza f_c ; mentre l'intersezione tra l'asintoto obliquo e l'asintoto G_e si ha per una frequenza f_c' , definita come:

$$f_c' = f_c \left(\frac{G_e}{G_g}\right)^{\frac{1}{m_e}}$$
(2.31)

Questa frequenza risulta ovviamente nulla in caso di bitumi. L'indice reologico viene definito in generale come:

$$R = \log \frac{2^{m_e/k}}{1 + (2^{m_e/k} - 1)^{G_e} / G_g}$$
(2.32)

Nel caso si tratti dei bitumi:

$$R = \frac{m_e}{k} \log 2 \tag{2.33}$$

La distanza R' tra il modulo complesso G* alla frequenza $f_c e G_e e dato dalla seguente relazione:$

$$R' = \left\{ 1 + \left(\frac{G_g}{G_e} - 1\right) \cdot \left[1 + \left(\frac{G_g}{G_e}\right)^{k/m_e} \right]^{-m_e/k} \right\}$$
(2.34)

L'angolo di fase viene invece descritto tramite la seguente equazione:

$$\delta = 90I - (90I - \delta_m) \left\{ 1 + \left[\frac{\log (f_d / f')}{R_d} \right]^{-2} \right\}^{m_d/2}$$
(2.35)

in cui:

- *f* ' rappresentala frequenza ridotta;
- *f_d* è un parametro di modello e dimensionalmente può essere ricondotto ad una frequenza;
- δ_m rappresenta il valore dell'angolo di fase nel punto di flesso;
- R_d e m_d sono dei parametri di forma della curva, adimensionali;
- *I* è un coefficiente, mostrato essere uguale a 0 per *f* > *f_d* e uguale ad
 1 per *f* ≤ *f_d* nei bitumi. Nei conglomerati I è sempre nullo.

Zeng, in accordo con molti progetti di ricerca ha utilizzato la funzione WLF per l'interpolazione dello schift factor, suggerendo in aggiunta l'utilizzo dell'equazione di Arrhenius nel caso siano prese in esame temperature prossime o al di sotto di quella di transizione vetrosa.

Il suo studio è stato svolto su 9 bitumi modificati e 36 conglomerati con 4 tipologie di aggregati, ricavando una corrispondenza molto buona tra i valori sperimentali e quelli del modello.



Figura 2.18. Definizione del modello CAM generalizzato (Yusoff, Shaw, and Airey 2011)

2.4.5. Modello di Al-Quadi

Il modello di Al-Quadi è stato proposto allo scopo di modellare il comportamento di bitumi straight-run e bitumi modificati.

Il modello viene descritto tramite le seguenti equazioni:

$$|G^*| = G_g \left[1 - \frac{1}{\left[1 + \left(\frac{\omega}{\omega_0}\right)^\nu \right]^w} \right]$$
(2.36)

$$\delta = \frac{90}{\left[1 + \left(\frac{\omega}{\omega_0}\right)^{\nu}\right]^{-w}}$$
(2.37)

in cui:

- ω_0 rappresentala un parametro di scala;
- *v e w* sono due parametri di modello adimensionali.



Figura 2.19. Confronto tra i dati sperimentali e i dati teorici del modello di Al-Qadi, in termini di modulo complesso ed angolo di fase (Yusoff, Shaw, and Airey 2011)

Il modello di interpolazione dello shift factor utilizzato è il WLF.

Si evince dallo studio una buona corrispondenza tra i dati sperimentali e quelli predetti dal modello per quanto riguarda il modulo complesso, mentre per quanto riguarda l'angolo di fase la sua applicazione viene limitata ai bitumi non modificati con un errore inferiore al 5% (Figura 2.18).

2.4.6. Modello polinomiale

Il modello polinomiale è stato costruito in origine per la modellazione dei conglomerati, ma la sua applicazione può essere estesa ai bitumi. La costruzione della curva maestra del modulo complesso viene fatta tramite

una semplice formula polinomiale:

$$\log|G^*| = A(\log f)^3 + B(\log f)^2 + C(\log f) + D$$
(2.38)

in cui:

- *f* è la frequenza ridotta;
- A, B e C sono dei parametri di forma della curva;
- *D* è un parametro di scala.

Il modello trova buona corrispondenza generalmente per basse (o moderate) temperature ma questo non risulta essere sufficiente per la descrizione completa della curva maestra, poiché il modello non prende in considerazione l'angolo di fase.

2.4.7. Modello sigmoidale

Il modello sigmoidale è stato sviluppato nel contesto del National Cooperative Highway Research Program (NCHRP) Project A-37A. Matematicamente il modello viene descritto nel modo seguente:

$$\log|G^*| = \nu + \frac{\alpha}{1 + e^{\beta + \gamma \{\log(\omega)\}}}$$
(2.39)

in cui:

- ω è la frequenza ridotta;
- ν è l'asintoto inferiore;
- α è la differenza tra l'asintoto superiore e quello inferiore;
- $\beta e \gamma$ sono dei parametri di forma della curva



Figura 2.20. Descrizione dei parametri del modello sigmoidale (Yusoff, Shaw, and Airey 2011)

Come il modello polinomiale, anche questo modello non comprende l'angolo di fase.

Successivamente è stata proposta una versione modificata da Bonaquist e Christensen che prevede l'introduzione del valore limite del modulo complesso, indicato come "Max" nell'equazione seguente:

$$\log|G^*| = \nu + \frac{Max - \nu}{1 + e^{\beta + \gamma \{\log(\omega)\}}}$$
(2.40)

2.4.8. Modello di costruzione della curva maestra LCPC

Chailleux et al. (Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, LCPC) hanno adattato un modello empirico algebrico basato sul precedente lavoro di Booij e Thoone per la costruzione delle curve maestre.

La relazione integrale che lega la parte reale con la parte immaginaria è conosciuta come relazione di Kramers-Kronig.

Booij e Thoone hanno condotto precedentemente un'indagine sperimentale su un campione di polivinilacetato, effettuando misure in campo oscillatorio per 5 livelli di frequenza e di temperatura e producendo le curve di G' e G" in funzione della frequenza. Le curve sono state modellate alla temperatura di riferimento di 34, 85°C utilizzando il principio di sovrapposizione tempotemperatura.

L'approssimazione fatta in seguito tramite il modello di Kramers-Konig produce quindi le seguenti relazioni:

$$\log|G^*(\omega)| - \log|G^*(\infty)| = -\frac{2}{\pi} \int_0^\infty \frac{u \cdot \delta(u) - \omega \cdot \delta(\omega)}{u^2 - \omega^2} du$$
(2.41)

$$\delta = \frac{2\omega}{\pi} \int_0^\infty \frac{\log|G^*(u)| - \log|G^*(\omega)|}{u^2 - \omega^2} du$$
(2.42)

in cui u rappresenta la variabile di integrazione.

L'equazione dell'angolo di fase diventa quindi:

$$\delta = \frac{\pi}{2} \cdot \frac{d\log|G^*|}{d\log\omega} \tag{2.43}$$

La funzione di interpolazione dello shift factor utilizzata da Chailleux è la seguente:

$$\log a(T_i, T_0) = \sum_{j=i}^{j=ref} \frac{\log |G_{(Tj)}^*| - \log |G_{(Tj+1)}^*|}{\delta_{avr}^{(Tj,Tj+1)}}$$
(2.44)

in cui:

• δ_{avr} è la media degli angoli di fase misurati in $\omega_j e \omega_{j+1}$;

Il modello è stato applicato per tre bitumi non modificati, un bitume modificato con SBS e due conglomerati presentando una buona corrispondenza con i dati sperimentali.

2.4.9. Nuovo modello di predizione del modulo complesso e dell'angolo di fase

Bari e Witczac hanno sviluppato un modello di comportamento per il modulo complesso e l'angolo di fase dei bitumi sulla base di un database di dati riferiti a 41 differenti bitumi, modificati e non.

Il modello si presenta nella forma seguente:

$$|G^*| = 0.0051 f_s \eta_{fs,T}(sin\delta)7,1542 - 0.4929 f_s + 0.0211 f_s^2$$
(<1 GPa)
(2.45)

$$\delta = 90 + (b_1 + b_2 VTS') \cdot \log(f_s \cdot \eta_{fs,T}) + (b_3 + b_4 VTS') \\ \cdot \left\{ \log(f_s, \eta_{fs,T}) \right\}^2$$
(2.46)

in cui:

- *f_s* è la frequenza di carico in Hz;
- η_{fs,T} è la viscosità del bitume (cP), funzione della frequenza di carico e della temperatura;
- δ è l'angolo di fase espresso in gradi;
- $VTS' = 0.9699 f_s^{-0.0575} \cdot VTS;$
- *b*₁, *b*₂, *b*₃, *b*₄ sono dei parametri di modello che variano in funzione del tipo di bitume.

Il modello ha mostrato una buona corrispondenza con i dati sperimentali: in generale, è risultato migliore nella descrizione del comportamento dei bitumi non modificati, rispetto a quelli modificati.

2.5. Black diagrams

I Black Diagrams sono dei diagrammi che presentano in ordinate il modulo complesso in forma logaritmica e in ascissa l'angolo di fase.

La frequenza e la temperatura vengono eliminate dalla rappresentazione in modo da presentare in un unico grafico le proprietà reologiche in modo completo.

Una curva continua sul piano di Black sta ad indicare la validità del principio di equivalenza tempo-temperatura, viceversa una curva che presenta discontinuità rappresenta un materiale per il quale il principio non ha validità.

In altre parole, tramite i diagrammi di Black si possono rilevare sia inconsistenze reologiche nei dati sperimentali, sia la presenza di materiali che non presentano un comportamento termo-reologico semplice, per i quali non possono essere applicate le tecniche canoniche di analisi.

La costruzione del diagramma non prevede nessuna analisi a priori dei dati reologici poiché necessita esclusivamente dei dati sperimentali; per questo motivo risulta un rapido, robusto ed efficace strumento di valutazione preliminare dei risultati delle prove di laboratorio.

Al fine di illustrare le modalità di valutazione dei diagrammi di Black, si riportano di seguito i risultati sperimentali della ricerca di G.D. Airey, Nottingham Centre for Pavement Engineering. (Airey 2002)

In primo luogo viene mostrato come il diagramma di Black sia in grado di evidenziare degli errori nella scelta della configurazione di prova.

Per valutare l'influenza della geometria di indagine scelta, sono state svolte delle prove al DSR, a differenti temperature e frequenze utilizzando sia il piatto da 25mm che quello da 8mm.

La valutazione effettuata con il piatto da 8mm prevede un gap di 2mm ed indaga un range di temperature che va da 10°C a 35°, mentre quello da 25mm è stato usato per temperature da 25°C a 75°C, con un gap di 1mm.

Le frequenze di prova in entrambi i casi vanno da 0,01 Hz a 15Hz.



Figura 2.21. Rappresentazione delle caratteristiche reologiche del materiale in funzione della frequenza (Airey 2002)

La Figura 2.21 mostra un'evidente discrepanza tra le misure effettuate con il piatto da 8mm e quelle fatte con il piatto da 25mm alle temperature di 25°C e 35°C, specialmente per le alte frequenze. Il piatto da 25mm comporta una sovrastima del grado di elasticità rispetto al piatto da 8mm (valori dell'angolo di fase misurato inferiori), e la raffigurazione isotermica in funzione della frequenza non rappresenta una soluzione robusta per definire la configurazione di prova corretta.

La Figura 2.21 mostra la rappresentazione dei dati sperimentali sul diagramma di Black; si può notare una separazione dei dati reologici provenienti dalle due configurazioni di prova per valori di G* maggiori di 5x105 Pa.



Figura 2.22. Black diagram per le due differenti configurazioni di prova (Airey 2002)

La geometria con il piatto da 25mm presenta un limite superiore del modulo complesso pari a circa $5x10^6$ Pa, che risulta considerabilmente inferiore rispetto al valore del modulo di transizione vetrosa (circa uguale a $2x10^9$ Pa), correttamente identificato dal piatto da 8mm.

Il punto in cui le due curve differiscono è identificato corrispondere ad un modulo complesso compreso tra 10^5 e 10^6 Pa.

È stato in conclusione identificato che, per la caratterizzazione del materiale, è opportuno utilizzare entrambe le configurazioni di prova, mantenendo come zona di transizione quella di modulo complesso compreso tra 10⁵ e 10⁶ Pa.

In aggiunta, i Black Diagrams, possono fornire uno strumento di identificazione del comportamento non lineare del materiale.

In campo viscoelastico lineare, la legge costitutiva del materiale è influenzata dalla temperatura e dal tempo ma non dall'intensità di tensione, o deformazione applicata.

Gli effetti della non linearità vengono valutati tramite delle prove di *stress sweep* (o *strain sweep*), ad una determinata temperatura e frequenza, con il DSR.

I risultati della prova vengono mostrati in Figura 2.22; i risultati della nonlinearità comportano una riduzione del modulo complesso ed un incremento dell'angolo di fase.



Figura 2.23. Rappresentazione dei dati della stress sweep, in termini di modulo complesso e angolo di fase (Airey 2002)

Gli effetti della non-linearità comportano la non validità del principio tempotemperatura, generando delle curve maestre discontinue (Figura 2.24); la discrepanza tra le curve è generata, come detto in precedenza, da un effetto combinato di decremento del modulo complesso ed incremento dell'angolo di fase.



Figura 2.24. Curva maestra alla temperatura di riferimento di 40°C per prove al DSR effettuate per bassi ed alti valori di strain (Airey 2002)

Attraverso la rappresentazione sul piano di Black, viene subito valutato il comportamento non lineare; come si può notare dalla Figura 2.25, il diagramma mostra in modo evidente una divergenza tra la curva riferita alle prove con basse deformazioni e quella delle prove ad alte deformazioni.



Figura 2.25. Black Diagram per test al DSR effettuati in campo viscoelastico lineare (basse strain) e in campo viscoelastico non lineare (alte strain) (Airey 2002)

In conclusione quindi, come dimostrato attraverso questi due esempi, il diagramma di Black costituisce uno strumento di prima valutazione dei dati reologici sperimentali robusto ed immediato.

2.6. Piano Cole-Cole

Il piano di Cole-Cole, insieme al piano di Black, risulta essere un altro strumento di prima valutazione dei dati reologici sperimentali, in quanto anche la sua costruzione è basata esclusivamente sui dati sperimentali senza nessuna elaborazione preliminare.

Il piano di Cole-Cole è una rappresentazione grafica del modulo complesso e prevede la costruzione di un diagramma che ha in ascissa G' e in ordinata G'' (Figura 2.26).

Gli assi in questo caso non sono costruiti in scala logaritmica, e questo comporta una non buona visibilità dei dati prossimi allo zero, ma anche una facile individuazione di eventuali piccoli errori nei dati.

Il piano di Cole-Cole si mostra molto utile in particolar modo quando le prove al DSR prevedono diversi livelli di temperature e andrebbe accoppiato al piano di Black per la valutazione preliminare della consistenza dei dati reologici.

Inoltre, il punto di picco osservato nella curva viene associato alla temperatura di transizione vetrosa.



Figura 2.26. Piano di Cole-Cole per bitume AAD1 (SHRP Program) (Carret et al. 2015)

2.7. Sistemi di classificazione

Il complesso comportamento reologico dei leganti bituminosi ha determinato la necessità di definire dei sistemi di classificazione ai fini progettuali in grado di svincolare la caratterizzazione del materiale dall'empirismo delle prove sperimentali.
Un sistema di classificazione empirico è stato sviluppato a questo scopo.

Poiché l'entità dei carichi ai quali le pavimentazioni moderne sono sottoposte è in continuo aumento, la classificazione di tipo empirico è diventata insufficiente per la valutazione del corretto legante da utilizzare per la pavimentazione.

Un approccio progettuale di tipo prescrittivo manifesta il limite di non essere in grado di legare le proprietà fisiche del legante con la sua prestazione ingegneristica.

È stato così introdotto un approccio di tipo prestazionale, tramite l'osservazione dei principali fenomeni di degrado delle pavimentazioni e la loro correlazione con misure di tipo reologico.

2.7.1. Sistema di classificazione empirico

Questo sistema di classificazione si basa su un sistema di prove di tipo empirico che misurano grandezze non convenzionali, tramite un'impostazione prescrittiva. Ha il vantaggio di essere un metodo di rapida e semplice esecuzione, che sfrutta tecnologie di laboratorio a basso costo; il suo uso risulta consolidato per i bitumi tradizionali mentre presenta delle inadeguatezze per i bitumi innovativi.

I bitumi vengono individuati secondo classi di prescrizione in base alle caratteristiche empiriche e scelto in funzione dei diversi casi applicativi (esempio riportato in Figura 2.27).

	Bituni semisolidi per usi stradali											
Caratteristiche	B 40/50	B 50/70	B 80/100	В 130/150	B 180/220							
	40.50	50.70	80-100	130-150	180-220							
Penetrazione a 25ºC: dmin	40-30	30-70	30-100	150-150	100-110							
Punto di rammollimento (palla e anello)	51-60	47-56	44-49	4045	35-42							
Punto di rottura (Fraass), massimo . °C	6	—7	10		-14							
Duttilità a 25 °C, minima cm	70	80	100	100	100							
Solubilità in solventi organici, mi- nima	99	99	99	9 9	99							
Perdita per riscaldamento (volatilità):												
a 163 °C, massima %		-	0,5	1	1							
a 200 °C, massima %	0,5	0,5	-	-								
Penetrazione a 25 °C del residuo della prova di volatilità: valore espresso in percentuale di quello del bitume originario, minimo %	60	60	60	60	60							
Punto di rottura del residuo della prova di volatilità, massimo °C	1	5	7	— 9	-11							
Contenuto di paraffina, massimo . %	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5							
Densità a 25/25 °C	1,00-1,10	1,00-1,10	1,00-1,07	1,00-1,07	1,00-1,07							
Nella presente norma viene applicato il Sistema internazionale di unità (SI) - ved. Norma CNR-UNI 10003-74. In particolare, lo stesso numero che esprime il peso nel Sistema Tecnico, prima in uso, esprime la massa nel Sistema SI.												

Figura 2.27 Specifiche CNR

Le metodologie di prova vengono descritte di seguito in via sintetica.

La **prova di penetrazione** è una misura della consistenza del bitume alle alte temperature e consente di classificare il materiale in classi di penetrazione.

La prova viene effettuata tramite un penetrometro (manuale o automatico) alla temperatura di 25°C (Figura 2.28).

La prova viene eseguita facendo penetrare all'interno di un campione, colato in un contenitore cilindrico di dimensioni standard, un ago, inserito all'interno di un alberino. L'ago, inizialmente appoggiato sulla superficie del campione, viene sganciato dal supporto e lasciato penetrare per gravità (carico complessivo alla punta= peso proprio punta+ alberino + massa zavorrante = 100g). La punta viene lasciata penetrare per 5 secondi, dopo i quali viene misurato l'affondamento in dmm. Una bassa penetrazione caratterizza quindi bitumi ad alta consistenza.



Figura 2.28. Configurazione della prova di penetrazione (Baglieri 2015)

La **prova palla-anello** è una prova di rammollimento: vengono inseriti dei dischetti di bitume dentro degli anelli di piccole dimensioni, sui quali viene appoggiata una piccola sfera in acciaio del peso di 3,5g; il sistema viene inserito in un bagno termostatico a temperatura pari a 5°C, la quale aumenta con un gradiente di 5°C/min. Quando il materiale raggiunge la sua condizione di rammollimento, la sfera inizia a scendere verso il basso trascinando con sé il bitume; la temperatura corrispondente al contatto tra la sfera e una piastra, distante inizialmente da essa di un pollice (2,45cm), rappresenta la temperatura di palla-anello (temperatura di rammollimento).



Figura 2.29. Configurazione della prova palla-anello (Baglieri 2015)

La **prova Fraass** valuta invece il comportamento del materiale alle basse temperature.

La configurazione di prova prevede la realizzazione di una pellicola di bitume sulla superficie di una piastra rettangolare, tramite la quale viene applicata un'inflessione al materiale: nel corso di un minuto la pellicola di bitume deve passare dalla sua condizione iniziale alla sua condizione di inflessione massima fino a ritornare nella sua condizione iniziale. La temperatura di inizio prova è di 10°C e il gradiente di temperatura è di 1°C/min; la prova termina quando si osserva sul campione la formazione di una fessura e la temperatura corrispondente rappresenta la temperatura di rottura Fraass.



Figura 2.30. Configurazione della prova Fraass (Baglieri 2015)

La **prova di duttilità,** infine, si effettua collocando all'interno di una vasca, alla temperatura di 25°C, 3 campioni di bitume dalla caratteristica forma ad otto; le estremità del provino vengono fissate con dei morsetti che procedono all'allungamento dei campioni (tramite l'estremità mobile) con una velocità di allungamento di 50mm/min.

Viene misurato l'allungamento (ovvero la distanza in cm tra le due teste) nel momento di rottura del campione, la quale rappresenta la duttilità del materiale.



Figura 2.31. Configurazione prova di duttilità (Baglieri 2015)

2.7.2. Sistema di classificazione prestazionale Superpave

La metodologia di indagine proposta dal Superpave (Superior Performing Asphalt Pavements) americano (contestualizzato nello SHRP Program, 1987) abbandona l'approccio prescrittivo, a causa dei limiti del sistema tradizionale nel descrivere il comportamento dei leganti bituminosi. La classificazione si basa sulla valutazione delle differenti cause di degrado delle pavimentazioni stradali e viene effettuata sia sul bitume vergine, che sul bitume invecchiato. L'invecchiamento a breve termine viene simulato tramite il Rolling Thin Film Oven Test RTFOT (AASHTO T240), nel quale il campione subisce per 80 min l'effetto combinato di temperatura (163°C) e di un getto di aria calda; per ottenere in seguito una simulazione dell'invecchiamento a lungo termine, il campione deve essere sottoposto a seguito del RTFOT ad una prova di Pressure Aging Vessel PAV (ASTM D454 – ASTM D572), nel quale subisce l'effetto combinato della temperatura (90, 100, 110°C) e della pressione (200psi) per 20 ore.

Le configurazioni di prova utilizzate nel sistema di classificazione sono schematizzate nella Figura 2.32.



Figura 2.32. Legame tra le apparecchiature di prova e le prestazioni dei leganti (Sangiorgi and Petretto 2004)

Il **viscosimetro rotazionale** è stato utilizzato nel Superpave per la determinazione della viscosità del bitume alle alte temperature (circa pari a 100°C), allo scopo di garantire una sufficiente fluidità del materiale per le operazioni di pompaggio e trasporto.

La viscosità rotazionale viene misurata tramite la registrazione del torcente richiesto al fine di mantenere una velocità di rotazione costante del macchinario; il limite di viscosità imposto è di 3 Pa.s a 135°C.

Il **reometro rotazionale** (*Dynamic Shear Rheometer* DSR) viene indicato nel Superpave per caratterizzare il comportamento viscoelastico linearedel materiale alle alte e intermedie temperature di esercizio, tramite la caratterizzazione in ambito oscillatorio del modulo complesso e dell'angolo di fase.



Figura 2.33. Reometro rotazionale (Malvern Instruments 2016)

Il **BBR** (*Bending Beam Rheometer*) è un macchinario che effettua una prova in regime continuo di flessione e testa le proprietà del materiale alle basse temperature (da -5°C a -40°C). Risulta essere equivalente ad una prova di flessione su tre punti, nel quale il campione viene mantenuto a temperatura costante tramite un bagno termostatico. Il risultato finale è la misura della rigidezza flessionale del provino.



Figura 2.34 Configurazione di prova BBR (Petersen et al. 1994)

Il **DTT** (*Direct Tension Test*) è una prova di trazione diretta tradizionale: viene applicato un carico di trazione crescente al campione, misurando le deformazioni in modo continuo. Il DTT viene usato soltanto per quei leganti che possiedono una rigidezza al BBR compresa tra 300 e 600 MPa, alle temperature di esercizio basse. Il protocollo di prova prevede come risultato la deformazione ultima a rottura alle basse temperature (generalmente nell'intervallo che va da 0°C a -36°C).

La progettazione viene così effettuata classificando i requisiti tramite il Performance Grade: PG XX-YY, nel quale XX sta ad indicare la temperatura massima di progetto della pavimentazione (media mobile su 7 giorni) e YY la temperatura minima di progetto della pavimentazione (media dei valori minimi annuali).

Tramite il Performance Grade si definisce l'intervallo di temperature per il quale il bitume è in grado di soddisfare un set di requisiti minimi, identificati

tramite le prove precedentemente descritte: tutti i bitumi devono soddisfare gli stessi requisiti prestazionali, ciò che cambia è la temperatura alla quale il requisito deve essere soddisfatto (Figura 2.34).

La selezione così del bitume in fase di progetto diventa di tipo prestazionale, poiché deve garantire il soddisfacimento dei requisiti minimi previsti alla temperatura di progetto.

	PG 46-			PG 52-							PG 58-					PG 64-					
GRADE	34	40	46	10	16	22	28	34	40	46	16	22	28	34	40	10	16	22	28	34	40
Average 7-day Maximum Pavement Design Temperature, °C*	<46			<52						<58					<64						
Minimum Pavement Design Temperature, °C*	> -34	> -40	> - 46	> -10	> - 16	> -22	> - 28	> - 34	> - 40	> -46	> = 16	> - 22	> -28	>-34	> - 40	> - 10	>-16	> -22	> - 28	>-34	> -4
ORIGINAL BINDER																					
Flash Point Temp, T48: Minimum °C	230																				
Viscosity, ASTM D4402*: Maximum, 3 Pa*s, Test Temp, *C	135																				
Dynamic Shear, TP5*: G*/sinð, Minimum, 1.00 kPa Test Temp @ 10 rad/s, *C		46	52						58					64							
ROL	LING	з тн	IN F	ILM	ovi	EN (F240)	OR	тн	IN F	ILM	ove	IN R	ESID	UE (T17	9)				
Mass Loss, Maximum, percent											1.00										
Dynamic Shear, TP5: G*/sinő, Minimum, 2.20 kPa Test Temp @ 10 rad/s, *C		46	52						58					64							
		F	RES	SUR	E AG	GING	; ve	SSE	L (P)	AV)	RESI	DUE	C (PP	1)							
PAV Aging Temperature, °C4		90		90							100					100					
Dynamic Shear, TP5: G*sinð, Maximum, 5000 kPa Test Temp @ 10 rad/s, °C	10	7	4	25	22	19	16	13	10	7	25	22	19	16	13	31	28	25	22	19	16
Physical Hardening*											Report	t								_	_
Creep Stiffness, TP1: ^f S, Maximum, 300 MPa, m - value, Minimum, 0.300 Test Temp @ 60s, °C	-24	-30	-36	0	-6	-12	-18	-24	-30	-36	-6	-12	-18	-24	-30	0	-6	-12	-18	-24	-3
Direct Tension, TP3: ^r Failure Strain, Minimum, 1.0% Test Temp @ 1.0 mm/min, *C	-24	-30	-36	0	-6	-12	-18	-24	-30	-36	-6	-12	-18	-24	-30	0	-6	-12	-18	-24	-3

Figura 2.35. Sistema Superpave AASHTO M320

2.8. Conclusione

La caratterizzazione del materiale passa dunque per la definizione delle sue proprietà reologiche in campo viscoelastico lineare.

Le rappresentazioni di Cole-Cole e di Black costituiscono un primo strumento immediato e robusto di valutazione preliminare dei dati reologici: la costruzione delle due curve non prevede nessuna modellazione preliminare dei dati sperimentali. Questa caratteristica costituisce un grande vantaggio poiché le due rappresentazioni risultano così prive degli errori che potrebbe trascinarsi la modellazione analitica del principio tempo-temperatura. D'altro lato due bitumi differenti che presentano la medesima forma della curva maestra, ma traslata verticalmente a causa di una diversa sensibilità alla temperatura, non verrebbero distinti né con il piano di Black, né con la rappresentazione Cole-Cole.

La rappresentazione completa del comportamento del materiale avviene per questo motivo tramite la curva maestra, in grado di descrivere sia la dipendenza del materiale dalla frequenza, sia quella dalla temperatura. Il piano di Black e quello di Cole-Cole vengono utilizzati come strumenti di valutazione preliminare dei dati reologici.

A seguito dell'illustrazione del comportamento reologico del materiale oggetto della tesi, si procede nel Capitolo successivo a descrivere il panorama di ricerca nel quale il lavoro si contestualizza.

3.INDAGINE BIBLIOGRAFICA

Il presente Capitolo ha come scopo quello di presentare il panorama di ricerca all'interno del quale si colloca la tesi.

Il Capitolo si sviluppa partendo dall'illustrazione delle analisi meccaniche effettuate tramite il reometro rotazionale, in seguito tratta la teoria della torsione ed arriva alla caratterizzazione a rottura dei materiali, descrivendone il comportamento generale fino ad arrivare alla sua modellazione analitica.

3.1. Analisi meccaniche al DSR

Il Reometro rotazionale (DSR) rappresenta il principale strumento di caratterizzazione reologica dei leganti bituminosi: definisce la risposta del materiale sollecitato in campo viscoelastico lineare ad una data temperatura. Generalmente viene applicata al campione una sollecitazione con andamento sinusoidale, in controllo di deformazione (con deformazioni inferiori alla deformazione limite, per rimanere nella regione viscoelastica lineare) e viene misurata la tensione corrispondente.

Esistono due tipologie di reometro: il reometro in controllo di tensione ed il reometro in controllo di deformazione; i dati ottenuti dai due differenti reometri sono interscambiabili.

La geometria del sistema di misura può essere piatto-piatto o piatto-cono (Figura 3.1, 3.2).

Sistema piatto-cono



Figura 3.1 Configurazione piatto-cono (Baglieri 2015)



Figura 3.2 Configurazione piatto-piatto (Baglieri 2015)

La geometria piatto-piatto viene definita tramite i parametri h e R, rispettivamente l'altezza del provino (gap) e il raggio. La modalità di prova viene illustrata in Figura 3.3: Il reometro parte dalla sua configurazione iniziale, definita dal punto A, si porta poi dal punto A al punto B, per poi ritornare in A; successivamente procede verso il punto C e ritorna infine in A.

Un ciclo di prova è quindi definito dai punti A-B-A-C-A.

Il macchinario, durante il ciclo di carico, misura il momento torcente M e l'angolo di deflessione del campione e restituisce come output le tensioni di taglio, *Shear stress* e la *strain*.



Figura 3.3 Configurazione di prova (Subhy 2017)

Le caratteristiche di output della misura possono essere determinate, quindi, nel modo seguente:

Shear Stress [Pa]
$$au = \frac{2M}{\pi R^3}$$
 (3.1)

Strain [%]
$$\gamma = \frac{\varphi R}{h}$$
 (3.2)

in cui:

- M rappresenta il momento torcente misurato;
- R è il raggio del provino;
- h rappresenta il gap;
- φ rappresenta l'angolo di deflessione, ovvero la deformazione misurata [°].

Come si può notare dalle Equazioni 3.1 e 3.2, l'intensità dei valori misurati dal reometro è fortemente dipendente dalla geometria del sistema di misura.

Vengono, pertanto, utilizzate differenti dimensioni dei piatti in funzione della rigidezza del materiale, in modo da ottemperare agli errori di misura.

Come principio generale, le dimensioni dei piatti diminuiscono quando la rigidezza del materiale aumenta: piatti di piccolo diametro vengono normalmente sfruttati per misure alle basse temperature, mentre piatti di diametro maggiore vengono utilizzati per temperature più alte.

Le specifiche fornite dal programma SHRP sulla geometria del sistema di misura, sono le seguenti:

- Utilizzare una configurazione piatto-piatto 8mm con un gap di 2mm per temperature comprese tra 0°C e 40°C, quando 0,1 MPa < G*< 30 MPa;
- Utilizzare una configurazione piatto-piatto 25mm con un gap di 1mm per temperature comprese tra i 40°C e gli 80°C, quando 1 kPa < G* < 100 kPa;
- Utilizzare un sistema piatto-piatto 50mm, con un gap di 1mm, per temperature maggiori di 80°C, quando G*< 1 kPa.

Il reometro, tuttavia, possiede dei limiti di misura a causa di errori strumentali (*compliance errors*), particolarmente evidenti alle basse temperature (o equivalentemente per alte frequenze di carico).

Il limite massimo del modulo complesso (modulo di transizione vetrosa) è all'incirca pari a 1GPa (per taglio) o 3GPa (per tensione assiale o flessione), mentre quello ricavato tramite la curva maestra risulta di 0,5 GPa.

Questa incongruenza è stata attribuita a degli errori nella misura dovuti alla configurazione di prova del sistema piatto-piatto.

Viene, quindi, indicato nel protocollo di prova per la caratterizzazione reologica dei leganti bituminosi, l'utilizzo del BBR per valori di G* maggiori di 30MPa.

3.2. Utilizzo del DSR per misure alle basse temperature

Come illustrato nel Paragrafo precedente, la caratterizzazione reologica alle basse temperature viene affrontata tramite prove al BBR, poiché il reometro presenta degli errori di misura. (Petersen et al. 1994)

Tuttavia, poiché la prova al BBR è una prova di creep, i parametri misurati spesso si discostano da quelli reali.

È stato, quindi, recentemente sviluppato un nuovo protocollo di prova per le misure alle basse temperature che prevede l'utilizzo del DSR, con un sistema di piatti di diametro inferiore (4mm). (Farrar et al. 2014; Schröter et al. 2006; Sui 2008)

La Figura 3.1 mostra i risultati ottenuti sperimentalmente su un bitume tradizionale testato al DSR con piatto da 4mm per temperature tra -35°C e 0°C, con piatto da 8mm per temperature tra -30°C e 30°C e con piatto da 25mm per temperature tra 10°C e 100°C. (Lu, Uhlback, and Soenen 2017)



Figura 3.4 Balck diagram delle frequency sweep effettuate con i diversi sistemi di misura (Lu, Uhlback, and Soenen 2017)

Si può notare come che, i risultati ottenuti tramite il piatto da 25mm, presentano evidenti errori strumentali per temperature al di sotto dei 20°C.

Anche il piatto da 8, nonostante mostri un migliore risultato alle basse temperature rispetto al piatto da 25mm, presenta una sottostima del modulo complesso ricollegata ad errori di *compliance machine*.

L'errore strumentale nella misura interviene nel momento in cui il modulo del materiale diventa numericamente comparabile con quello dello strumento (generalmente acciaio o alluminio).

Si può definire il modulo di taglio di un materiale nel modo seguente:

$$G = \frac{\tau}{\gamma} \tag{3.3}$$

La deformazione misurata sarà quindi:

$$\gamma_{mis} = \gamma_c + \gamma_m = \frac{\tau}{G_c} + \frac{\tau}{G_m}$$
(3.4)

in cui:

G rappresenta il modulo di taglio;

87

- γ_{mis} è la deformazione misurata dallo strumento;
- γ_c è la deformazione del campione di modulo G_c;
- γ_m è la deformazione della macchina di modulo G_m.

Per le alte temperature, il modulo G* del campione è molto inferiore rispetto a quello della macchina, per questo il secondo termine dell'Equazione 3.4 può essere trascurato.

Nel momento in cui il modulo del campione risulta essere comparabile con quello dello strumento (basse temperature), viene fuori un errore nella misura delle caratteristiche reologiche.

3.2.1. Modello di correzione degli errori strumentali

È stato elaborato da studi recenti un modello di correzione manuale degli errori strumentali che il DSR presenta per misure alle basse temperature: Hutcheson, McKenna, Schröter et al. (2006), hanno condotto delle analisi dinamiche sul glicerolo con l'utilizzo del reometro e hanno sviluppato un modello di correzione degli errori strumentali alle basse temperature; successivamente Sui et al. (2008), hanno riscontrato la validità del metodo di correzione per i bitumi, modificati e non modificati. (Farrar et al. 2014; Schröter et al. 2006; Sui 2008)

Il metodo di correzione manuale viene sviluppato a partire dalla definizione della rigidezza torsionale, nel modo seguente:

$$K = \frac{M}{\theta} \tag{3.5}$$

in cui:

- K è la rigidezza torsionale;
- M è il momento torcente applicato;
- θ è lo spostamento angolare misurato.

$$\frac{1}{K_{mis}} = \frac{1}{K_c} + \frac{1}{K_m}$$
(3.6)

in cui:

- *K_{mis}* definisce la rigidezza torsionale misurata;
- *K_c* rappresenta la rigidezza torsionale del campione:
- K_m rappresenta la rigidezza torsionale dello strumento.

Il rapporto $\frac{1}{K_m}$ può essere definito come J_m , ovvero la *machine compliance*. Considerando che:

$$K = \frac{G}{kg} \tag{3.7}$$

in cui:

• kg rappresenta un fattore di forma.

Si può definire tramite passaggi analitici la seguente relazione:

$$G^* = \frac{G_m^*}{1 - \frac{J_m}{kg}} G_m^*$$
(3.8)

in cui:

- G* rappresenta il modulo del campione;
- G_m^* è il modulo misurato affetto da errore.

Attualmente, è stato implementato nei reometri un software di correzione degli errori strumentali che consente di avere in tempo reale la misura corretta, per l'intero range di temperature, utilizzando la configurazione piatto-piatto 4mm per le basse temperature.

Il metodo di correzione manuale può essere utilizzato ad ogni modo come strumento di verifica dei risultati ottenuti.

Nonostante il metodo sviluppato si presenti attendibile, non risulta essere ancora universale in ambito normativo, poiché non tutti i reometri sono in grado di effettuare misure per temperature molto basse.

3.3. Teoria della torsione per le sezioni circolari

Si consideri una trave di lunghezza l di sezione circolare con raggio R, sollecitata alle basi da due momenti torcenti M_z , uguali e di verso opposto (Figura 3.5).



Figura 3.5. Trave di sezione circolare sottoposta a torsione (Carpinteri 1995a)

Si ipotizza che ogni sezione trasversale ruoti attorno all'asse longitudinale, restando piana (ipotesi cinematica).

L'ipotesi effettuata viene tradotta in formule come segue:

$$u = -\varphi_z y \tag{3.9}$$

$$v = \varphi_z x \tag{3.10}$$

$$w = 0 \tag{3.11}$$

in cui:

- u, v, w sono le componenti di spostamento rispettivamente lungo x, y e z;
- φ_z è l'angolo di rotazione infinitesima.

La rotazione relativa per un'unità di lunghezza, escludendo le zone terminali vicino le basi, deve essere costante e, nel caso di trave incastrata nella sezione z=0, pari a:

$$\varphi_z = \Theta_Z \tag{3.12}$$

in cui:

• Θ rappresenta l'angolo unitario di torsione.

Il campo di spostamenti risulta così definito:

$$\varepsilon_x = \varepsilon_y = \varepsilon_z = \gamma_{xy} = 0$$
 (3.13)

$$\gamma_{zx} = -\Theta y \tag{3.14}$$

$$\gamma_{zy} = \Theta x \tag{3.15}$$

Tramite le equazioni costitutive elastiche può essere quindi ricavato il campo tensionale:

$$\sigma_x = \sigma_y = \sigma_z = \tau_{xy} = 0 \tag{3.16}$$

$$\tau_{zx} = -G\Theta y \tag{3.17}$$

91

$$\tau_{zy} = G\Theta x \tag{3.18}$$

Dalle componenti tangenziali (Equazioni 3.15-3.16) si ottiene il modulo del vettore tangenziale:

$$\tau_z = G\Theta r \tag{3.19}$$

in cui:

 r rappresenta la distanza radiale di un generico punto dal centro della sezione circolare.

Tramite l'equazione di equilibrio del momento torcente si ottiene:

$$M_z = \int_A \{r\} \wedge \{\tau_z\} dA \tag{3.20}$$

$$M_z = G\Theta \int_A r^2 dA = G\Theta I_p \tag{3.21}$$

$$\Theta = \frac{M_z}{GI_p} \tag{3.22}$$

in cui:

• I_p è il momento di inerzia polare della sezione circolare, pari a $\pi R^4/2$.

Inserendo l'espressione dell'angolo unitario di torsione nell'Equazione 3.19 si ottiene l'espressione della tensione tangenziale massima:

$$\tau_{z,max}{}^4 = \frac{M_z}{I_p} R = \frac{2M}{\pi R^3}$$
(3.23)

Se il momento torcente è antiorario (positivo), il vettore delle tensioni tangenziali darà sempre momento positivo rispetto al centro e seguirà delle linee di flusso circolari concentriche. (Carpinteri 1995a)

La distribuzione delle tensioni di taglio all'interno della sezione viene mostrata in Figura 3.6.



Figura 3.6. Distribuzione delle tensioni nella sezione circolare (Carpinteri 1995a)

3.4. Caratterizzazione a rottura dei materiali viscoelastici

La caratterizzazione a rottura dei materiali viene, in generale, affrontata tramite i modelli sviluppati in ambito della meccanica della frattura, che si basano sulla messa in discussione del concetto di resistenza (forza a rottura per unità di superficie) come unico parametro di valutazione delle caratteristiche a rottura dei materiali.

La resistenza deve essere messa a confronto con un'altra grandezza, ovvero la tenacità, che rappresenta la capacità del materiale di resistere alla frattura e dipende dal materiale e dalla scala.

⁴ Si può notare che l'Equazione 3.23 è la stessa utilizzata dal DSR per il calcolo delle tensioni tangenziali, misurato il momento torcente.

Bisogna fare attenzione a non confondere i due concetti poiché un materiale con alta resistenza può non avere un'elevata tenacità: i materiali duttili, ad esempio, hanno bassa resistenza ma un'alta tenacità.

Il presente Paragrafo si pone come obiettivo quello di illustrare il contesto bibliografico nel quale si colloca la caratterizzazione a rottura dei leganti bituminosi.

3.4.1. Comportamento a rottura dei materiali

Il fenomeno della frattura viene definito come "separazione in due o più parti di un solido sollecitato". (Smith and Hashemi 2008)

La tipologia di frattura viene generalmente distinta in duttile e fragile, ma può anche essere mista, ovvero una combinazione delle due.

Una rottura duttile avviene in seguito ad una profonda deformazione plastica; si possono individuare tre stadi distinti nel meccanismo di rottura (Figura 3.7):

- il provino inizia la strizione e si nucleano dei microvuoti all'interno della zona strizionata;
- 2. i microvuoti coalescono formando una cricca;
- 3. quando la cricca raggiunge la superficie esterna, si ottiene una morfologia di frattura di tipo coppa-cono (Figura 3.8).



Figura 3.7 Stadi di formazione di una rottura duttile coppa-cono (Smith and Hashemi 2008)



Figura 3.8 Immagine di una rottura duttile di una lega di alluminio sollecitata assialmente (Smith and Hashemi 2008)

La rottura fragile, invece, avviene con una deformazione plastica molto limitata: il provino si rompe raggiunta la sua deformazione ultima, con velocità di propagazione della fessura molto alta.

Anche la rottura di tipo fragile può essere analizzata in tre stadi:

- 1. la deformazione concentra le dislocazioni su dei piani di scorrimento;
- nelle zone in cui le dislocazioni sono bloccate si generano forze di taglio che nucleano delle microcricche;

3. le microcricche si propagano infine per azione di ulteriori sollecitazioni.



Figura 3.9. Frattura fragile di una lega metallica sollecitata assialmente (Smith and Hashemi 2008)

In molti casi le fratture fragili avvengono a causa di difetti preesistenti nel materiale che, sottoposti ad una sollecitazione, si propagano fino ad interessare l'intero campione. I difetti dei materiali vengono, quindi, considerati come le principali cause di innesco delle fratture fragili; per questo lo studio della meccanica della frattura si basa sull'ipotesi di una fessura iniziale preesistente.

Nel caso di un provino sollecitato a torsione, la morfologia di frattura si presenta in due modi in funzione del piano di raggiungimento della tensione massima (Figura 3.10):

- Si sviluppa una fessura inclinata di 45° rispetto all'asse longitudinale x (materiali fragili);
- La fessura di propaga in direzione perpendicolare all'asse longitudinale (materiali duttili).



Figura 3.10 Tipologia di rottura per torsione (University of Colorado Boulder 2016)

3.4.2. Criteri di analisi del comportamento a rottura

In funzione della tipologia di comportamento del materiale, possono essere applicati differenti modelli per l'analisi del comportamento a rottura. In riferimento ai leganti bituminosi si possono prendere in esame tre approcci: la meccanica della frattura elastica-lineare (LEFM, Linear elastic fracture mechanics); la meccanica della frattura elasto-plastica (EPFM, Elastic Plastic Fracture Mechanics) e la meccanica della frattura tempo-dipendente (TDFM, Time dependent Fracture Mechanics).

La meccanica della frattura elastica-lineare (LEFM), è basata sull'ipotesi che il materiale presenti un comportamento approssimabile a quello elastico-lineare sino a rottura.

Le basi della teoria LEFM sono state poste da Kirsch che, nel 1898, ha fornito la soluzione del problema di concentrazione degli sforzi in una lastra infinita piana con foro circolare, sottoposta a trazione: la tensione massima in prossimità del foro risultava tre volte maggiore rispetto a quella applicata.

Questo sta ad indicare che, una lastra forata di dimensioni molto maggiori rispetto a quelle del foro, possiede una resistenza ridotta di un terzo rispetto a quella della lastra integra, indipendentemente dalle dimensioni del foro.

Successivamente gli studi sono stati estesi al caso di foro ellittico, da Inglis (1913); in questo caso la tensione massima ai bordi del foro risultava funzione

dei semiassi dell'ellisse, come indicato in Figura 3.11. Secondo questa formulazione il fattore di concentrazione delle tensioni aumenterebbe all'aumentare dell'eccentricità dell'ellisse, sino a tendere all'infinito nel caso in cui il rapporto tra i semiassi tenda ad infinito (singolarità tensionale). Questa caratteristica del modello, rappresenta il limite della trattazione in termini di concentrazione degli sforzi.



Figura 3.11. Lastra piana infinita sollecitata a trazione: a- foro circolare; b- foro ellittico; crappresentazione della singolarità tensionale (Carpinteri 1995)

Griffith (1920) pose le basi per lo studio di questa singolarità tramite un'analisi in termini energetici e non più tensionali.

Egli dimostrò che, l'energia elastica di deformazione, rilasciata da una lastra uniformemente tesa di spessore unitario con una fessura di lunghezza 2a risulta proporzionale all'energia contenuta nel cerchio di raggio a. Affinché una fessura si estenda, quindi, l'energia elastica rilasciata in un'estensione virtuale deve eguagliare quella richiesta per la creazione di una nuova superficie libera.

In termini analitici il problema viene espresso nel seguente modo:

$$\frac{dW_e}{da} \ge \frac{dW_s}{da} \tag{3.24}$$

in cui:

- $W_e = \pi a^2 \frac{\sigma^2}{E}$ rappresenta l'energia elastica di deformazione della lastra forata:
- W_s è l'energia superficiale necessaria per la formazione di una fessura.

Sulla base della teoria di Griffith, si sono quindi sviluppate le teorie fisicomatematiche che hanno aperto la strada alla meccanica della frattura moderna (1920-1950), basate non più sul concetto di concentrazione degli sforzi ma su quello di intensificazione degli sforzi.

Tra queste ricordiamo il Metodo di Westergaard o dei potenziali complessi (1939) e il Metodo di Williams o degli sviluppi in serie (1952).

L'espressione generale della tensione in prossimità della fessura, può essere quindi espressa in funzione del coefficiente di intensificazione degli sforzi K, nel modo seguente:

$$\sigma_{ij}(r,\theta)^{(M)} = \frac{K^{(M)}}{\sqrt{2\pi r}} \cdot f_{ij}^{(M)}(\theta)$$
(3.25)

in cui:

- l'apice M sta ad indicare la tipologia di carico: modo I, II o III (Figura 3.11).
- r, θ rappresentano le coordinate polari.
- f_{ij} è una funzione che dipende da M.



Figura 3.12. Illustrazione delle differenti tipologie di sollecitazione, rispettivamente Modo I, Modo II e Modo III (Carpinteri 1995b)

La formula generale di K è invece la seguente:

$$K_I = \sigma \sqrt{\pi a} \cdot f\left(\frac{a}{W}\right) \tag{3.26}$$

in cui:

- *a* è la dimensione caratteristica della cricca iniziale;
- W è l'altezza totale del campione;
- $f\left(\frac{a}{W}\right)$ rappresenta una funzione di forma, e dipende dai parametri geometrici del problema (tabulata per geometrie semplici).

Nel momento in cui la fessura inizia a propagarsi, il fattore d'intensificazione degli sforzi raggiunge il suo valore critico K_{IC} , che rappresenta fisicamente la sua tenacità alla frattura.

Il coefficiente K_{IC} definisce lo stato di stress attorno alla fessura per il quale essa inizierà a propagarsi; questo parametro è indipendente dalla geometria del provino e rappresenta una caratteristica del materiale stesso.

L'energia di deformazione, rilasciata dal materiale, viene espressa tramite la sua relazione con il fattore di intensificazione degli sforzi:

$$G = \left(\frac{K_I^2}{E'}\right) \tag{3.27}$$

100

in cui:

- E' è il modulo elastico del materiale in condizioni di campo tensionale piano (E' = E/(1 - ν²);
- ν è il rapporto di Poisson.

Il valore critico di G, caratterizza l'inizio della propagazione della fessura e viene definito come G_{IC} .

Il modello elasto-plastico (EPFM), invece, si basa sull'ipotesi che si instauri nell'intorno della fessura una zona plastica significativa, tale da non poter essere trascurata; il comportamento elasto-plastico del materiale viene quindi studiato come un comportamento elastico non-lineare.

L'EPFM si adatta bene ai materiali che presentano un certo grado di plasticità, o non-linearità, non eccessivamente elevato.

Può essere definita un'energia rilasciata non-lineare J, funzione di U energia di deformazione:

$$J = -\frac{d\Pi}{dA} = \left(\frac{dU}{dA}\right)_{\varepsilon} = \int_{0}^{\varepsilon_{f}} \left(\frac{dP}{dA}\right)_{\varepsilon} d\varepsilon$$
(3.28)

in cui:

- J è l'energia non-lineare rilasciata [J/m];
- Π è l'energia potenziale totale [J/m];
- A rappresenta l'area di frattura [m³];
- U è l'energia di deformazione [J/m];
- P è il carico applicato;
- ε_f è la deformazione finale.

Si può notare come il calcolo dell'energia J non preveda la misura della fessura durante la sua propagazione, a differenza del modello elastico lineare.

L'uguaglianza delle energie J e G si ottiene applicando entrambi gli approcci ad un materiale dal comportamento elastico-lineare.

Il valore critico di J, J_{IC} , risulta l'equivalente di G_{IC} nell'ambito della meccanica della frattura elasto-plastica e può essere anch'esso determinato per via sperimentale (Standard Method ASTM E 813).

Il modello tempo-dipendente, TDFM, tiene infine conto della natura viscoelastica del materiale. Poiché il bitume presenta un comportamento significativamente viscoelastico anche alle basse temperature, nel 1975 Shapery ha introdotto nella meccanica della frattura il concetto di viscoelasticità lineare (LVE), tramite il principio di corrispondenza elastico-viscoelastico.

Il suo lavoro si basa sull'equazione che descrive la risposta del materiale in campo viscoelastico lineare, che ad esempio in una prova di rilassamento è del tipo:

$$\sigma(t) = \int_{-\infty}^{t} E(t-\tau) \frac{d\varepsilon(\tau)}{d\tau} d\tau$$
(3.29)

in cui:

- $\sigma(t)$ è la tensione [Pa];
- *E* è il modulo di rilassamento [Pa];
- *t* rappresenta la viariabile tempo [s];
- τ è la variabile di integrazione, dimensionalmente equivalente ad un tempo.

Shapery definisce quindi delle pseudo-strain, nel modo seguente:

$$\gamma^{R}(t) = \frac{\sigma(t)}{E_{R}} = \frac{1}{E_{R}} \int_{-\infty}^{t} E(t-\tau) \frac{d\varepsilon(\tau)}{d\tau} d\tau$$
(3.30)

in cui:

- $\gamma^{R}(t)$ rappresenta la pseudo-strain;
- E_R è un modulo di riferimento arbitrario [Pa].

Tramite la definizione della curva tensione/pseudo-strain, il legame diventa di tipo lineare, equivalente ad un comportamento viscoelastico lineare. Shapery definisce inoltre l'integrale J, che rappresenta l'energia liberata dal sistema; J_V può essere definita nel modo seguente:

$$J_V = \int_0^{\gamma^R_f} \left(\frac{dP}{dA}\right)_{\gamma^R} d\gamma^R$$
(3.31)

in cui:

• γ^R rappresenta la pseudo-deformazione.

Il valore critico di J_V viene rappresentato tramite la variabile J_{VC}, che costituisce l'equivalente in ambito di comportamento viscoelastico di G_{IC} e J_{IC}. Numerosi studi sono stati svolti sull'applicazione delle teorie della meccanica della frattura in ambito viscoelastico, nei quali si riscontra una buona corrispondenza del modello con i parametri reologici, per differenti configurazioni di prova. (Andriescu and Hesp 2009; Araki, Adachi, and Yamaji 2007; Bhasin and Motamed 2011; D'Amico et al. 2013; Gamby and Chaoufi 2000; Harvey and Cebon 2003, 2005, Portillo and Cebon 2012, 2013) La teoria di analisi viscoelastica di Shapery verrà poi illustrata nel dettaglio nel Capitolo V.

G. Gauthier e D.A. Anderson (Gauthier and Anderson 2006), hanno valutato l'applicazione dei tre metodi su 2 bitumi appartenenti al progetto SHRP (AAM, AAG) e 9 bitumi modificati.

I bitumi sono stati testati utilizzando il BBR (AASHTO T313) e il DTT (AASHTO T314); le prove sono state effettuate seguendo le indicazioni della normativa, ma utilizzando uno stampo per il campione in grado di poter generare una cricca (Figura 3.13).



Figura 3.13. Stampi modificati per BBR e DTT per la generazione della fessura iniziale (Gauthier and Anderson 2006)

I modelli LEFM, EPFM e TDFM sono stati poi utilizzati per la modellazione dei risultati ottenuti.

Utilizzando il modello LEFM risulta che tutti i bitumi sono sensibili alla geometria della fessura iniziale e che il coefficiente di intensificazione degli sforzi K_{IC} è fortemente dipendente dalla temperatura e dall'incremento di carico. Il limite nell'applicazione del modello sta nel fatto che il materiale deve presentare un comportamento elastico-lineare, e le curve di rottura estrapolate dagli esperimenti presentano una deviazione dalla linearità anche per basse temperature. Viene concluso nello studio che l'approssimazione di calcolo tramite la teoria elastica lineare può essere accettata in caso di temperature al di sotto di quella di transizione vetrosa.

Il modello EPFM prevede il calcolo dell'energia J_{IC} , che messa a confronto la G_{IC} calcolata in precedenza, mostra come il materiale si discosti dal comportamento elastico lineare, poiché i due valori non risultano coincidere.

L'analisi TDFM infine, parallela alla EPFM ma con l'introduzione del concetto di pseudo-strain mostra che J_{VC} si presenta inferiore rispetto a J_{IC} .

Questo perché, in accordo con la teoria della viscoelasticità, una parte dell'energia viene dissipata tramite il rilassamento del materiale durante la fase di carico; questa energia compare nel calcolo elasto-plastico e viene eliminata in quello tempo-dipendente.

Inoltre, J_{VC} risulta crescere in funzione della temperatura, poiché la tenacità di frattura del materiale tende ad aumentare a causa della sua capacità di resistere alla propagazione della fessura, in ambito della viscoelasticità.

La Figura 3.14 mostra il confronto riportato nel lavoro di ricerca tra le 3 differenti caratteristiche relative ai 3 modelli.



Figura 3.14. Confronto tra i tre modelli di frattura (Gauthier and Anderson 2006)

Come già illustrato, l'applicazione del modello elasto-plastico comporta un evidente allontanamento dal comportamento elastico-lineare, mentre il modello viscoelastico si colloca nel mezzo tra i due. Si può notare come la viscoelasticità assuma un ruolo importante nel comportamento del bitume anche per basse temperature; il comportamento viscoelastico quindi non può essere affrontato tramite le analisi classiche elastiche o elasto-plastiche.

La temperatura critica infine, misurata tramite il BBR secondo le prescrizioni della normativa, risulta essere una sovrastima di quella calcolata tramite i tre modelli per tutti i bitumi testati. (Gauthier and Anderson 2006).

Hammoum et al. (2009), presentano uno studio di interpretazione della propagazione della fessura tramite un test di frattura locale sul bitume (Local Fracture Test on Bitumen, LFT). Il test prevede l'inserimento di un film di bitume tra due piatti in acciaio emisferici che simulano l'interazione del legante con gli aggregati nei conglomerati: la configurazione di prova comporta la generazione di una concentrazione degli sforzi nella zona centrale del provino. Il test viene fatto portando il campione alla temperatura di prova (0°C) tramite un gradiente di 0,5°C/min al fine di evitare il nascere di eccessive tensioni normali a causa del raffreddamento. Viene applicato infine un carico ciclico di trazione-compressione al provino e la risposta per ogni ciclo di carico viene interpretata tramite tre fasi (Figura 3.15):

- Fase A: nessuna fessura è presente nel provino nella sua condizione iniziale ed il bitume presenta un comportamento viscoelastico;
- Fase B: nel punto di tensione massima inizia ad instaurarsi una fessura nella zona centrale del provino che si propaga nella direzione della tensione massima;
- 3. Fase C: il materiale mostra la sua rigidezza residua.



Figura 3.15. Evoluzione della deformazione in funzione della tensione (Hammoum et al. 2009)

C. Hintz e H. Bahia (2013) hanno valutato il meccanismo di rottura per fatica tramite prove di time sweep al DSR (sistema piatto-piatto 8mm) ad una temperatura di prova di 25°C. Il campione, sollecitato con carico ciclico di torsione di ampiezza costante, manifesta una frattura iniziale che interessa la sua circonferenza esterna e si propaga verso l'interno, riducendone man mano la sezione.

Sotto una sollecitazione di torsione, come già illustrato, il provino può rompersi in due modi: Modo III, ovvero con una fessura che interessa il piano radiale o in Modo I, in cui la frattura si instaura su un piano inclinato di +/- 45°.

La velocità di propagazione della fessura cresce al crescere della fessura stessa, sino al raggiungimento di una lunghezza critica per la quale la fessura continua ad incrementare, mentre la sua velocità di crescita diminuisce (Figura 3.16).



Figura 3.16. Relazione tra l'ampiezza della fessura e la sua velocità di crescita (Hintz and Bahia 2013)

Il meccanismo di rottura può essere distinto in due fasi poiché il provino si presenta intatto nella sua condizione iniziale: una fase di innesco della fessura ed una successiva fase di propagazione.

La morfologia di frattura (Figura 3.16) presenta una tipologia di frattura di Modo III nella prima fase ed una frattura di tipo misto nella fase di propagazione a seguito dell'interazione delle due facce del campione; ad ogni modo poiché la frattura non si dispone su un piano inclinato di 45°, si può assumere il Modo III come prevalente in questa situazione.



Figura 3.17. Superficie del campione a seguito della frattura (Hintz and Bahia 2013)

Nell'ambito delle prove che interessano il DSR, Bueno et al. (2014), hanno definito un nuovo metodo per la valutazione della meccanica della frattura dei leganti bituminosi, implementando un test che porta a rottura il provino tramite cicli di carico ad ampiezza costante contemporanei al raffreddamento dalla zona di comportamento duttile a quella di comportamento fragile (Figura 3.18).


Figura 3.18. Configurazione di prova (Bueno, Hugener, and Partl 2014)

La prova si svolge in controllo di deformazione, con un decremento lineare della temperatura da 20°C a -20°C in 60 minuti; viene utilizzato il sistema piatto-piatto da 8mm con un gap di 2mm.

La morfologia di frattura, mostra anche in questo caso un innescarsi di una fessura circonferenziale esterna che si propaga verso l'interno radialmente.

Viene trascurato il contributo dello sforzo normale poiché dimostrato essere notevolmente inferiore rispetto al contributo torsionale.



Figura 3.19. Morfologia di frattura (Bueno, Hugener, and Partl 2014)

In conclusione, si sottolinea che per prove in regime oscillatorio al DSR, bisogna sempre tener presente, nell'analisi e nella discussione dei risultati, di tre importanti proprietà del legante, (Planche et al. 2004):

 il fenomeno di Healing, tramite il quale il materiale è in grado di recuperare parte delle sue proprietà reologiche a seguito di un danneggiamento; (Maillard et al. 2004; Santagata et al. 2013)

- il fenomeno di Steric hardening, definito come un progressivo irrigidimento del materiale a causa di un riarrangiamento molecolare alle temperature intermedie;
- il fenomeno di Physical hardening, nel quale l'irrigidimento del materiale avviene alle basse temperature. (Velasquez 2016)

3.4.3. Cenni sulle instabilità viscose alle alte temperature

I fenomeni di instabilità si presentano nei materiali viscoelastici, alle alte temperature, sotto forma di distorsioni e possono essere studiati attraverso apparecchiature reologiche, come ad esempio il DSR.

Le curve di flusso, in corrispondenza di fenomeni di instabilità, presentano anch'esse delle anomalie, in particolar modo per alti gradienti di deformazione.

Le tipologie di instabilità note sono:

- Edge fracture (Hutton 1963; Tanner e Keentok 1983);
- Instabilità elastica (McKinley et al. 1991, 1995);
- Taylon Couette instability (Shaqfeh et al. 1992);
- Edge disturbance (Kulicke e Porter 1979);
- Melt fracture (Denn 1990).

Viene di seguito illustrato in sintesi il fenomeno di Edge fracture, poiché quello di interesse nell'ambito di analisi meccaniche sui leganti bituminosi con il DSR. Il fenomeno di Edge fracture è quello che avviene nei materiali viscoelastici allo stato liquido a seguito di sollecitazioni di taglio, con il sistema piatto-piatto o piatto-cono al DSR (Figura 3.20).

Per un valore critico del gradiente di carico (*shear rate*) compare una distorsione sulla superficie libera, o una fessura, che si propaga all'interno del materiale.

La comparsa di questo tipo di instabilità è la principale causa dei limiti di misura reologici dei liquidi viscoelastici tramite il reometro.

Hutton (1963, 1965, 1969) ha proposto, tramite sperimentazioni su un fluido di Maxwell, un valore critico di sforzo normale (N_{IC}) basato sul concetto di energia limite elastica dei liquidi.

Successivamente, Tunner e Keentok (1983) hanno dimostrato che l'instabilità che riguarda i fluidi del secondo ordine è guidata da un secondo valore dello sforzo normale N_2 : la frattura a questo punto si innescherebbe per il valore critico di N_2 (e non più di N_1), correlato con la tensione superficiale del liquido. Le teorie di Tanner e Keentok sono state in seguito validate tramite altre ricerche tra le quali si ricorda: Lee et al. (1992), Huilgol (1993, 1994). (Keentok and Xue 1999)



Figura 3.20. Illustrazione geometrica di edge fracture, sia in coordinate polari che in coordinate cartesiane (Keentok and Xue 1999)

3.5. Conclusione

Il presente Capitolo ha illustrato il panorama di ricerca nel quale il progetto di tesi si colloca, definendo i concetti teorici sulla quale è stato sviluppato il protocollo di prova per la caratterizzazione del materiale alle basse temperature tramite il DSR.

Sono stati inoltre presentate le diverse considerazioni sul fenomeno della rottura, in particolar modo nel caso di sollecitazione torsionale.

Viene quindi affrontata nel prossimo Capitolo la presentazione dell'indagine sperimentale ed una prima valutazione dei risultati ottenuti dalle prove.

4.INDAGINE SPERIMENTALE

Il Capitolo si pone come obiettivo quello di descrivere il protocollo di prova oggetto della tesi e di illustrare una prima valutazione dei risultati. In primo luogo si procede quindi ad illustrare gli strumenti utilizzati ed il materiale in esame; successivamente verrà esposto il programma sperimentale definitivo, frutto di una serie di valutazioni preliminari. Infine verrà illustrato il protocollo di prova ed i risultati ottenuti in termini di sforzo e deformazioni.

4.1. Strumenti utilizzati

Nell'indagine sperimentale è stato usato il reometro rotazionale, con configurazione di prova piatto-piatto di diametro 4mm.

Il reometro utilizzato è un reometro in controllo di tensione, che consente misure alle basse temperature e possiede un software di correzione degli errori strumentali in tempo reale. È stato aggiunto al macchinario un disco in polistirolo, in modo da consentire un adeguato abbassamento della cappa, anche per provini con gap maggiori di quelli standard (Figura 4.1).



Figura 4.1 Reometro rotazionale

4.2. Materiale

Il bitume preso in esame per il seguente lavoro è un bitume tradizionale 50/70; la scelta è stata fatta ai fini di avere un materiale dal comportamento canonico e di utilizzo comune, in modo da poter effettuare una corretta valutazione preliminare del protocollo di prova.

La caratterizzazione del materiale è stata fatta tramite prove di frequency sweep con il DSR, con configurazione piatto-piatto 4mm.

Le frequency sweep sono state effettuate per un intervallo di frequenze che va da 1 a 100 rad/s, alle temperature di prova (-5°C, -10°C e -15°C), applicando delle strain, precedentemente valutate, che consentissero di rimanere nella regione di viscoelasticità lineare.

I risultati sperimentali delle frequency sweep vengono riportate nell'Allegato 1. La prima elaborazione dei dati sperimentali è stata effettuata tramite la costruzione del Black diagram (Figura 4.2) e del piano di Cole-Cole (Figura 4.3).



Figura 4.2 Black Diagram



Figura 4.3 Cole-Cole Diagram

Si può notare quindi da una prima valutazione preliminare dei risultati delle frequency sweep che il materiale non presenta non-linearità per le temperature di prova e la configurazione scelta.

In seguito, tramite modellazione dei dati attraverso il modello CA, è stata costruita la curva maestra, per il range di temperature di interesse (Figura 4.4, 4.5).

Lo shift factor è stato ricavato per via manuale, in modo da poter avere una migliore corrispondenza tra i dati sperimentali ed il modello.



Figura 4.4 Curva maestra del modulo complesso



Figura 4.5 Curva maestra dell'angolo di fase

4.3. Programma sperimentale

L'indagine sperimentale oggetto della tesi verte sulla caratterizzazione del comportamento a rottura di leganti bituminosi alle basse temperature, tramite prove al DSR con sistema piatto-piatto da 4mm.

Avendo appurato che la configurazione di prova standard (piatto-piatto 8mm con gap 2mm) non conduceva il provino a rottura poiché esso subiva prima lo scollamento dai piatti, sono state valutate differenti tipologie di approccio al problema.

È stato scelto di mantenere il campione intatto, senza introdurre fessure iniziali poiché, a causa delle dimensioni ridotte del campione (diametro 4mm), sarebbe stato difficile riuscire a controllarne la geometria.

Poiché infine, le misure della macchina si riferiscono ad una configurazione cilindrica si è scelto di non modificare tale forma.

Per poter ottenere una condizione di rottura è stato deciso di aumentare il gap. Le prime indagini conoscitive sono state effettuate ad una temperatura di -5°C, attraverso prove monotone in controllo di momento torcente, applicando un incremento lineare di torcente di 1mNxm al secondo, sino alla rottura, su un provino di altezza 1cm.

A titolo rappresentativo, se ne riporta un esempio in Tabella 4-1, con i relativi risultati in Figura 4.6, 4.7.

Nome	Peso [g]	Gap [mm]	T[°C]	Caratteristiche a rottura		
				Torque [µNm]	N [N]	Deflection Angle [°]
3006.1	0,14	7,577	-5	45.200	10,6	610

Tabella 4-1 Provino 3006.1



Figura 4.6 Fotografia del provino 3006.1 a seguito della rottura



Figura 4.7 Diagramma sforzo-deformazione del provino 3006.1

A seguito di queste prime prove, è stato osservato che il campione raggiungeva deformazioni molto elevate prima della rottura, cosa non compatibile non il comportamento atteso per temperature così basse.

È stato fissato, a questo punto, un tempo di condizionamento di 45 minuti che garantisse al provino di raggiungere la temperatura di prova in modo uniforme; sono state quindi ripetute le prove nelle stesse condizioni di carico e temperatura, ma impostando il condizionamento (Tabella 4-2).

Nome	Peso [g]	Gap [mm]	T[°C]	Caratteristiche a rottura		
				Torque [µNm]	N [N]	Deflection Angle [°]
0707.1	0,15	7,248	-5	33.200	0,603	13,1

Tabella 4-2 Provino 0707.1



Figura 4.8 Fotografia a rottura del provino 0707.1



Figura 4.9 Diagramma sforzo-deformazione del provino 0707.1

Mettendo a confronto le due curve di comportamento (Figura 4.10), si può notare come, identificando un tempo di condizionamento, il comportamento si presenta notevolmente cambiato: il provino mostra una rigidezza maggiore ed

una deformazione a rottura molto minore. Inoltre, lo sforzo normale che si genera durante il condizionamento risulta essere inferiore.



Figura 4.10. Confronto tra il comportamento senza condizionamento fissato e la prova con condizionamento di 45 minuti

Inserendo, quindi, un tempo adeguato di condizionamento è stata riscontrata una migliore attendibilità della prova.

Il provino, però, mostrava ancora un'elevata distorsione termica, sia in fase di condizionamento che in fase di esecuzione della prova; è stato quindi ridotto il gap a 5mm. Le prove sono state così ripetute con le stesse condizioni di carico e temperatura, ma diminuendo il gap a 5mm (Tabella 4-3).

Nome	Peso [g] G	Gap [mm]	T[°C]	Caratteristiche a rottura		
				Torque [µNm]	N [N]	Strain [%]
1007.1	0,132	5,562	-5	41.200	3,86	18,4
1007.2	0,13	5,056	-5	38.200	2,41	12,9

Vengono di seguito riportati in forma grafica i risultati ottenuti dalle due ripetizioni.



Figura 4.11 Fotografia a rottura del campione 1007.1



Figura 4.12. Diagramma sforzo-deformazione del provino 1007.1



Figura 4.13 Fotografia a rottura del campione 1007.2



Figura 4.14 Diagramma sforzo-deformazione del provino 1007.2

Mettendo quindi a confronto i risultati ottenuti nelle due ripetizioni eseguite a - 5°C, la prova ha mostrato una buona ripetibilità (Figura 4.15).



Figura 4.15. Confronto tra le due prove

Al fine di standardizzare il protocollo di prova è stato, infine, imposto un gradiente di temperatura per portare il provino alla temperatura di prova, scelto adeguatamente ridotto al fine di moderare la nascita di tensioni normali a causa dell'abbassamento di temperatura:

2°C/min da 20°C a 4°C; di 1°C/min da 4°C a 0°C ed infine di 1°C/min da 0°C in poi procedendo a step di 5°C.

Fissate le modalità di condizionamento ed il gap del provino, il programma di prove sperimentali è stato impostato in maniera definitiva secondo le Tabelle 4-4, 4-5.

Nelle Tabelle viene inoltre indicata la nomenclatura utilizzata al fine di individuare le singole prove.

Tabella 4-4 Prove in controllo di momento torcente

Prove in controllo di Momento torcente					
Incremento di momento torcente di 1mNxm/sec					
M1 $T = -5^{\circ}C - 10^{\circ}C - 15^{\circ}C$					
M2	1 – 3 0, 10 0, 10 0				

Prove in controllo di deformazione						
T = -5°C T = -10°C T = -15°C					15°C	
Ϋ́		Ϋ́		Ϋ́		
0,05%/s	0,1%/s	0,05%/s	0,1%/s	0,05%/s	0,1%/s	
D1	D3	D1 D3		D1	D3	
D2	D4	D2	D2	D4		

Tabella 4-5 Prove in controllo di deformazione

4.4. Protocollo di prova

Nel presente Paragrafo viene presentato il protocollo di prova definitivo, frutto delle indagini conoscitive e delle osservazioni preliminari, descritte nel Paragrafo precedente.

4.4.1. Preparazione del campione

Il campione di altezza 5mm viene realizzato tramite uno stampo in alluminio direttamente sul piatto superiore, e successivamente viene reso solidale al piatto inferiore.

Gli step seguiti nella preparazione del provino sono i seguenti:

 Viene preparato uno stampo in alluminio di altezza 2,5 cm, arrotolando una striscia di alluminio attorno al piatto superiore e fissandola con del nastro adesivo (Figura 4.16);



Figura 4.16 Configurazione dello stampo

- Viene prelevato del materiale (0,10-0,14 grammi), che viene modellato in forma cilindrica ed inserito nello stampo;
- Lo stampo viene così scaldato in modo uniforme tramite un phon ad una temperatura costante di 300°C, partendo dal basso;
- A seguito del riscaldamento, il provino deve essere posizionato in congelatore per un tempo di 10 minuti;

 Al termine dei 10 minuti, viene rimosso lo stampo in alluminio e il provino viene tagliato in modo che possa raggiungere il gap scelto (Figura 4.17);



Figura 4.17 Configurazione del campione a seguito della rimozione dello stampo

- Una volta che il provino è stato portato di altezza di 5mm, viene riposizionato in congelatore per qualche minuto;
- Il piatto inferiore viene scaldato sino alla temperatura di 72°C;
- Viene tolto il provino dal congelatore, si interrompe il controllo di temperatura e si inserisce il piatto superiore nel reometro;
- Si porta il provino al gap desiderato: avendo interrotto il controllo di temperatura, il contatto tra il campione e il piatto inferiore avviene ad una temperatura di circa 60°C;
- Viene impostata, infine, la temperatura di 20°C e viene abbassata la cappa.

4.4.2. Condizionamento

Il raggiungimento della temperatura di prova viene fatto per step, impostando un gradiente di temperatura, in modo da poter avere una buona ripetibilità di comportamento tra le varie prove e al fine di evitare il nascere di tensioni normali elevate.

Il procedimento è indicato nella Tabella seguente:

Tabella 4-6 Condizionamento

$20^{\circ}C \rightarrow 4^{\circ}C$	2°C/min
$4^{\circ}C \rightarrow 0^{\circ}C$	
$0^{\circ}C \rightarrow -5^{\circ}C$	1°C/min
-5°C → -10°C	
-10°C → -15°C	

Al termine di ogni step di temperatura sono stati inseriti 5 minuti di intervallo nei quali il campione viene compresso al fine poter ridurre al minimo lo sforzo normale causato dalla contrazione termica del materiale.

Una volta che il campione viene portato alla temperatura di prova subisce un condizionamento a temperatura costante per 45min.

Al termine del condizionamento hanno inizio le prove di rottura monotone, effettuate, come già illustrato, sia in controllo di momento torcente, sia in controllo di deformazione.

4.4.3. Prove in controllo di momento torcente

Le prove in controllo di momento torcente sono state effettuate alle temperature di -5°C, -10°C e -15°C, incrementando il momento torcente linearmente di 1mN*m sino a rottura.

Sono state effettuate 2 ripetizioni per ogni temperatura (Tabella 4-4).

4.4.4. Prove in controllo di deformazione

Le prove in controllo di deformazione sono state programmate valutando per ogni temperatura, dalle prove in momento torcente, le velocità di deformazione adeguate al fine di rimanere al di sotto dei limiti strumentali. Sono state quindi scelte due velocità di deformazione, 0,05%/s e 0,1%/s, e sono state effettuate due ripetizioni per ogni temperatura e velocità di deformazione (Tabella 4-5).

4.5. Presentazione dei risultati delle prove

Nel corso di questo paragrafo vengono effettuate delle valutazioni qualitative preliminari sui risultati ottenuti, in termini di morfologia di frattura e di comportamento a rottura.

4.5.1. Morfologia di rottura

Nelle Tabelle seguenti, vengono riportate, per ogni prova, le immagini delle condizioni del campione al termine della prova.

Tabella 4-7 Morfologia di rottura- Prove in controllo di tensione



Т	Velocità di deformazione 0,05%/s					
[°C]	D1	D2				
-5						
-10						
-15						

Tabella 4-8 Morfologia di rottura- Prove in controllo di deformazione 0,05%/s



Tabella 4-9 Morfologia di rottura- Prove in controllo di deformazione 0,1%/s

Se ci si limita a delle prime valutazioni grafiche, si può osservare che il provino presenta una frattura che si instaura nella zona di contatto tra i piatti e di propaga fino al centro, con un'elevata velocità di propagazione.

Come già illustrato nel Capitolo 3, nel caso di un provino sollecitato al DSR tramite sollecitazioni di tipo ciclico, le fessura si presenta perpendicolarmente all'asse longitudinale del campione, e si propaga in direzione radiale sino a separarlo in due parti.

Risulta immediatamente evidente quindi, la differenza di comportamento riscontrata tra le due differenti modalità di sollecitazione.

4.5.2. Prove in controllo di momento torcente

I risultati delle prove in controllo di momento torcente vengono presentati in forma sintetica nella Tabella 4-10.

T [°C]	News		Caratteristiche a rottura		
	Nome Gap [mm]		Shear Stress [kPa]	Strain [%]	
F	M1	5,817	3,46E+03	14,9	
-5	M2	5,318	4,69E+03	15,8	
-10	M1	5,131	3,29E+03	3,95	
	M2	4,944	2,72E+03	2,84	
-15	M1	5,099	3,54E+03	2,63	
	M2	5 <i>,</i> 074	2,88E+03	1,87	

Tabella 4-10 Risultati prove in controllo di momento torcente

Dalle prime osservazioni sui risultati ottenuti, si può notare che la tensione massima a rottura, rimane per tutte le temperature compresa tra 2,88 MPa e 4,69 MPa, valori estremi che si hanno rispettivamente per -15°C e -5°C.

Al diminuire della temperatura il materiale si irrigidisce, presentando una deformazione a rottura inferiore.

Questo si può osservare meglio in Figura 4.18, nella quale vengono messe a confronto le differenti prove in termini di diagrammi sforzo-deformazioni. Viene indicato per ogni prova il gap corrispondente, poiché influenza le caratteristiche a rottura. Si può osservare dalla Figura l'irrigidimento del materiale con la temperatura, e la buona ripetibilità tra le due prove alle stesse condizioni.



Figura 4.18 Prove in controllo di momento torcente

4.5.3. Prove in controllo di deformazione

I risultati delle prove in controllo di deformazione vengono presentati in Tabella 4-11.

TINCI	N		Caratteristiche	a rottura
Γ[C]	Nome	Gap [mm]	Shear Stress [kPa]	Strain [%]
	D1	5,179	2,94E+03	21,8
-5	D2	5,043	3,10E+03	13,4
	D3	4,658	2,32E+03	4,62
	D4	5,416	3,20E+03	6,89
	D1	5,154	2,92E+03	2,72
-10	D2	4,966	3,40E+03	4,39
	D3	5,194	4,38E+03	4,27
	D4	5,214	4,49E+03	4,94
	D1	5,135	4,11E+03	2,05
-15	D2	4,697	4,43E+03	2,61
	D3	5,074	4,88E+03	2,27
	D4	4,856	4,59E+03	2,24

Tabella 4-11 Prove in controllo di deformazione

Osservando i risultati ottenuti, si può notare che la tensione massima a rottura è compresa tra 2,32 MPa e 4,88MPa valori estremi che si hanno rispettivamente per -5°C e -15°C. Il range di tensioni massime a rottura risulta essere lo stesso di quello ottenuto dalle prove in controllo di momento torcente.

Si osserva anche in questo caso una diminuzione della deformazione a rottura a seguito del decremento di temperatura.

Valutando i diagrammi sforzo-deformazioni riportati di seguito, possiamo notare che, per la stessa temperatura, il materiale tende ad irrigidirsi se sollecitato con un gradiente di deformazione maggiore (Figure 4.15, 4.16, 4.17).

A parità di gradiente di deformazione, invece, si ha un decremento di rigidità in corrispondenza di un aumento di temperatura (Figure 4.18, 4.19).

Si può notare, inoltre, che il comportamento del materiale a -5°C risulta essere molto più sensibile al gradiente di deformazione e si discosta in maniera netta dal comportamento che si ottiene alle altre due temperature.

L'andamento delle curve ottenute a -10°C e a -15°C, invece, si presenta meno sensibile alla variazione di gradiente di deformazione.



Figura 4.19 Prove in controllo di deformazione ($T = -5^{\circ}C$)



Figura 4.20 Prove in controllo di deformazione ($T = -10^{\circ}C$)



Figura 4.21 Prove in controllo di deformazione ($T = -15^{\circ}C$)



Figura 4.22 Prove in controllo di deformazione (0,05%/s)



Figura 4.23 Prove in controllo di deformazione (0,1%/s)

4.6. Conclusione

Il protocollo dell'indagine sperimentale è stato valutato tramite una serie di prove conoscitive, effettuando successive correzioni alla prova in funzione delle osservazioni sperimentali. A seguito quindi della definizione di un programma di prova definitivo, ne è stata valutata in primo luogo la ripetibilità ed in secondo luogo la possibilità di poter effettuare un'analisi di caratterizzazione a rottura del materiale.

I risultati dell'indagine vengono quindi riportati ed analizzati nel Capitolo seguente

5.ANALISI E DISCUSSIONE DEI RISULTATI

Nel seguente capitolo si procede, infine, all'analisi dei dati sperimentali e alla successiva discussione dei risultati. L'analisi viene effettuata nell'ipotesi che, la componente di sforzo normale sia trascurabile in quanto molto inferiore rispetto alle tensioni di taglio.

I risultati ottenuti dalle prove a rottura sono stati modellati tramite il principio di corrispondenza elastico-viscoelastico di Shapery e successivamente discussi.

5.1. Principio di corrispondenza elasticoviscoelastico

Il principio di corrispondenza elastico-viscoelastico di Shapery (Schapery 1984), come già introdotto nel Capitolo 3, comporta l'eliminazione degli effetti della viscoelasticità rimpiazzando le deformazioni fisiche con delle pseudo-deformazioni (*pseudo-strain*).

Un materiale, in generale, viene definito con comportamento lineare quando valgono le seguenti proprietà:

• Proporzionalità

$$R\{cI\} = cR\{I\} \tag{5.1}$$

• Principio di sovrapposizione degli effetti

$$R\{I_a + I_b\} = R\{I_a\} + R\{I_a\}$$
(5.2)

dove:

- R rappresenta la risposta di output;
- I l'input;
- C è una costante.

Ad esempio in una prova di creep, la tensione applicata costituisce l'input I, mentre la deformazione rappresenta la risposta R; viceversa in una prova di rilassamento l'input è la deformazione impressa e la risposta la tensione da essa generata.

Il rapporto tra la risposta e l'input fornisce la grandezza che definisce il legame costitutivo del materiale: nel caso di una prova di creep il rapporto tra la risposta e l'input viene definito modulo di creep, D(t), mentre per prove di rilassamento modulo di rilassamento E(t).

Si può definire una funzione (*Heaviside Function*) $H(t - \tau)$ come una funzione a gradini, tale per cui:

$$\begin{cases} H(t-\tau) = 0 & per \ t < \tau \\ H(t-\tau) = 1 & per \ t > \tau \end{cases}$$
(5.3)

L'input, applicato in $t = \tau_0$, verrà quindi definito nella forma seguente:

$$I = \Delta I \cdot H(t - \tau) \tag{5.4}$$

Applicando il principio di proporzionalità:

$$R\{\Delta I \cdot H(t-\tau)\} = \Delta I \cdot R\{H(t-\tau)\} = \Delta I \cdot R_H$$
(5.5)

in cui:

• R_H rappresenta l'unità di risposta all'input.

Per una prova di creep, ad esempio, l'input è pari al prodotto della tensione per una funzione H(t); si avrà quindi:

$$\varepsilon\{\sigma_0 \cdot H(t)\} = \sigma_0 \cdot \varepsilon\{H(t)\} = \sigma_0 \cdot R_H \tag{5.6}$$

La risposta R_H sarà quindi definita come:

$$\varepsilon\{H(t)\} = R_H \tag{5.7}$$

Si osserva inoltre che:

$$D(t) = \frac{R(t)}{I} = \frac{\sigma_0 \cdot \varepsilon \{H(t)\}}{\sigma_0} = \varepsilon \{H(t)\} = R_H$$
(5.8)

Nel caso di due gradini di carico (uno applicato in τ_0 , ed uno applicato in τ_1), si può applicare il principio di sovrapposizione degli effetti:

$$R\{I\} = R\{I_a\} + R\{I_a\} = \Delta I_0 \cdot R_H(t - \tau_0) + \Delta I_1 \cdot R_H(t - \tau_1)$$
(5.9)

Per N+1 step:

$$R\{I\} = \sum_{i=0}^{N} \Delta I_i \cdot R_H (t - \tau_i)$$
 (5.10)

Definendo l'input di carico come una curva continua bisogna operare il limite della sommatoria per N che tende ad infinito:

$$R\{I\} = \int_0^t R_H(t-\tau) \frac{dI}{d\tau} d\tau$$
(5.11)

L'integrale dell'Equazione 5.11, rappresenta un integrale di convoluzione e definisce la risposta R a seguito di un input di sollecitazione I.

Nel caso di una prova di creep si avrà quindi:

$$\varepsilon(t) = \int_0^t D(t-\tau) \frac{d\sigma}{d\tau} d\tau$$
 (5.12)

138

Nel caso di una prova di rilassamento invece:

$$\sigma(t) = \int_0^t E(t-\tau) \frac{d\varepsilon}{d\tau} d\tau$$
 (5.13)

I moduli E(t) e D(t) possono essere ricavati per via sperimentale o attraverso il modello teorico delle serie di Prony, basato come già introdotto nel Capitolo Il sui modelli analogici generalizzati di comportamento:

$$D(t) = D_q + \sum_{\nu=1}^{V} D_{\nu} (1 - e^{-t/\tau_{\nu}})$$
(5.14)

in cui:

- D(t) rappresenta il modulo di creep;
- *D_q* rappresenta il modulo di creep per t che tende ad infinito (posto pari a zero nei bitumi);
- D_v , τ_v sono i coefficienti di Prony;
- V rappresenta il numero dei coefficienti di Prony.

$$E(t) = E_{\infty} + \sum_{m=1}^{M} E_m \cdot e^{-t/\rho_m}$$
 (5.15)

in cui:

- E(t) rappresenta il modulo di rilassamento;
- *E*_∞ rappresenta il modulo di rilassamento per t che tende ad infinito (posto pari a zero nei bitumi);
- E_m , ρ_m sono i coefficienti di Prony;
- M rappresenta il numero dei coefficienti di Prony.

Inserendo quindi le espressioni delle serie di Prony nelle Equazioni 5.12 e 5.13, si ottiene la formulazione del problema delle pseudo-strain.

La soluzione numerica può essere determinata passando tramite il metodo delle *State Variable.*

Se l'input è la tensione (prova di creep), il problema sarà risolto nel modo seguente:

$$\varepsilon(t) = \int_0^t \left(D_q + \sum_{\nu=1}^V D_\nu (1 - e^{-t/\tau_\nu}) \right) \frac{d\sigma}{d\tau} d\tau$$
(5.16)

$$\varepsilon^{n+1} = \mu_0^{n+1} + \sum_{i=0}^{M} D_i \cdot \mu_i^{n+1}$$
(5.17)

in cui:

• μ_0^{n+1} , D_i , μ_i^{n+1} sono le variabili del modello.

Se l'input è la deformazione si procede nel seguente modo:

$$\sigma(t) = \int_0^t \left(E_\infty + \sum_{m=1}^M E_m \cdot e^{-t/\rho_m} \right) \frac{d\varepsilon}{d\tau} d\tau$$
(5.18)

$$\gamma^{R} = \frac{1}{G_{R}} \int_{0}^{t} \left(E_{\infty} + \sum_{m=1}^{M} E_{m} \cdot e^{-t/\rho_{m}} \right) \frac{d\varepsilon}{d\tau} d\tau$$
(5.19)

$$\gamma^{R^{n+1}} = \psi_0^{n+1} + \sum_{m=1}^{N} \psi_m^{n+1}$$
(5.20)

in cui:

- γ^R è la pseudo-strain;
- $\psi_0^{n+1} = E_{\infty}(\varepsilon^{n+1})$, assente nei bitumi;

140

•
$$\psi_m^{n+1} = e^{-\Delta t_R/\rho_m} \psi_m^n + E_m \cdot \rho_m \left(\frac{\varepsilon^{n+1}-\varepsilon^n}{\Delta t_R}\right) \left[1 - e^{-\Delta t_R/\rho_m}\right];$$

• G_R è un modulo di riferimento arbitrario generalmente posto pari ad 1.

5.2. Analisi dei risultati tramite le pseudo-strain

L'analisi dei risultati sperimentali attraverso il modello delle pseudostrain è stata affrontata per le prove in controllo di deformazione, utilizzando le serie di Prony per il calcolo del modulo di rilassamento, come riportato nell'Equazione 5.15.

5.2.1. Determinazione dei coefficienti di Prony

Si procede quindi con il calcolo dei coefficienti di Prony E_m e ρ_m , necessari per la determinazione delle pseudo-strain.

In primo luogo, si impostano dei valori arbitrari di ρ_m [s], scegliendoli pari alle frequenze artificiali ω [rad/s]; le frequenze artificiali, invece, vengono impostate in modo da avere due valori per decade.

Si calcola, a questo punto, il valore del modulo complesso e dell'angolo di fase per ognuna delle frequenze arbitrarie, tramite i parametri del modello CA precedentemente ricavato.

Il modulo G' sarà quindi dato dalla relazione seguente:

$$G' = |G^*| \cdot \cos\left(\frac{\delta x\pi}{180}\right) \tag{5.18}$$

in cui:

• δ rappresenta l'angolo di fase [°].

Si può determinare, quindi, la matrice B_{mi} necessaria per il calcolo dei coefficienti di Prony, inserendo per ogni cella della matrice di colonne ω_i e righe ρ_{mi} , la seguente espressione:

$$B_{mi} = \frac{\omega_i^2 \rho_{mi}^2}{\omega_i^2 \rho_{mi}^2 + 1}$$
(5.19)

in cui:

- ω_i sono le frequenze artificiali [rad/s];
- ρ_{mi} sono i coefficienti di Prony [s].

Determinata la matrice B_{mi} e il vettore G', contenente i valori del modulo G' determinati per ogni frequenza artificiale impostata, si possono determinare i coefficienti E_m come segue:

$$E_m = [B_{mi}]^{-1} x\{E'\}$$
(5.20)

in cui:

- *E_m* sono i coefficienti di Prony;
- $[B_{mi}]^{-1}$ è l'inversa della matrice definita in Equazione 5.19;
- $\{E'\}$ è il vettore dei moduli E' definiti in Equazione 5.18.

La verifica del calcolo dei coefficienti di Prony viene fatta, determinando i valori del modulo complesso tramite le seguenti relazioni:

$$G' = \sum_{i=1}^{m} \frac{E_{mi}\omega_i^2 \rho_{mi}^2}{\omega_i^2 \rho_{mi}^2 + 1}$$
(5.21)

$$G'' = \sum_{i=1}^{m} \frac{E_{mi}\omega_i \rho_{mi}}{\omega_i^2 \rho_{mi}^2 + 1}$$
(5.22)

in cui:

• m rappresenta il numero dei coefficienti di Prony;

142

- E_m , ρ_m sono i coefficienti di Prony;
- ω_i sono le frequenze ridotte riferite alla curva maestra [rad/s].

Il modulo complesso viene ricavato tramite i coefficienti di Prony nel modo seguente:

$$G^* = \sqrt{G'^2 + G''^2} \tag{5.23}$$

È necessario quindi, come strumento di verifica del calcolo, che il modulo complesso ricavato alle frequenze ridotte della curva maestra tramite i coefficienti di Prony coincida con il modulo complesso ottenuto per le stesse frequenze dal modello analitico scelto per la costruzione della curva maestra.

Ricavati in conclusione i coefficienti di Prony, si può procedere con il calcolo delle pseudo-strain.

5.2.2. Calcolo delle pseudo-strain

Il calcolo delle pseudo-strain per le prove in controllo di deformazione, viene effettuato tramite le *state variable*, come definito nell'equazione seguente:

$$\gamma^{R^{n+1}} = \psi_0^{n+1} + \sum_{m=1}^{N} \psi_m^{n+1}$$
 (5.24)

in cui:

• γ^R è la pseudo-strain;

•
$$\psi_0^{n+1} = E_\infty(\varepsilon^{n+1});$$

- ψ_m^{n+1}
- G_R è un modulo di riferimento arbitrario generalmente posto pari ad 1.

Il termine ψ_0^{n+1} si presenta di valore nullo nel caso in esame, poiché l'indagine sperimentale fa riferimento ai leganti bituminosi.

Per ogni prova, dati i coefficienti di Prony calcolati in precedenza, viene valutata la variabile ψ_m^{n+1} nel modo seguente:

$$\psi_m^{n+1} = e^{-\Delta t_R/\rho_m} \psi_m^n + E_m \cdot \rho_m \left(\frac{\varepsilon^{n+1} - \varepsilon^n}{\Delta t_R}\right) \left[1 - e^{-\Delta t_R/\rho_m}\right]$$
(5.25)

in cui:

- Δt_R rappresenta la differenza tra il tempo ridotto dello step n+1 e il tempo ridotto dello step di calcolo precedente;
- ψⁿ_m rappresenta la variabile calcolata nello step precedente, assunta pari a 0 al tempo t=0;
- ρ_m , E_m sono i coefficienti di Prony.

A seguito del calcolo delle pseudo-strain, per ogni step di calcolo, può essere valutato un modulo C, nel modo seguente:

$$C = \frac{\sigma}{\gamma^R} \tag{5.26}$$

in cui:

- σ rappresenta la tensione misurata nello step di calcolo considerato;
- γ^R è la pseudo-strain calcolata nello step di calcolo considerato.

Il modulo C si presenta pari ad 1 nel caso in cui il comportamento segua l'andamento viscoelastico lineare e si riduce nel momento in cui il materiale si discosta dalla linearità, a causa dell'innesco di comportamenti non-lineari e del danneggiamento.
5.2.3. Presentazione dei risultati

Il procedimento di calcolo illustrato, è stato utilizzato al fine di modellare i risultati sperimentali delle prove in controllo di deformazione, in modo da riuscire a depurare dalle curve di comportamento gli effetti della viscoelasticità. L'analisi è stata affrontata in due modi differenti:

- È stato tarato il modello CA su ogni singola prova senza l'utilizzo degli shift factor;
- 2. È stato tarato il CA sull'intero range delle prove effettuate con il piatto da 4mm.

Nel primo caso i coefficienti di Prony sono stati ricavati per ogni singola prova e sulla base di questi è stato effettuato il calcolo delle pseudo-strain.

Nel secondo caso i coefficienti di Prony risultano essere gli stessi per tutte le prove e nel calcolo delle pseudo-strain sono stati inseriti gli shift factor in modo da tener conto della temperatura di riferimento scelta nel CA; è stato infine corretto il risultato finale del calcolo delle pseudo-strain tramite un coefficiente correttivo. Il coefficiente correttivo è stato definito come il secondo valore del modulo C ottenuto dal calcolo non corretto, ed è stato utilizzato come fattore moltiplicativo delle tensioni di taglio fisiche ottenute dalla prova. In questo modo le tensioni sono state corrette al fine di avvicinare i valori sperimentali al modello teorico.

È stato scelto, infine, di valutare il secondo modello di analisi poiché più rappresentativo in termini di comportamento del materiale; nel primo caso, avendo tarato il modello CA su ogni singola prova ci si trascinava nel calcolo gli errori dovuti alla variabilità della singola prova. Il modello corretto, invece, presenta una migliore stima del comportamento a rottura del legante, minimizzando l'aleatorietà di prova. Vengono di seguito mostrati i risultati ottenuti dall'analisi, in termini di diagrammi sforzo fisico corretto/ pseudo-strain.



Figura 5.1 Analisi in pseudo-strain D1 - $T = -5^{\circ}C$



Figura 5.2 Analisi in pseudo-strain D2 - $T = -5^{\circ}C$



Figura 5.3 Analisi in pseudo-strain D3 - T = -5°C



Figura 5.4 Analisi in pseudo-strain D4 - $T = -5^{\circ}C$



Figura 5.5 Analisi in pseudo-strain D1 - T = -10°C



Figura 5.6 Analisi in pseudo-strain D2 - T = -10°C



Figura 5.7 Analisi in pseudo-strain D3 - T = -10°C



Figura 5.8 Analisi in pseudo-strain D4 - T = -10°C



Figura 5.9 Analisi in pseudo-strain D1 - T = -15°C



Figura 5.10 Analisi in pseudo-strain D2 - T = -15°C



Figura 5.11 Analisi in pseudo-strain D3 - T = -15°C



Figura 5.12 Analisi in pseudo-strain D4 - $T = -15^{\circ}C$

5.3. Discussione dei risultati

Si procede ora alla valutazione dei risultati ottenuti tramite il modello di analisi.

Si può notare dai diagrammi riportati che, per le prove a -10°C e a -15°C il campione segue un comportamento che può essere approssimato a quello viscoelastico lineare fino a rottura; non sono presenti, quindi, non-linearità di comportamento e il danneggiamento del provino avviene nel momento in cui esso si rompe.

Ai fini della discussione dei risultati ottenuti dall'analisi, viene scelto come parametro di valutazione il modulo C, che, come precedentemente illustrato, risulta essere di valore unitario in caso il cui il comportamento segue la curva viscoelastica lineare, ed inferiore all'unità nel momento in cui si instaurano fenomeni di non linearità o danneggiamento.

Viene scelto come limite del comportamento viscoelastico lineare, quello corrispondente ad un decremento del modulo C maggiore del 5%.

I risultati numerici relativi al punto in cui la curva di comportamento si discosta dalla linearità, sono riportati in Tabella 5-4.

	PROVA	Valori nel punto di distacco dalla linearità		
T [°C]		Shear stress corretto	Pseudo- strain [-]	
		[kPa]		
-5	D1	1633,98	1729,29	
	D2	2073,94	2195,01	
	D3	2478,63	2625,79	
	D4	2479,03	2625,77	
-10	D1 [*]	2747,36	2692,57	
	D2 [*]	3613,53	3791,46	
	D3	3846,48	4074,47	

Tabella 5-1 Punti di distacco delle curve in termini di pseudo-strain dal comportamento viscoelastico lineare

	D4 [*]	4118,07	4274,64	
	D1 [*]	3703,15	3637,07	
-15	D2 [*]	4343,14	4395,34	
	D3 [*]	4432,73	4562,31	
	D4 [*]	4285,51	4522,15	
*Il distacco dalla linearità avviene a rottura				

I punti determinati in Tabella 5-4 possono essere rappresentati graficamente nel modo seguente:



Figura 5.13 Rappresentazione dei punti per i quali il materiale si distacca dal comportamento lineare

Dalla Figura 5.13 si può osservare che, all'aumentare della temperatura il campione si discosta dal comportamento viscoelastico lineare per valori di tensione e pseudo-deformazione sempre maggiori, coincidenti con i valori a rottura per le prove effettuate a -15°C e a -10°C.

I risultati ottenuti stanno ad indicare che, le curve di comportamento fisiche si discostano dal comportamento lineare esclusivamente a causa della

viscoelasticità lineare a -15°C e a -10°C, mentre a -5°C entrano in gioco fenomeni di non-linearità o danneggiamento.

Al fine di una valutazione qualitativa delle curve di comportamento è stata calcolata la differenza tra l'area sottesa dalla curva di comportamento viscoelastica e quella sottesa dalla curva di comportamento della prova corretta. L'area sottesa alla curva rappresenta, in termini di pseudo-strain, l'energia spesa affinché il campione arrivi a rottura, per unità di volume ed è espressa in kJ.

Il calcolo è stato effettuato per le prove svolte alla temperatura di -5°C, tralasciando le altre due temperature poiché è stato riscontrato che questa differenza risulta prossima allo zero.

Mediando quindi il calcolo in funzione del gradiente di deformazione imposto, si ottengono i seguenti risultati:

	Differenza tra le curve di comportamento in termini energetici, per			
T = -	unità di volume [kJ]			
5°C	0,05% 0,10%			
	3,84E+06	2,46E+05		

Tabella 5-2 Differenza tra le curve di comportamento in termini di pseudo-strain a -5°C

In termini qualitativi, tralasciando la discussione numerica per il numero limitato di prove eseguite, si può osservare come la discrepanza tra il comportamento reale e quello viscoelastico lineare ideale diminuisca all'aumentare del gradiente di deformazione.

5.4. Conclusione

Nel Capitolo è stata, quindi, illustrata la metodologia di analisi utilizzata per la modellazione dei risultati sperimentali.

Nell'analisi, le curve di comportamento sono state depurate dalla viscoelasticità lineare, in accordo con il principio di equivalenza di Shapery, tramite il passaggio dalle deformazioni alle pseudo-deformazioni.

Questo procedimento numerico consente di valutare il comportamento del materiale in funzione di non-linearità e danneggiamento.

E' stato osservato che il materiale si distacca in modo significativo dal comportamento viscoelastico lineare durante la prova per una temperatura di -5°C, mentre per le temperature di -10°C e -15°C esso segue la curva di comportamento viscoelastica lineare con buona approssimazione fino a rottura. Nelle stesse prove a -5°C, inoltre, il materiale presenta un comportamento fortemente non lineare per il gradiente di deformazione di 0,1%/s presenta una discrepanza rispetto al comportamento viscoelastico lineare ti deformazione lineare ridotta.

In conclusione, le analisi effettuate sui dati sperimentali mostrano una buona ripetibilità di prova, come illustrato precedentemente.

La discussione in termini numerici delle caratteristiche a rottura viene però tralasciata in quanto il numero di prove non risulta essere adeguato al fine di poter determinare osservazioni significative.

Conclusioni

La caratterizzazione delle proprietà dei leganti bituminosi alle basse temperature viene affrontata, ai fini progettuali, tramite il BBR; il reometro rotazionale viene invece generalmente utilizzato per la caratterizzazione reologica alle alte ed intermedie temperature a causa di errori strumentali nella misura alle basse temperature. Poiché il fenomeno della fessurazione termica costituisce una delle principali cause di degrado delle pavimentazioni stradali, è sempre più evidente l'esigenza di definire dei protocolli di prova in grado di caratterizzare con maggiore precisione il comportamento alle basse temperature dei leganti bituminosi.

In particolar modo è stato riscontrato come, il reometro, tramite un sistema di misura piatto-piatto di 4mm ed un opportuno modello di correzione degli eventuali errori strumentali, costituisca uno strumento di caratterizzazione migliore del BBR anche alle basse temperature.

In questo contesto, il presente lavoro di tesi illustra una nuova indagine sperimentale di caratterizzazione delle proprietà a rottura dei leganti bituminosi alle basse temperature, tramite l'utilizzo del reometro rotazionale, con sistema di misura piatto-piatto di diametro 4mm.

Il protocollo di prova definitivo è stato sviluppato a seguito di un percorso di valutazioni preliminari, e prevede delle prove di rottura monotone, sia in controllo di tensione che in controllo di deformazione, su un provino cilindrico di altezza 5mm.

Sono state indagate le temperature di -5°C, -10°C e -15°C.

L'analisi dei risultati è stata affrontata in un primo momento tramite la valutazione delle curve fisiche di comportamento e le caratteristiche del provino in condizioni di rottura.

Si osserva quindi che il materiale subisce un irrigidimento in seguito all'abbassamento di temperatura, o equivalentemente all'aumento del gradiente di deformazione nel caso delle prove in controllo di deformazione. Lo step di analisi successivo è stato quello di depurare le curve di comportamento fisiche delle prove in controllo di deformazione, dalla componente temporale, tramite il principio di corrispondenza elastico-viscoelastico di Shapery.

Il principio di corrispondenza elastico-viscoelastico rappresenta il modello di analisi alla base della descrizione del comportamento dei materiali viscoelastici e risulta essere il più opportuno per la modellazione dei risultati ottenuti in quanto il bitume, nonostante si trovi a temperature molto basse presenta ancora una non trascurabile componente viscosa.

L'applicazione del modello prevede quindi il calcolo del modulo di rilassamento, necessario per il passaggio dalle deformazioni fisiche alle pseudo-deformazioni, ricavato tramite le serie di Prony.

Il calcolo delle pseudo-strain viene quindi affrontato tramite i coefficienti di Prony, utilizzando il metodo delle State Variable.

Il passaggio alle pseudo-strain, depura la curva di comportamento del materiale dalla componente tempo-dipendentente; il comportamento viscoelastico lineare si presenta così rettilineo sul piano tensione fisica/pseudo-strain (e corrisponde alla bisettrice nel caso in cui sia stato scelto come fattore di scala arbitrario il valore unitario). Il discostamento della curva reale (quella che fa riferimento alla prova in esame) dalla retta di viscoelasticità lineare definisce, quindi, l'innescarsi di fenomeni di non-linearità e di un danneggiamento del provino.

Sono state quindi riportate le curve di comportamento ottenute in termini di pseudo-strain e i valori per i quali il provino si distacca dalla linearità (viene definito come punto di distacco dalla linearità il punto in cui la pendenza della curva si distacca da quella della retta del 5%).

Si osserva che, già dalla temperatura di -10°C, il materiale segue la retta di viscoelasticità lineare fino a rottura; questo sta ad indicare che la discrepanza con il comportamento lineare presente nelle curve fisiche di comportamento può essere associata completamente alla viscoelasticità lineare e che fino a rottura il materiale non presenta né danneggiamento, né non-linearità.

In conclusione è stata verificata la ripetibilità del protocollo di prova proposto, che restituisce risultati attendibili e congruenti con il comportamento viscoelastico e termo-dipendente del materiale testato.

Il lavoro presenta molteplici vie di sviluppo: vanno valutate temperature e gradienti di deformazione differenti, tipologie di bitume diverse (modificati e non) e gap differenti. Il modello di analisi in pseudo-strain può inoltre essere applicato anche alle prove in controllo di tensione,

In vista delle possibili vie di proseguimento dell'indagine, l'obiettivo raggiunto dal presente progetto di tesi è stato quello di definire il protocollo di prova, tramite valutazioni preliminari progressive, valutandone la ripetibilità, e quello di illustrare un metodo di analisi dei risultati in linea con il comportamento viscoelastico che il materiale presenta anche per basse temperature.

Bibliografia

- Aflaki, Sassan, and Pouria Hajikarimi. 2012. "Implementing Viscoelastic Rheological Methods to Evaluate Low Temperature Performance of Modified Asphalt Binders." *Construction and Building Materials* 36: 110–18. http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2012.04.076.
- Airey, Gordon D. 2002. "Use of Black Diagrams to Identify Inconsistencies in Rheological Data." *Road Materials and Pavement Design* 3(4): 403–24.
- Andriescu, Adrian, and Simon a.M. Hesp. 2009. "Time-temperature Superposition in Rheology and Ductile Failure of Asphalt Binders." *International Journal of Pavement Engineering* 10(April 2015): 229–40.
- Araki, Wakako, Tadaharu Adachi, and Akihiko Yamaji. 2007. "Prediction of Fracture Initiation in Thermo-Viscoelastic Material." *Journal of Thermal Stresses* 30(5): 459–74. http://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/01495730601146402.
- Attane, Pierre. 2000. "Linear Viscoelastic Behavior of Asphalt and Asphalt Based Mastic." *Rheologica Acta* 39: 180–90.
- Baglieri, Orazio. 2015. "Costruzioni Di Strade, Ferrovie Ed Aeroporti." *Corso di Laurea magistrale in Ing. Civile, Politecnico di Torino* 1: 120.

Banerjee, Dwijen K. 2012. Oil Sands, Heavy Oil & Bitumen From Recovery to Refinery.

- Behzadfar, Ehsan, and Savvas G. Hatzikiriakos. 2013. "Viscoelastic Properties and Constitutive Modelling of Bitumen." *Fuel* 108: 391–99. http://dx.doi.org/10.1016/j.fuel.2012.12.035.
- Bhasin, Amit, and Arash Motamed. 2011. "Analytical Models to Characterise Crack Growth in Asphaltic Materials and Healing in Asphalt Binders." International Journal of Pavement Engineering 12(4): 371–83. http://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/10298436.2011.575140.

BinasEnergy. 2016. "Www.binasenergy.com."

Bitumina Hi-Tech pavement binders. 2013. "Www.bitumina.co.uk."

- Blasl, Anita et al. 2017. "Rheological Characterisation and Modelling of Bitumen Containing Reclaimed Components." *International Journal of Pavement Engineering* 8436(October): 1–11. https://doi.org/10.1080/10298436.2017.1321415.
- Bueno, M., M. Hugener, and M. N. Partl. 2014. "Low Temperature Characterization of Bituminous Binders with a New Cyclic Shear Cooling (CSC) Failure Test." *Construction and Building Materials* 58: 16–24. http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.01.101.

Carpinteri, Alberto. 1995a. Scienza Delle Costruzioni 1.

———. 1995b. Scienza Delle Costruzioni 2.

Carret, Jean-Claude et al. 2015. "Road Materials and Pavement Design Comparison of Rheological Parameters of Asphalt Binders Obtained from Bending Beam Rheometer and Dynamic Shear Rheometer at Low Temperatures Comparison of Rheological Parameters of Asphalt Binders Obtained from Bending B." 16(S1): 211–27.

http://www.tandfonline.com/action/journalInformation?journalCode=trmp20.

Chailleux, Emmanuel et al. 2017. "A Mathematical-Based Master-Curve Construction Method Applied to Complex Modulus of Bituminous Materials A Mathematical-Based Master-Curve Construction Method Applied to Complex Modulus of Bituminous Materials."

http://www.tandfonline.com/action/journalInformation?journalCode=trmp20.

- Connan, J. 1999. "Use and Trade of Bitumen in Antiquity and Prehistory: Molecular Archaeology Reveals Secrets of Past Civilizations." *Philosophical Transactions of the Royal Society B: Biological Sciences* 354(1379): 33–50. http://rstb.royalsocietypublishing.org/cgi/doi/10.1098/rstb.1999.0358.
- Connan, Jacques, and Thomas Van de Velde. 2010. "An Overview of Bitumen Trade in the Near East from the Neolithic (c.8000 BC) to the Early Islamic Period." *Arabian Archaeology and Epigraphy* 21(1): 1–19.
- Connan, J, and P Lombard. 1998. "The Archaeological Bitumens of Bahrain from the Early Dilmun Period (C. 2200 BC) to the Sixteenth Century AD: A Problem of Sources and Trade." *Arabian archaeology ...* 9: 141–81. http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1111/j.1600-0471.1998.tb00116.x/full.
- D'Amico, F., G. Carbone, M. M. Foglia, and U. Galietti. 2013. "Moving Cracks in Viscoelastic Materials: Temperature and Energy-Release-Rate Measurements." *Engineering Fracture Mechanics* 98(1): 315–25. http://dx.doi.org/10.1016/j.engfracmech.2012.10.026.
- Enciclopedia Treccani. 1962. "Enciclopedia Degli Idrocarburi: La Reologia." : 2–25.
- Farrar, Michael J, Sang-soo Kim, Troy Pauli, and Jean Pascal Planche. 2014. "8th International RILEM Symposium on Testing and Characterization of Sustainable and Innovative Bituminous Materials, SIB 2015." International Journal of Pavement Research and Technology 7(1).
- Gamby, D, and J Chaoufi. 2000. "Application of Viscoelastic Fracture Criteria to Progressive Crack Propagation in Polymer Matrix Composites." *International Journal of Fracture* 43: 379–99. http://www.springerlink.com/index/H11426306G8W5700.pdf.
- Gauthier, Gilles, and David A. Anderson. 2006. "Fracture Mechanics and Asphalt Binders." *Road Materials and Pavement Design* 7(1): 9–35.

Hammoum, Ferhat et al. 2009. "Experimental and Numerical Analysis of Crack Initiation and Growth in Thin Film of Bitumen." *Road Materials and Pavement Design* 10(1): 39–61. http://www.scopus.com/inward/record.url?eid=2-s2.0-62349122381&partnerID=tZOtx3y1.

Hamrang, Abbas. 2016. "Materials Science and Engineering."

- Harvey, J. A F, and D. Cebon. 2003. "Failure Mechanisms in Viscoelastic Films." *Journal of Materials Science* 38(5): 1021–32.
- Harvey, J A F, and D Cebon. 2005. "Fracture Tests on Bitumen Films." Journal of Materials in Civil Engineering 17(1): 99–106.
- Hintz, Cassie, and Hussain Bahia. 2013. "Understanding Mechanisms Leading to
Asphalt Binder Fatigue in the Dynamic Shear Rheometer." Road Materials and
Pavement Design 14(sup2): 231–51.
http://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/14680629.2013.818818.
- Huang, YH. 2004. "Pavement Analysis and Design."
- Keentok, Matti, and Shi Cheng Xue. 1999. "Edge Fracture in Cone-Plate and Parallel Plate Flows." *Rheologica Acta* 38(4): 321–48.
- Kelly, P. 2015. Solid Mechanics Part I Rheological Models.
- Lesueur, Didier. 2009. "The Colloidal Structure of Bitumen: Consequences on the Rheology and on the Mechanisms of Bitumen Modification." Advances in Colloid and Interface Science.
- Lu, Xiaohu, Petri Uhlback, and Hilde Soenen. 2017. "Investigation of Bitumen Low Temperature Properties Using a Dynamic Shear Rheometer with 4 Mm Parallel Plates." International Journal of Pavement Research and Technology 10(1): 15– 22. http://dx.doi.org/10.1016/j.ijprt.2016.08.010.
- Maillard, Samuel et al. 2004. "Bitumen Healing Investigation Using a Specific Fracture Test." *Road Materials and Pavement Design* 5(October): 45–63.
- Malvern Instruments. 2016. "A Basic Introduction to Rheology." : 1–21.
- Medani, TO., and M Huurman. 2003. "Constructing the Stiffness Master Curves for Asphaltic Mixes."
- Mouazen, Mouhamad, Arnaud Poulesquen, and Bruno Vergnes. 2011. "Correlation between Thermal and Rheological Studies to Characterize the Behavior of Bitumen." *Rheologica Acta* 50(2): 169–78.
- Nahar, S. N., A. J.M. Schmets, A. Scarpas, and G. Schitter. 2013. "Temperature and Thermal History Dependence of the Microstructure in Bituminous Materials." *European Polymer Journal* 49(8): 1964–74. http://dx.doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2013.03.027.
- Petersen, J C et al. 1994. 4 Shrp-a-370 Binder Characterisation and Evaluation, Vol 4: Test Methods.

http://scholar.google.com/scholar?hl=en&btnG=Search&q=intitle:Binder+Char acterization+and+Evaluation+Volume+4+:+Test+M+ethods#1%5Cnhttp://schol ar.google.com/scholar?hl=en&btnG=Search&q=intitle:Binder+characterisation +and+evaluation,+vol+4:+test+methods#2.

- Planche, J. -P. et al. 2004. "Evaluation of Fatigue Properties of Bituminous Binders." *Materials* and *Structures* 37(5): 356–59. http://link.springer.com/10.1007/BF02481683.
- Portillo, O., and D. Cebon. 2012. "Experimental and Numerical Investigation of Fracture Mechanics of Bitumen Beams." *Engineering Fracture Mechanics* 97(1): 281–96. http://dx.doi.org/10.1016/j.engfracmech.2012.10.010.
- Portillo, O, and D Cebon. 2013. "Modeling Mode I Fracture of Bitumen Films." *Journal* of Materials in Civil Engineering 25(October): 1403–15.
- Roberts, Freddy L., Louay N. Mohammad, and L. B. Wang. 2002. "History of Hot Mix Asphalt Mixture Design in the United States." *Journal of Materials in Civil Engineering* 14(4): 279–93.
- Sangiorgi, Cesare, and Francesco Petretto. 2004. "Dalle Prove Tradizionali Allo Zero Shear Viscosity , La Reologia Dei Leganti Bituminosi." *Università di Bologna*: 47– 57.
- Santagata, Ezio, Orazio Baglieri, Lucia Tsantilis, and Davide Dalmazzo. 2013. "Evaluation of Self Healing Properties of Bituminous Binders Taking into Account Steric Hardening Effects." Construction and Building Materials 41: 60–67. http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2012.11.118.
- Schapery, Richard A. 1984. "Correspondence Principles and a generalized Integral for Large Deformation and Fracture Analysis of Viscoelastic Media." *International Journal of Fracture* 25(3): 195–223. http://dx.doi.org/10.1007/BF01140837%5Cnhttp://link.springer.com/article/1 0.1007/BF01140837.
- Schröter, K., S.A. Hutchenson, X. Shi, and Gregory B. McKenna. 2006. "Dynamic Shear Modulus of Glycerol: Corrections due to Instrument Compliance." *The Journal of Chemical Physics*.
- Shell Bitumen U.K. 1990. The Shell Bitumen Handbook.
- Singh, Himmat, and Pankaj Kumar Jain. 1997. "Bitumen Quality and Manufacturing Processes - Past and Present Technological Status." *Indian Journal of Chemical Technology* 4(6): 259–76.
- Smith, William F., and Javad Hashemi. 2008. Scienza E Tecnologia Dei Materiali.
- Subhy, Ayad. 2017. "Advanced Analytical Techniques in Fatigue and Rutting Related
Characterisations of Modified Bitumen: Literature Review." Construction and
BuildingBuildingMaterials156:28–45.

https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.08.147.

- Sui, Changping. 2008. "Determination of Low-Temperature Properties of Asphalt Using Dynamic Shear Rheology."
- University of Colorado Boulder. 2016. "Torsion of Circular Section." *Introduction to Aerospace Structures (ASEN 3112)*: 10.
- Velasquez, Raul. 2016. "Physical Hardening of Asphalt Binders Investigation of Low Temperature Cracking in Asphalt Pavements National Pooled Fund Study – Phase II Task 2 - Expand Phase I Test Matrix with Additional Field." (April).
- Yusoff, Nur Izzi Md, Gordon D. Airey, and Mohd Rosli Hainin. 2010. "Predictability of Complex Modulus Using Rheological Models."
- Yusoff, Nur Izzi Md, Montgomery T. Shaw, and Gordon D. Airey. 2011. "Modelling the Linear Viscoelastic Rheological Properties of Bituminous Binders." *Construction and Building Materials* 25(5): 2171–89. http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2010.11.086.

Allegato 1

	Dati frequency sweep			
	Т	Angular frequency	Complex Modulus	Phase Angle
	[°C]	[rad/s]	[Pa]	[°]
	-1,50E+01	1,00E+00	2,75E+08	1,47E+01
	-1,50E+01	1,58E+00	2,95E+08	1,39E+01
	-1,50E+01	2,51E+00	3,16E+08	1,32E+01
	-1,50E+01	3,98E+00	3,38E+08	1,24E+01
	-1,50E+01	6,31E+00	3,59E+08	1,18E+01
M1	-1,50E+01	1,00E+01	3,81E+08	1,11E+01
	-1,50E+01	1,58E+01	4,02E+08	1,05E+01
	-1,50E+01	2,51E+01	4,23E+08	9,86E+00
	-1,50E+01	3,98E+01	4,45E+08	9,28E+00
	-1,50E+01	6,31E+01	4,72E+08	8,65E+00
	-1,50E+01	1,00E+02	4,86E+08	8,15E+00
	-1,50E+01	1,00E+00	2,94E+08	1,42E+01
	-1,50E+01	1,58E+00	3,15E+08	1,34E+01
	-1,50E+01	2,51E+00	3,37E+08	1,27E+01
	-1,50E+01	3,98E+00	3,59E+08	1,20E+01
	-1,50E+01	6,31E+00	3,81E+08	1,14E+01
M2	-1,50E+01	1,00E+01	4,03E+08	1,08E+01
	-1,50E+01	1,58E+01	4,25E+08	1,01E+01
	-1,50E+01	2,51E+01	4,46E+08	9,57E+00
	-1,50E+01	3,98E+01	4,68E+08	9,00E+00
	-1,50E+01	6,31E+01	4,96E+08	8,40E+00
	-1,50E+01	1,00E+02	5,11E+08	7,91E+00
	-1,00E+01	1,00E+00	1,99E+08	1,76E+01
	-1,00E+01	1,58E+00	2,17E+08	1,68E+01
	-1,00E+01	2,51E+00	2,36E+08	1,60E+01
	-1,00E+01	3,98E+00	2,56E+08	1,53E+01
	-1,00E+01	6,31E+00	2,76E+08	1,45E+01
IM1	-1,00E+01	1,00E+01	2,96E+08	1,38E+01
	-1,00E+01	1,30E+01	3,17E+00	1,310+01
			3,30E+00 3 6∩E±00	1,20ETUI 1 19E±01
		3,90⊑+U1 6 31⊑±01	3,00E+00 3 88E±09	1,10E+01
			4,03⊏+00	1,00=+01

	-1,00E+01	1,00E+00	2,10E+08	1,77E+01
	-1,00E+01	1,58E+00	2,29E+08	1,68E+01
	-1,00E+01	2,51E+00	2,49E+08	1,60E+01
	-1,00E+01	3,98E+00	2,70E+08	1,52E+01
	-1,00E+01	6,31E+00	2,92E+08	1,45E+01
M2	-1,00E+01	1,00E+01	3,13E+08	1,38E+01
	-1,00E+01	1,58E+01	3,35E+08	1,31E+01
	-1,00E+01	2,51E+01	3,58E+08	1,24E+01
	-1,00E+01	3,98E+01	3,81E+08	1,18E+01
	-1,00E+01	6,31E+01	4,09E+08	1,10E+01
	-1,00E+01	1,00E+02	4,27E+08	1,05E+01
	-5,00E+00	1,00E+00	1,40E+08	2,13E+01
	-5,00E+00	1,58E+00	1,56E+08	2,03E+01
	-5,00E+00	2,51E+00	1,72E+08	1,94E+01
	-5,00E+00	3,98E+00	1,89E+08	1,85E+01
	-5,00E+00	6,31E+00	2,08E+08	1,77E+01
M2	-5,00E+00	1,00E+01	2,27E+08	1,69E+01
	-5,00E+00	1,58E+01	2,46E+08	1,61E+01
	-5,00E+00	2,51E+01	2,67E+08	1,54E+01
	-5,00E+00	3,98E+01	2,88E+08	1,46E+01
	-5,00E+00	6,31E+01	3,16E+08	1,36E+01
	-5,00E+00	1,00E+02	3,32E+08	1,32E+01
	-5,00E+00	1,00E+00	1,69E+08	2,02E+01
	-5,00E+00	1,58E+00	1,87E+08	1,93E+01
	-5,00E+00	2,51E+00	2,06E+08	1,84E+01
	-5,00E+00	3,98E+00	2,25E+08	1,75E+01
	-5,00E+00	6,31E+00	2,46E+08	1,67E+01
D1	-5,00E+00	1,00E+01	2,67E+08	1,59E+01
	-5,00E+00	1,58E+01	2,89E+08	1,51E+01
	-5,00E+00	2,51E+01	3,12E+08	1,44E+01
	-5,00E+00	3,98E+01	3,35E+08	1,37E+01
	-5,00E+00	6,31E+01	3,64E+08	1,27E+01
	-5,00E+00	1,00E+02	3,83E+08	1,22E+01
	-5,00E+00	1,00E+00	1,79E+08	1,93E+01
	-5,00E+00	1,58E+00	1,96E+08	1,84E+01
-	-5,00E+00	2,51E+00	2,15E+08	1,76E+01
D2	-5,00E+00	3,98E+00	2,35E+08	1,68E+01
	-5,00E+00	6,31E+00	2,56E+08	1,60E+01
	-5,00E+00	1,00E+01	2,77E+08	1,53E+01
	-5,00E+00	1,58ヒ+01	2,99E+08	1,46E+01

165

	-5,00E+00	2,51E+01	3,21E+08	1,39E+01
	-5,00E+00	3,98E+01	3,44E+08	1,32E+01
	-5,00E+00	6,31E+01	3,72E+08	1,23E+01
	-5,00E+00	1,00E+02	3,90E+08	1,19E+01
	-5,00E+00	1,00E+00	1,67E+08	1,89E+01
	-5,00E+00	1,58E+00	1,84E+08	1,81E+01
	-5,00E+00	2,51E+00	2,01E+08	1,73E+01
	-5,00E+00	3,98E+00	2,19E+08	1,65E+01
	-5,00E+00	6,31E+00	2,38E+08	1,58E+01
D3	-5,00E+00	1,00E+01	2,57E+08	1,51E+01
	-5,00E+00	1,58E+01	2,77E+08	1,44E+01
	-5,00E+00	2,51E+01	2,97E+08	1,37E+01
	-5,00E+00	3,98E+01	3,18E+08	1,30E+01
	-5,00E+00	6,31E+01	3,45E+08	1,22E+01
	-5,00E+00	1,00E+02	3,62E+08	1,17E+01
	-5,00E+00	1,00E+00	1,68E+08	1,95E+01
	-5,00E+00	1,58E+00	1,85E+08	1,86E+01
	-5,00E+00	2,51E+00	2,03E+08	1,78E+01
	-5,00E+00	3,98E+00	2,22E+08	1,69E+01
	-5,00E+00	6,31E+00	2,42E+08	1,62E+01
D4	-5,00E+00	1,00E+01	2,62E+08	1,54E+01
	-5,00E+00	1,58E+01	2,83E+08	1,47E+01
	-5,00E+00	2,51E+01	3,04E+08	1,40E+01
	-5,00E+00	3,98E+01	3,26E+08	1,33E+01
	-5,00E+00	6,31E+01	3,55E+08	1,23E+01
	-5,00E+00	1,00E+02	3,71E+08	1,19E+01
	-1,00E+01	1,00E+00	2,48E+08	1,55E+01
	-1,00E+01	1,58E+00	2,68E+08	1,48E+01
	-1,00E+01	2,51E+00	2,89E+08	1,41E+01
	-1,00E+01	3,98E+00	3,10E+08	1,34E+01
	-1,00E+01	6,31E+00	3,31E+08	1,27E+01
D1	-1,00E+01	1,00E+01	3,52E+08	1,21E+01
	-1,00E+01	1,58E+01	3,74E+08	1,14E+01
	-1,00E+01	2,51E+01	3,95E+08	1,08E+01
	-1,00E+01	3,98E+01	4,17E+08	1,02E+01
	-1,00E+01	6,31E+01	4,45E+08	9,57E+00
	-1,00E+01	1,00E+02	4,61E+08	9,11E+00
	-1,00E+01	1,00E+00	2,42E+08	1,61E+01
D2	-1,00E+01	1,58E+00	2,62E+08	1,53E+01
	-1,00E+01	2,51E+00	2,83E+08	1,46E+01

	-1,00E+01	3,98E+00	3,04E+08	1,38E+01
	-1,00E+01	6,31E+00	3,26E+08	1,32E+01
	-1,00E+01	1,00E+01	3,47E+08	1,25E+01
	-1,00E+01	1,58E+01	3,69E+08	1,18E+01
	-1,00E+01	2,51E+01	3,92E+08	1,12E+01
	-1,00E+01	3,98E+01	4,14E+08	1,06E+01
	-1,00E+01	6,31E+01	4,42E+08	9,90E+00
	-1,00E+01	1,00E+02	4,59E+08	9,40E+00
	-1,00E+01	1,00E+00	2,47E+08	1,63E+01
	-1,00E+01	1,58E+00	2,68E+08	1,55E+01
	-1,00E+01	2,51E+00	2,89E+08	1,47E+01
	-1,00E+01	3,98E+00	3,11E+08	1,39E+01
	-1,00E+01	6,31E+00	3,33E+08	1,32E+01
D3	-1,00E+01	1,00E+01	3,55E+08	1,25E+01
	-1,00E+01	1,58E+01	3,78E+08	1,18E+01
	-1,00E+01	2,51E+01	4,00E+08	1,12E+01
	-1,00E+01	3,98E+01	4,23E+08	1,05E+01
	-1,00E+01	6,31E+01	4,52E+08	9,80E+00
	-1,00E+01	1,00E+02	4,68E+08	9,29E+00
	-1,00E+01	1,00E+00	2,55E+08	1,56E+01
	-1,00E+01	1,58E+00	2,76E+08	1,49E+01
	-1,00E+01	2,51E+00	2,97E+08	1,41E+01
	-1,00E+01	3,98E+00	3,18E+08	1,34E+01
	-1,00E+01	6,31E+00	3,40E+08	1,28E+01
D4	-1,00E+01	1,00E+01	3,62E+08	1,21E+01
	-1,00E+01	1,58E+01	3,85E+08	1,15E+01
	-1,00E+01	2,51E+01	4,07E+08	1,09E+01
	-1,00E+01	3,98E+01	4,30E+08	1,03E+01
	-1,00E+01	6,31E+01	4,58E+08	9,61E+00
	-1,00E+01	1,00E+02	4,74E+08	9,15E+00
	-1,50E+01	1,00E+00	3,74E+08	1,25E+01
	-1,50E+01	1,58E+00	3,97E+08	1,18E+01
	-1,50E+01	2,51E+00	4,21E+08	1,12E+01
	-1,50E+01	3,98E+00	4,45E+08	1,05E+01
D1	-1,50E+01	6,31E+00	4,69E+08	9,92E+00
	-1,50E+01	1,00E+01	4,92E+08	9,32E+00
	-1,50E+01	1,58E+01	5,15E+08	8,76E+00
	-1,50E+01	2,51E+01	5,38E+08	8,22E+00
	-1,50E+01	3,98E+01	5,60E+08	7,71E+00
	-1,50E+01	6,31E+01	5,88E+08	7,19E+00

167

	-1,50E+01	1,00E+02	6,03E+08	6,72E+00
	-1,50E+01	1,00E+00	3,43E+08	1,28E+01
	-1,50E+01	1,58E+00	3,65E+08	1,21E+01
	-1,50E+01	2,51E+00	3,87E+08	1,14E+01
	-1,50E+01	3,98E+00	4,10E+08	1,08E+01
	-1,50E+01	6,31E+00	4,32E+08	1,01E+01
D2	-1,50E+01	1,00E+01	4,54E+08	9,52E+00
	-1,50E+01	1,58E+01	4,76E+08	8,94E+00
	-1,50E+01	2,51E+01	4,97E+08	8,38E+00
	-1,50E+01	3,98E+01	5,18E+08	7,85E+00
	-1,50E+01	6,31E+01	5,44E+08	7,32E+00
	-1,50E+01	1,00E+02	5,59E+08	6,83E+00
	-1,50E+01	1,00E+00	3,67E+08	1,30E+01
	-1,50E+01	1,58E+00	3,91E+08	1,23E+01
	-1,50E+01	2,51E+00	4,15E+08	1,15E+01
	-1,50E+01	3,98E+00	4,39E+08	1,09E+01
	-1,50E+01	6,31E+00	4,63E+08	1,02E+01
D3	-1,50E+01	1,00E+01	4,87E+08	9,57E+00
	-1,50E+01	1,58E+01	5,10E+08	8,98E+00
	-1,50E+01	2,51E+01	5,33E+08	8,41E+00
	-1,50E+01	3,98E+01	5,56E+08	7,87E+00
	-1,50E+01	6,31E+01	5,84E+08	7,33E+00
	-1,50E+01	1,00E+02	6,00E+08	6,83E+00
	-1,50E+01	1,00E+00	3,55E+08	1,36E+01
	-1,50E+01	1,58E+00	3,80E+08	1,28E+01
	-1,50E+01	2,51E+00	4,04E+08	1,20E+01
	-1,50E+01	3,98E+00	4,29E+08	1,13E+01
	-1,50E+01	6,31E+00	4,53E+08	1,06E+01
D4	-1,50E+01	1,00E+01	4,77E+08	9,92E+00
	-1,50E+01	1,58E+01	5,01E+08	9,29E+00
	-1,50E+01	2,51E+01	5,24E+08	8,69E+00
	-1,50E+01	3,98E+01	5,47E+08	8,11E+00
	-1,50E+01	6,31E+01	5,74E+08	7,55E+00
	-1,50E+01	1,00E+02	5,91E+08	7,02E+00