

POLITECNICO DI TORINO

Corso di Laurea Magistrale in Ingegneria Civile

STUDIO COMPARATIVO DI PROTOCOLLI SPERIMENTALI PER LA VALUTAZIONE DELLA CAPACITÀ DI AUTORIPARAZIONE DI LEGANTI BITUMINOSI



Relatore:

Prof. Orazio BAGLIERI

Correlatori:

Prof. Ezio SANTAGATA

Ing. Lucia TSANTILIS

Ing. Fabrizio MIGLIETTA

Candidato:

Giuliana BRIGUGLIO

Sommario

INTRODUZIONE	9
1. STATO DELL'ARTE	13
1.1 Rottura per fatica nelle pavimentazioni flessibili	13
1.2 L'autoriparazione nei leganti bituminosi	17
2. APPROCCI SPERIMENTALI	25
2.1 Approccio sperimentale sviluppato presso il Politecnico di Torino.....	25
2.2 Approccio sperimentale sviluppato presso l'Università Politecnica delle Marche.....	35
2.3 Approccio sperimentale sviluppato presso la Beijing University of Technology	46
3. PROGRAMMA SPERIMENTALE.....	57
3.1 Strumentazione.....	57
3.2 Materiali.....	61
3.3 Preparazione dei campioni.....	65
3.4 Protocollo sperimentale sviluppato presso il Politecnico di Torino.....	68
3.5 Protocollo sperimentale sviluppato presso l'Università Politecnica delle Marche.....	71
3.6 Protocollo sperimentale sviluppato presso la Beijing University of Technology	73
4. ANALISI DATI.....	77
4.1 Risultati protocollo sperimentale sviluppato presso il Politecnico di Torino	77
4.2 Risultati protocollo sperimentale sviluppato presso l'Università Politecnica delle Marche.....	90
4.3 Risultati protocollo sperimentale della Beijing University of Technology .	96
5. CONCLUSIONI	107
Bibliografia.....	111
Sitografia	112

Indice delle figure

Figura 1 Fessurazione a "pelle di coccodrillo" (Riviera, 2016/2017).....	14
Figura 2 Stati di sollecitazione nella sovrastruttura (Riviera, 2016/2017).....	15
Figura 3 Curve di fatica (Riviera, 2016/2017)	15
Figura 4 Meccanismi in competizione di Fatica e Healing (Ayar, Moreno-Navarro, & Rubio-Gamez, 2015).....	17
Figura 5 Limite di Viscoelasticità Lineare	27
Figura 6 Prova di Healing (Baglieri & Tsantilis)	28
Figura 7 Prova di Steric Hardening (Baglieri & Tsantilis)	29
Figura 8 Recupero di energia a differenti livelli di danno (Baglieri & Tsantilis) .	34
Figura 9 Calcolo $T_{isostiffness}$	36
Figura 10 Numero di cicli di carico iniziali N_0 (Canestrari, Stimilli, & Mazzoni, Self-Healing testing protocol and modelling)	37
Figura 11 Evoluzione del modulo viscoso in funzione del tempo (Canestrari, Stimilli, & Mazzoni, Self-Healing testing protocol and modelling).....	38
Figura 12 Evoluzione del modulo viscoso in funzione del numero di cicli di carico (Canestrari, Stimilli, & Mazzoni, Self-Healing testing protocol and modelling) .	38
Figura 13 Numero di cicli di carico dopo ogni i -esimo periodo di riposo necessari al raggiungimento del livello di danno selezionato (Canestrari, Stimilli, & Mazzoni, Self-Healing testing protocol and modelling)	40
Figura 14 Curve maestre in regime oscillatorio (Riviera, 2016/2017)	47
Figura 15 Curve maestre per varie temperature (Riviera, 2016/2017)	48
Figura 16 Curva tensione tangenziale-deformazione risultato prova LAS (Xie, Castorena, Wang, & Kim, 2017)	49
Figura 17 Definizione di rottura a fatica: risultato di prova LAS (Xie, Castorena, Wang, & Kim, 2017).....	50
Figura 18 Calcolo parametro m	51
Figura 19 DCC (Xie, Castorena, Wang, & Kim, 2017).....	53
Figura 20 LAS vs LASH (Xie, Castorena, Wang, & Kim, 2017).....	54
Figura 21 Reometro Physica MCR 301	57
Figura 22 Sistema piatto-piatto.....	59

Figura 23 PP08	60
Figura 24 Analisi SARA	62
Figura 25 Black diagram.....	63
Figura 26 Curve maestre in termini di modulo complesso	63
Figura 27 Curve maestre in termini di angolo di fase.....	64
Figura 28 Prelievo materiale e posizionamento in cassero di silicone	65
Figura 29 Campione dopo il riscaldamento in forno	65
Figura 30 Campione dopo il raffreddamento in congelatore	66
Figura 31 Campione posizionato tra i due piatti	66
Figura 32 Campione dopo la rasatura	66
Figura 33 Curve test di Strain Amplitude Sweep bitume 40/60.....	78
Figura 34 Curve test di Strain Amplitude Sweep bitume 70/100.....	78
Figura 35 Fasi di fatica ΔW_0 15% bitume 40/60	79
Figura 36 Fasi di fatica ΔW_0 30% bitume 40/60	79
Figura 37 Fasi di fatica ΔW_0 35% bitume 40/60	80
Figura 38 Fasi di fatica ΔW_0 50% bitume 40/60	80
Figura 39 Fasi di fatica ΔW_0 15% bitume 70/100	80
Figura 40 Fasi di fatica ΔW_0 30% bitume 70/100	81
Figura 41 Fasi di fatica ΔW_0 35% bitume 70/100	81
Figura 42 Fasi di fatica ΔW_0 50% bitume 70/100	81
Figura 43 Recupero di energia nella fase di riposo ai diversi livelli di danno bitume 40/60	85
Figura 44 Recupero di energia nella fase di riposo ai diversi livelli di danno bitume 70/100.....	86
Figura 45 Energia recuperabile a tempo di riposo infinito in funzione dell'energia dissipata.....	88
Figura 46 Energia recuperata con due ore di riposo in funzione dell'energia dissipata.....	88
Figura 47 Test di Healing protocollo Università Politecnica delle Marche bitume 40/60	90

Figura 48 Test di Healing protocollo Università Politecnica delle Marche bitume 70/100.....	90
Figura 49 Fasi di fatica protocollo Università Politecnica delle Marche bitume 40/60.....	91
Figura 50 Fasi di fatica protocollo Università Politecnica delle Marche bitume 70/100.....	91
Figura 51 Numero cicli di carico recuperati bitume 40/60	92
Figura 52 Numero cicli di carico recuperati bitume 70/100	92
Figura 53 Potenziale di autoriparazione bitume 40/60	93
Figura 54 Potenziale di autoriparazione bitume 70/100	94
Figura 55 Curva maestra bitume 40/60.....	96
Figura 56 Curva maestra bitume 70/100.....	96
Figura 57 Calcolo parametro m bitume 40/60.....	97
Figura 58 Calcolo parametro m bitume 70/100.....	98
Figura 59 Curva tensione tangenziale-deformazione risultato di prova LAS bitume 40/60.....	98
Figura 60 Curva tensione tangenziale-deformazione risultato di prova LAS bitume 70/100.....	98
Figura 61 Definizione di rottura a fatica: risultato di prova LAS Bitume 40/60 ..	99
Figura 62 Definizione di rottura a fatica: risultato di prova LAS Bitume 70/100.	99
Figura 63 DCC bitume 40/60	100
Figura 64 DCC bitume 70/100	100
Figura 65 DCC fino 50% S_f bitume 40/60	101
Figura 66 DCC fino 50% S_f bitume 70/100	101
Figura 67 Risultato LASH_60 bitume 40/60	102
Figura 68 Risultato LASH_300 bitume 40/60.....	102
Figura 69 Risultato LASH_900 bitume 40/60.....	102
Figura 70 Risultato LASH_1800 bitume 40/60.....	103
Figura 71 Risultato LASH_60 bitume 70/100.....	103
Figura 72 Risultato LASH_300 bitume 70/100.....	103
Figura 73 Risultato LASH_900 bitume 70/100.....	104
Figura 74 Risultato LASH_1800 bitume 70/100.....	104

Figura 75 LASH 50% γ_f bitume 40/60	105
Figura 76 LASH 50% γ_f bitume 70/100.....	106

Indice delle tabelle

Tabella 1 Analisi SARA.....	61
Tabella 2 Risultati test di Strain Amplitude Sweep bitume 40/60	77
Tabella 3 Risultati test di Strain Amplitude Sweep bitume 70/100.....	77
Tabella 4 Indici di Healing Protocollo Politecnico di Torino bitume 40/60	82
Tabella 5 Indici di Healing Protocollo Politecnico di Torino bitume 70/100	82
Tabella 7 Indici di Steric Hardening	83
Tabella 8 Indici di Healing depurati bitume 40/60	83
Tabella 9 Indici di Healing depurati bitume 70/100	83
Tabella 10 Indice N_{rec}/N_0 bitume 40/60	84
Tabella 11 Indice N_{rec}/N_0 bitume 70/100	84
Tabella 13 Parametri cinetica del recupero bitume 40/60.....	86
Tabella 14 Parametri cinetica del recupero bitume 70/100.....	87
Tabella 15 Valori di tempo necessario al 99% del valore ΔW_∞ bitume 40/60	89
Tabella 16 Valori di tempo necessario al 99% del valore ΔW_∞ bitume 70/100...	89
Tabella 17 Parametri analisi protocollo Università Politecnica delle Marche	94
Tabella 18 N_{FH}/N_0	95
Tabella 19 Parametri curve maestre.....	97
Tabella 20 Parametro m	97
Tabella 21 Valori di deformazione a rottura e deformazione corrispondente al criterio del 50% S_f	100
Tabella 22 Indici di Healing Protocollo Beijing University of Technology	105
Tabella 23 Ulteriori indici di Healing Protocollo Beijing University of Technology	106

INTRODUZIONE

Le pavimentazioni flessibili sono affette da varie forme di dissesto tra cui, uno dei più frequenti, è il collasso per fatica, fenomeno che le porta a rottura a causa di sollecitazioni, anche inferiori all'effettiva resistenza del materiale, ma ripetute nel tempo. Per tale motivo, giocano un ruolo importante sia la progettazione che la selezione dei materiali di base che le costituiscono, in quanto un adeguato controllo sulle loro caratteristiche influenza le prestazioni in esercizio dell'infrastruttura. In particolare, occorre prestare attenzione alla valutazione della resistenza a fatica dei leganti bituminosi in cui, effettivamente, le crepe si formano e si propagano. Questi materiali, infatti, presentano un comportamento meccanico di tipo visco-elastico e, dopo la posa in opera, sono soggetti a sollecitazioni che ne determinano un progressivo danneggiamento fino al raggiungimento di condizioni ultime non più compatibili con le loro funzioni.

A tal proposito, studi sperimentali hanno evidenziato che tale danneggiamento può essere, in parte, contrastato da fenomeni di autoriparazione che si possono sviluppare all'interno del materiale durante periodi di riposo e che l'entità di tale recupero dipende principalmente dalle caratteristiche fisico-chimiche del legante bituminoso e dalle condizioni esterne. La proprietà di autoriparazione dei leganti bituminosi va riconosciuta, quindi, come risorsa fondamentale per il progetto di un'infrastruttura efficiente e duratura nel tempo in quanto tale capacità può aumentarne notevolmente la vita in servizio. Di conseguenza, è essenziale comprendere a fondo tale fenomeno e definire appropriati test di laboratorio che possano essere utilizzati per un'attenta selezione e caratterizzazione dei leganti bituminosi che costituiscono la pavimentazione stradale. In quest'ottica, si riscontrerebbero numerosi vantaggi: migliorerebbero le prestazioni delle infrastrutture, diminuirebbero i costi legati alla manutenzione e il numero di interventi necessari ad assicurarne i livelli di servizio.

Negli anni, numerosi sono stati gli studi effettuati e anche i lavori sperimentali compiuti in tale direzione. Un'associazione da sempre interessata alla ricerca nel campo dei materiali da costruzione e delle strutture è il RILEM (Réunion Internationale des Laboratoires et Experts des Matériaux). Tra le varie commissioni tecniche che lo compongono, quella relativa al CHA (Crack-Healing of Asphalt Pavement Materials) mira a definire un protocollo unico per lo studio della caratteristica di autoriparazione di leganti bituminosi.

Questo elaborato, in particolare, rientra all'interno del lavoro di ricerca svolto dall'Associazione approfondendo tre diversi protocolli di prova, utilizzati da tre diversi laboratori partecipanti al progetto: il Politecnico di Torino, l'Università Politecnica delle Marche e la Beijing University of Technology. Si confrontano le procedure, i parametri fondamentali utilizzati e i metodi di analisi dei tre protocolli sperimentali, tramite prove condotte su due bitumi vergini aventi differente origine e caratteristiche meccaniche. La sperimentazione è stata condotta con le strumentazioni presenti nel Dipartimento di Ingegneria dell'Ambiente, del Territorio e delle Infrastrutture (DIATI) del Politecnico di Torino.

Nel seguito, si riporta una breve descrizione inerente la struttura della tesi.

Nel primo capitolo, la trattazione si apre con un breve riepilogo sul fenomeno della rottura per fatica nelle pavimentazioni flessibili, motivo per cui si studia l'autoriparazione dei leganti bituminosi quale possibile rimedio ad essa. Segue, poi, lo stato dell'arte con una panoramica sugli studi sviluppati in diverse parti del mondo riguardanti il fenomeno dell'autoriparazione nei leganti bituminosi, ad oggi presenti in letteratura.

Nel secondo capitolo, sono esposti gli approcci sperimentali adottati dalle tre università e approfonditi i principi teorici su cui si fondano.

Il terzo capitolo è dedicato al programma sperimentale. Si descrivono, nel dettaglio, la strumentazione utilizzata, i materiali analizzati e le procedure adottate per la preparazione dei campioni. Si espongono, inoltre, le modalità effettive di svolgimento delle prove.

Il quarto capitolo è dedicato all'analisi dei risultati ottenuti dalle prove reologiche condotte. Si riportano gli indici di autoriparazione ricavati per quantificare le proprietà auto-riparanti dei due bitumi tali e quali.

Infine, nel quinto e ultimo capitolo, sono esposte le conclusioni tratte dall'elaborazione e dal confronto dei risultati, evidenziando analogie e differenze allo scopo di valutare aspetti positivi e criticità nei tre protocolli studiati.

1. STATO DELL'ARTE

1.1 Rottura per fatica nelle pavimentazioni flessibili

Le pavimentazioni flessibili sono una tipologia di sovrastruttura stradale e, in quanto tali, costituiscono la parte superiore del corpo stradale, venendo direttamente interessate dal moto veicolare: per tali motivi, è chiaro che esse debbano rispettare requisiti sia strutturali che funzionali e garantire adeguate prestazioni nel tempo. Per quel che attiene i primi, il parametro a cui fare riferimento è la resistenza meccanica degli strati, poiché il carico trasmesso dai veicoli deve essere ripartito al loro interno e arrivare al terreno con piccole tensioni. In tal senso, svolge un ruolo importante la resistenza ai fenomeni di degrado strutturale, principalmente dovuti ad azioni climatiche e ambientali che, a lungo termine, ne possono compromettere l'utilizzo. I requisiti funzionali, invece, sono essenzialmente legati alla sicurezza stradale e focalizzano la loro attenzione verso regolarità e aderenza della superficie viabile, qualità che influenzano l'effetto di disturbo sull'utente. La pavimentazione, infatti, trasmette una sollecitazione allo pneumatico e ciò ha effetti sul moto del veicolo e sui suoi occupanti. Questi aspetti, inoltre, risultano fortemente dipendenti tra loro, ovvero se la struttura si deteriora, avviene un parallelo decremento nella sicurezza e nel comfort.

Introdotta il degrado in generale, dato che dopo un certo tempo la pavimentazione presenterà dei difetti, si ritiene opportuno elencare le tre modalità di deterioramento più diffuse nelle pavimentazioni flessibili, ovvero:

- rottura per fatica;
- accumulo di deformazioni permanenti (o ormaiamento);
- rottura di origine termica.

Il lavoro di ricerca svolto riguarda esclusivamente la prima delle tre tipologie di danneggiamento, in quanto il fenomeno di autoriparazione dei leganti bituminosi interessa tale tipologia di fessurazione, ponendosi quale possibile rimedio ad essa.

Il collasso per fatica si manifesta a causa di ripetute tensioni indotte dal transito veicolare, ma può essere anche accelerato dalle basse temperature e dall'ossidazione della pavimentazione (Riviera, 2016/2017). Ciò crea un danno infinitesimo sulla superficie e avvia la formazione di micro-crepe. Progressivamente, tali crepe si propagano e portano la pavimentazione alla rottura per fatica. Essa si riconosce attraverso una fessurazione diffusa su tutta la superficie della pavimentazione, detta a “pelle di cocodrillo” in quanto non ha direzione preferenziale e risulta molto interconnessa (Figura 1).



Figura 1 Fessurazione a "pelle di cocodrillo" (Riviera, 2016/2017)

Per comprendere il processo di formazione delle fessure, si schematizza la sovrastruttura come un bistrato composto da una sommità in legante bituminoso che poggia sopra un supporto. La parte legata, sotto il carico, si inflette e assume una configurazione deformata tale da essere soggetta a diversi stati di sollecitazione: immediatamente sotto lo pneumatico, infatti, le fibre più superficiali sono compresse mentre quelle in profondità risultano tese. Lo stato di sollecitazione risulta, invece, invertito nelle aree precedenti e successive allo pneumatico: le fibre tese sono in superficie e quelle compresse in profondità. Immaginando, quindi, il veicolo in moto, un generico punto sulla superficie si troverà in trazione poi in compressione, poi di nuovo in trazione e così via, sperimentando una storia tensionale di tipo trazione - compressione - trazione in direzione longitudinale. Un elemento più in profondità, invece sperimenterà una storia tensionale duale di tipo compressione - trazione - compressione (Figura 2).

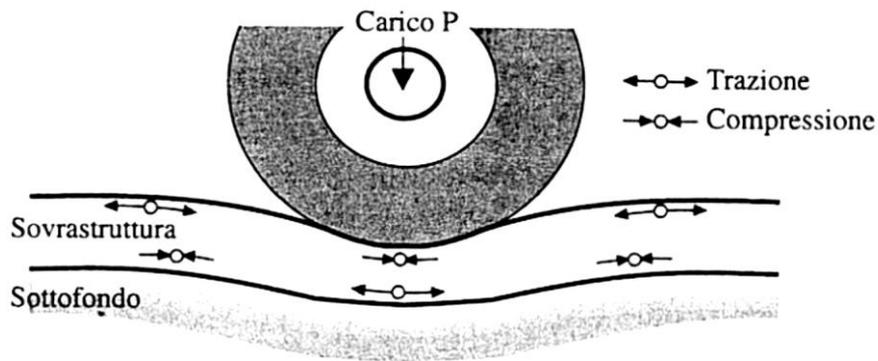


Figura 2 Stati di sollecitazione nella sovrastruttura (Riviera, 2016/2017)

Al passaggio dei veicoli, i punti degli strati legati costituenti la sovrastruttura subiscono, pertanto, una tensione ciclica con continuo cambio di segno delle sollecitazioni. A causa dell'applicazione ripetuta di questi cicli opposti di sollecitazione, la pavimentazione giunge alla condizione di rottura definita di fatica, anche se tali carichi risultano inferiori al limite di resistenza.

Per stimare tale fenomeno, ci si riferisce alle curve di fatica (Figura 3): in un piano bilogarithmico la resistenza a fatica è descritta con rette che associano al livello deformativo il numero di cicli che è possibile sopportare prima della rottura. Da qui, si può dedurre che la durata a fatica non è unica per il materiale, ma dipende dal livello deformativo applicato: se il livello deformativo applicato è basso, il numero di cicli sopportabili è alto.

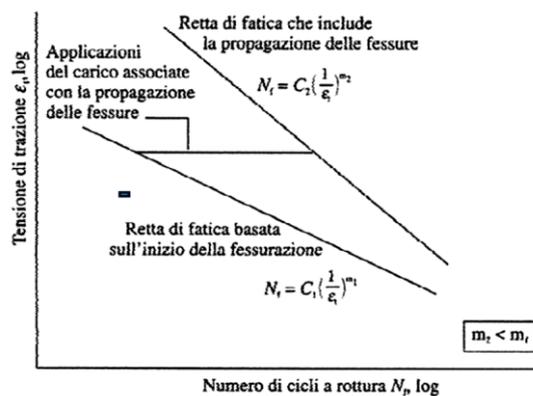


Figura 3 Curve di fatica (Riviera, 2016/2017)

Tenendo presenti tali concetti, i materiali costituenti le sovrastrutture devono essere progettati in modo da avere una buona resistenza a fatica, cioè la rottura a fatica deve avvenire con un numero di cicli di carico compatibili con dei limiti fissati. Solo se questi problemi vengono affrontati con soluzioni incentrate sulla

prevenzione e riparazione delle fessure, la durata di esercizio della pavimentazione può aumentare in modo significativo. Si deve fare, infatti, una distinzione tra prestazione e risposta della sovrastruttura: la prestazione si correla con l'attitudine a mantenere nel tempo una determinata caratteristica, che si può esprimere attraverso un parametro fisico e misurabile che assume il ruolo di indicatore di stato, mentre la risposta è il valore istantaneo del generico indicatore di stato in un certo istante di tempo. Non basta valutare quest'ultima, ovvero la risposta in un certo istante di tempo, ma è importante quella a lungo termine e vanno, pertanto, controllati attentamente tali indicatori in fase di progetto.

1.2 L' autoriparazione nei leganti bituminosi

Nel corso degli anni, si sono succeduti numerosi studi aventi lo scopo di creare un modello che riuscisse a rappresentare efficacemente la capacità di autoriparazione nei leganti bituminosi. Tuttavia, non esiste attualmente un parametro universale per la valutazione di tale caratteristica del bitume, in quanto i processi che la governano non sono, ad oggi, totalmente compresi.

Nel seguito si riporta, pertanto, una breve panoramica riguardante i principali studi presenti in letteratura su tale fenomeno, effettuati da ricercatori e laboratori di tutto il mondo (Ayar, Moreno-Navarro, & Rubio-Gamez, 2015).

Innanzitutto, il termine autoriparazione (in inglese self-healing) definisce la capacità dei leganti bituminosi di recuperare, almeno in parte, caratteristiche meccaniche, quali rigidità e resistenza, durante i periodi di riposo che intercorrono tra il passaggio consecutivo di due assi di traffico. Tale proprietà risulta, pertanto, in opposizione con il processo di propagazione delle fessure che si manifestano sulla pavimentazione stradale a causa delle sollecitazioni indotte dal transito veicolare. Durante la vita in esercizio, una sovrastruttura stradale si trova, quindi, in costante competizione tra l'essere soggetta a fenomeni di fatica e a fenomeni di autoriparazione: la fatica si esplica in apertura e poi propagazione della frattura e conduce al collasso, viceversa l'autoriparazione si manifesta tramite il flusso del bitume e la successiva adesione e diffusione delle superfici fessurate (Figura 4).

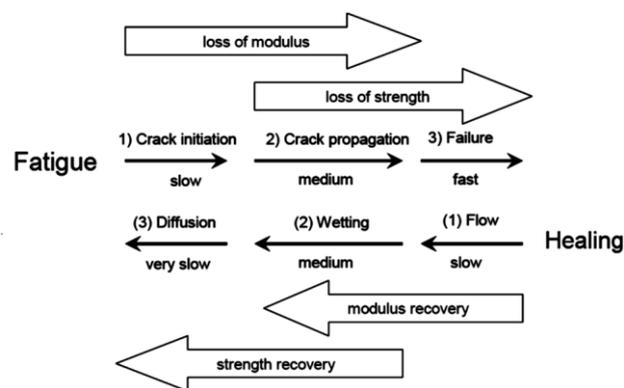


Figura 4 Meccanismi in competizione di Fatica e Healing (Ayar, Moreno-Navarro, & Rubio-Gamez, 2015)

Tali processi sono evidenti anche dalla differenza esistente tra la vita utile prevista in laboratorio e quella effettiva in esercizio della sovrastruttura stradale: in particolare, per avere una previsione affidabile e non sottostimarne le potenzialità, sono necessari fattori correttivi che tengono in considerazione tali aspetti positivi indotti dall'autoriparazione. Nello studio del fenomeno di self-healing, tuttavia, si deve specificare che non tutti i tipi di recupero delle proprietà meccaniche vadano considerati come una vera e propria autoriparazione intrinseca al materiale. Si devono distinguere, infatti, il reale recupero delle proprietà riconducibile all'autoriparazione dello stato fessurativo da fenomeni estranei ad esso e attribuibili a risposte viscoelastiche del materiale. A titolo di esempio, l'indurimento sterico è un fenomeno, termicamente reversibile, che induce un riarrangiamento della configurazione molecolare. L'incremento di rigidità esibito durante i periodi di riposo può, infatti, condurre ad una sovrastima della potenzialità del legante.

Tra i fattori interni che influenzano la capacità di autoriparazione, le caratteristiche fisico-chimiche del bitume giocano un ruolo sostanziale, in quanto tale proprietà è direttamente correlata alla composizione chimica del bitume e alla sua morfologia. In generale, si ritiene che un bitume meno consistente abbia una maggiore capacità di autoriparazione rispetto ad un bitume più rigido: pertanto, sono preferibili, a tal scopo, bitumi con grado di penetrazione più alto. Un altro parametro critico che può condizionare la capacità di autoriparazione è la sua viscosità: si ipotizza che autoripari di più un bitume a viscosità minore. Alcuni studiosi, tra cui Little et al. (1999) e Schmets et al. (2010), hanno esplorato, inoltre, gli effetti della composizione chimica del bitume: in particolare, è stato dimostrato che un bitume ad alto contenuto aromatico (frazione di basso peso molecolare) abbia maggiore probabilità di recupero. Ancora, il contenuto di eteroatomi favorisce l'autoriparazione in quanto lo zolfo, l'ossigeno e l'azoto promuovono la polarità del legante. Inoltre, essendo che un bitume con una maggiore mobilità molecolare possiede una maggiore capacità di diffusione e, quindi, di autoriparazione, Kim et al. (1990) hanno introdotto parametri per una sua quantificazione, legati alla quantità delle ramificazioni delle catene polimeriche e alla loro lunghezza.

Come altri materiali organici, il bitume cambia le proprie caratteristiche nel tempo e tale fenomeno è definito processo di invecchiamento. A tal proposito, Little et al. (1999) e Liu et al. (2012) hanno riportato gli effetti negativi dell'invecchiamento sulla capacità di autoriparazione nei materiali bituminosi.

È chiaro che la capacità di self-healing del bitume consenta anche al conglomerato bituminoso di cui fa parte di auto-ripararsi. Alcuni studi condotti da Molenaar (2007) e da Van Gooswiligen et al. (1994) hanno dimostrato che il conglomerato bituminoso con più alto contenuto di bitume abbia un tasso di autoriparazione più alto. Inoltre, il processo di self-healing all'interno di una miscela con aggregati a grana grossa è più veloce rispetto ad una miscela con aggregati a grana fine. Ancora, una granulometria grossolana, con minore superficie specifica, può fornire un film di bitume più spesso: come affermato da Abo-Qudais and Suleiman (2005) e Grant (2001), questa condizione è favorevole alla riparazione delle fessure. In relazione al contenuto di vuoti, si può concludere che la miscela con un indice di vuoti inferiore abbia una capacità di self-healing superiore indipendentemente dal tipo di bitume, dall'invecchiamento e dalla temperatura.

Un altro aspetto, che va considerato tra i fattori interni che modificano la capacità di autoriparazione all'interno dei leganti, è l'uso di modificatori o additivi: il loro effetto non risulta tutt'ora chiaro e gli studi sperimentali hanno prodotto risultati contrastanti. I risultati di studi basati su prove di fatica hanno mostrato che il tasso di riparazione di un bitume modificato con polimeri sia maggiore di uno tal quale. Canestrari et al. (2015) hanno, infatti, riportato gli effetti positivi della modifica con catena polimerica SBS nel bitume, suggerendo che ciò sia legato all'aumento della componente elastica e alla migliore capacità di riarrangiamento delle catene polimeriche. Al contrario, Little et al. (1999) hanno concluso che l'utilizzo del polimero SBS induca una leggera riduzione della capacità di riparazione e hanno ipotizzato che la modifica con SBS agisca come un riempimento che limita il potenziale del bitume a ristabilire i contatti, risanare le fessure e auto-ripararsi. Per quanto riguarda l'effetto di altri modificatori, gli stessi Little et al. (1999) hanno studiato l'influenza della calce idrata sulle capacità di healing del bitume e hanno

concluso che questa interagisca con le frazioni asfalteniche del legante e acceleri il flusso del bitume e le proprietà auto-riparanti.

La capacità di autoriparazione dei bitumi è anche influenzata da fattori esterni: tra questi i più rilevanti sono temperatura, condizioni di carico, durata dei periodi di riposo e umidità.

Per quanto riguarda la temperatura, la capacità di autoriparazione è legata alla temperatura di servizio, in quanto è stato dimostrato che un suo aumento si rifletta in un aumento delle capacità di recupero del bitume. L'autoriparazione, infatti, può avvenire anche in tempi estremamente brevi a temperature sufficientemente elevate, ma richiede tempi maggiori a temperatura ambiente. In tal senso, si è cercato un modo fattibile per migliorare la capacità di autoriparazione delle pavimentazioni stradali aumentandone la temperatura. In particolare, uno dei metodi che possono essere utilizzati per migliorare la capacità di self-healing è il riscaldamento a induzione della pavimentazione. Tuttavia, l'applicazione di questa tecnologia non ha ancora ottenuto grandi conferme per il fatto che le onde ad alta frequenza, generate dall'induzione, possono rappresentare una minaccia per la salute umana.

L'ampiezza del carico è considerata un ulteriore parametro che influenza notevolmente le capacità di autoriparazione nei leganti bituminosi. Studi effettuati da Van Dijk et al. (1972) e Castro and Sanchez (2006) hanno dimostrato che un livello elevato di tensione/deformazione induca un effetto negativo sulla capacità di riparazione. Inoltre, la capacità di self-healing è alta quando il livello di danno è basso. Durante la fase in cui si verificano le macro-fratture, infatti, diventa difficile recuperare le proprietà del materiale mediante i fenomeni di self-healing. L'autoriparazione, infatti, si limita alla riparazione delle micro-fessure, in quanto le macro-fessure non si possono chiudere a meno che non vengano applicate azioni esterne.

Gli effetti benefici dei periodi di riposo sulla capacità di healing sono evidenti: tuttavia non sono certi la durata e il numero ottimali. Più lunghi sono i periodi di riposo e maggiori saranno i miglioramenti riscontrati nel materiale, anche se, nello

specifico, l'effetto dipende dal materiale e dalla configurazione microstrutturale immediatamente prima dell'inizio del periodo di riposo.

Per quanto concerne l'umidità, i risultati di uno studio condotto da Zollinger (2005) hanno dimostrato che essa possa favorire la capacità di autoriparazione a lungo termine del bitume ma, allo stesso tempo, ridurre la sua resistenza alla frattura.

Si deve notare che tali concetti sono relativi alla caratterizzazione della proprietà di autoriparazione dei leganti bituminosi, ma che un metodo universale per la sua quantificazione, ad oggi, non esiste. Le università della Cina e degli USA, rispettivamente Harbin Institute of Technology e North Carolina State University, hanno condotto uno studio di autoriparazione sui bitumi, i cui risultati, sebbene basati su un numero limitato di leganti, suggeriscono che HI_1 (il rapporto tra modulo finale e iniziale della fase di carico in percentuale) e HI_2 (il rapporto dei due moduli iniziale e finale della fase di carico in funzione del numero di cicli che intercorre tra i due valori di G in percentuale) sono indici di autoriparazione significativi (Tan, Shan, Kim, & Underwood, 2011).

Nel 2012, il Dipartimento di Ingegneria dell'Ambiente, del Territorio e delle Infrastrutture del Politecnico di Torino ha mostrato come lo sviluppo delle fessure da fatica sia il risultato della combinazione dei due fenomeni concomitanti del danno da micro-frattura e dell'autoriparazione, che può svilupparsi durante la fase di riposo. Per quanto concerne il comportamento dovuto al danno, si fa riferimento a un parametro chiamato Relative Crack Propagation Amplitude (RCPA), derivato dai dati del test di Time Sweep; tale parametro fornisce una misura dell'estensione della propagazione della frattura espressa in termini relativi e può essere interpretato come un indicatore della "duttilità a fatica". Il Relative Healing Index (RHI), invece, è un parametro introdotto per valutare il potenziale di autoriparazione dei materiali e dipende dalla frequenza di carico e dal tempo di riposo. Gli autori hanno mostrato come fosse possibile correlare tali parametri agli effetti relativi all'origine del legante, alla presenza di materiale modificante all'interno del bitume, all'invecchiamento e al suo potenziale di autoriparazione. All'interno di questo studio è stato utilizzato un legante modificato con polimeri

SBS e si è dimostrato come la modifica apporti più elevate prestazioni anti-fessurazione rispetto agli altri leganti, sia in termini di resistenza a fatica che di duttilità esaltandone le proprietà auto-riparanti (Santagata, Baglieri, Tsantilis, & Dalmazzo, Evaluation of self healing properties of bituminous binders taking into account steric hardening effects, 2013).

Un altro studio molto interessante è stato effettuato presso due università della Cina, Tongji University e Dalian University of Technology. Essendo ben noto che la probabilità di formazione del danno è molto più alta di quella di autoriparazione, è stata usata la tecnica della micro-incapsulazione al fine di aumentare il potenziale auto-riparante del materiale. Questa tecnica consiste nell'introduzione di microcapsule contenenti agenti auto-riparanti all'interno del materiale stesso. Il metodo può aiutare a sviluppare un sistema di "pronto soccorso" nei materiali impiegati in ambito stradale, in modo che questi si comportino come il corpo umano: percepiscono un danno, lo bloccano e quindi lo riparano il più rapidamente possibile, autonomamente (Sun, et al., 2018).

La collaborazione dell'università Cinese e di quella Americana, rispettivamente Beijing University of Technology e Raleigh North Carolina State University, ha portato allo sviluppo di uno studio che quantifica il potenziale di autoriparazione dei leganti bituminosi usando test definiti "Linear Amplitude Sweep" (LAS), sottoponendo a vari livelli di danno e periodi di riposo il campione, al fine di migliorare la capacità di valutazione e previsione delle prestazioni a fatica a lungo termine del materiale (Xie, Castorena, Wang, & Kim, 2017).

Tornando in Italia, l'Università Politecnica delle Marche ha proposto un criterio per determinare l'attitudine dei leganti bituminosi ad auto-ripararsi, sottoponendo gli stessi a cicli di carico monotono con più periodi di riposo. I ricercatori hanno valutato il meccanismo di fatica come composto da una componente non reversibile e una reversibile: quella non reversibile dovuta al danno accumulato nel tempo, mentre la parte reversibile composta da più contributi principalmente legati ai fenomeni di autoriparazione e tixotropia. Questo studio ha permesso di identificare un criterio di analisi in grado di riconoscere e separare ogni contributo e di

determinare il potenziale di healing e di resistenza alla fatica (Canestrari, Virgili, & Graziani, Modeling and assessment of self-healing and thixotropy properties for modified binders, 2015).

Quanto detto, è solo una piccola parte delle energie investite dalla ricerca per comprendere la caratteristica di autoriparazione nei leganti bituminosi. Permane infatti, la consapevolezza che tanto ancora resti da indagare e scoprire per avere maggiori certezze su tale fenomeno.

2. APPROCCI SPERIMENTALI

2.1 Approccio sperimentale sviluppato presso il Politecnico di Torino

Il protocollo sperimentale sviluppato presso il Politecnico di Torino valuta la capacità di autoriparazione dei leganti bituminosi considerando i cambiamenti delle proprietà meccaniche causati dall'interruzione della fase di carico, per mezzo di un periodo di riposo.

L'obiettivo è determinare il reale recupero delle caratteristiche meccaniche riconducibile all'autoriparazione dello stato fessurativo e distinguerlo da quello causato da fenomeni attribuibili a riarrangiamenti reversibili della configurazione molecolare, quali l'indurimento sterico (Baglieri & Tsantilis).

Per tali motivi, questo protocollo sperimentale prevede prove di Healing e prove di Steric Hardening, eseguite in controllo di deformazione. Tale modalità di esecuzione minimizza la probabilità di effetti indesiderati, che possono insorgere all'interno del campione soggetto a fatica, come conseguenza delle dissipazioni di energia.

Il parametro a cui si fa riferimento in tale valutazione è l'energia dissipata nell'intervallo di tempo o nel ciclo di carico: essa, infatti, permette di analizzare la variazione delle proprietà meccaniche del materiale, durante fasi di carico e fasi di riposo. Si nota, infatti, che se si applica un'ampiezza di deformazione elevata, ovvero nelle fasi di carico, l'energia dissipata assume valori notevoli, in quanto il campione è soggetto a danneggiamento e, quindi, dissipa tanta energia. Al contrario, se si applica un'ampiezza di deformazione modesta, ovvero nella fase di riposo, i valori di energia dissipata sono minori.

L'energia dissipata all'*i*-esimo ciclo di carico si ricava tramite la seguente espressione:

$$W_{d_i} = \pi \cdot \tau_i \cdot \gamma_i \cdot \text{sen}(\delta_i) = \pi \cdot G_i^* \cdot \gamma_i^2 \cdot \text{sen}(\delta_i) \quad (2.1.1)$$

In cui τ_i , γ_i , δ_i e G_i^* sono rispettivamente i valori di Shear stress [KPa], Shear strain [%], Phase angle [rad] e Complex modulus [KPa] registrati dal reometro durante lo svolgimento della determinata prova.

A partire da essa, si ottiene il valore cumulato dell'energia dissipata secondo la relazione:

$$SW_i = \sum W_{d_i} \cdot N_{cycles} \quad (2.1.2)$$

Per quanto riguarda la temperatura di prova, questa si sceglie intermedia e pari a 20°C per simulare le condizioni ambientali esterne che possono verificarsi con maggiore probabilità, durante la vita utile della pavimentazione. Temperature troppo elevate, infatti, anche se più vantaggiose in termini di autoriparazione, non sarebbero significative per l'analisi della fatica, poiché tale fenomeno avviene nel range di temperature intermedie. Allo stesso modo, temperature troppo basse inibirebbero la mobilità molecolare, essenziale al verificarsi dell'autoriparazione.

Anche la scelta della frequenza di carico della prova si effettua considerando quella più verosimile in condizioni di esercizio, a causa dei carichi indotti dal transito veicolare, e ricade sui 10Hz.

Per quel che concerne la scelta del valore di deformazione da applicare nelle prove, è necessario effettuare una prova propedeutica di Strain Amplitude Sweep. Tale prova è preceduta da una fase di condizionamento del campione al fine di garantire condizioni di prova stazionarie. Essa viene effettuata in scansione di deformazioni, ovvero si fa variare la deformazione γ tra un valore minimo e uno massimo, a temperatura e frequenza costanti, imposte sulla base delle considerazioni precedenti. Secondo AASHTO T315 (2010), questo test deve essere eseguito con un'ampiezza di deformazione variabile fino al raggiungimento del campo viscoelastico non lineare del legante analizzato. Si devono, infatti, valutare le deformazioni che segnano il passaggio da comportamento lineare a non lineare del materiale.

Si procede, così, al calcolo del limite di viscoelasticità lineare (LVE) per i bitumi, oggetto di studio. Tale parametro descrive il comportamento del legante basandosi

su una diretta relazione tra sforzi e deformazioni. In particolare, si può affermare che, fin quando la risposta tempo-dipendente della deformazione è direttamente proporzionale al tensore degli sforzi, il comportamento del materiale è di tipo viscoelastico lineare. Superato un certo limite, definito appunto limite di viscoelasticità lineare (LVE), il comportamento tende ad essere non lineare. Tale limite si calcola come il valore di deformazione in corrispondenza di un abbattimento del 5% del valore iniziale della norma del modulo complesso G^* (Figura 5).

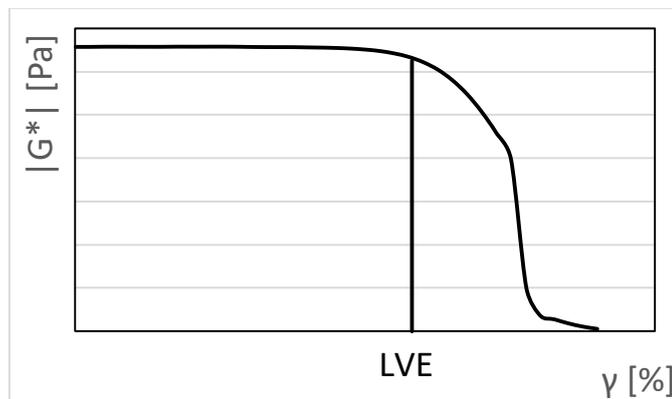


Figura 5 Limite di Viscoelasticità Lineare

Nelle fasi di carico delle prove successive di Healing e Steric Hardening, questa scelta ha il duplice vantaggio di limitare la durata del test, che non può essere troppo lungo per vincoli di laboratorio, e di generare un danno sufficiente allo sviluppo del processo di autoriparazione.

La prova di Healing è quella che mira effettivamente a stimare l'autoriparazione all'interno di un campione, durante un periodo di riposo, interposto tra due fasi di carico. Lo scopo, infatti, è quello di analizzare gli effetti dell'interruzione del carico, non correlati al recupero viscoso, che si manifestano in termini di recupero in rigidità. Anche tale tipologia di prova è preceduta da una fase di condizionamento del campione.

L'andamento tipico di una prova di Healing è rappresentato in Figura 6.

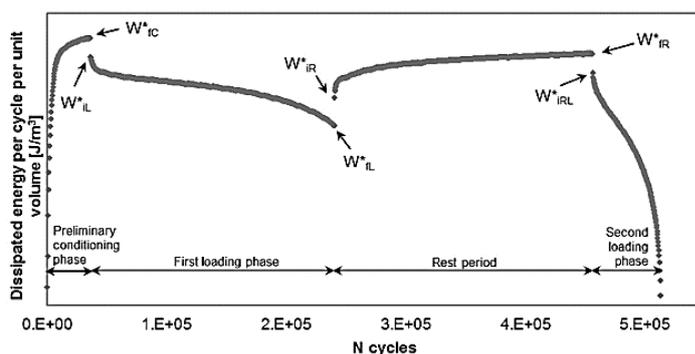


Figura 6 Prova di Healing (Baglieri & Tsantilis)

La prova di Healing, nello specifico, si può schematizzare nelle seguenti tre fasi:

1. Prima fase di carico a temperatura, frequenza e deformazione costante:
 questa prima fase di carico è interrotta quando il campione raggiunge determinati valori di danno, ovvero un abbattimento del modulo dinamico selezionato apriori: si riproducono, infatti, livelli di danneggiamento basso, intermedio e elevato per simulare le condizioni subite verosimilmente dal materiale in esercizio. Tali livelli di danno corrispondono a specifiche riduzioni dell'energia dissipata iniziale ΔW_0 .
2. Fase di riposo a temperatura, frequenza e deformazione costante e durata prefissata:
 tale fase viene introdotta per permettere al materiale di esplicitare il suo potenziale di autoriparazione e, allo stesso tempo, monitorarne l'evoluzione delle proprietà meccaniche. Questa, infatti, corrisponde alla vera e propria fase di Healing in cui si dovrebbe assistere ad un recupero di rigidità, espressa in termini di aumento del modulo dinamico. Si adotta l'artificio di imprimere al provino una minima deformazione tale da non alterarne le caratteristiche meccaniche ma, allo stesso tempo, da consentire il loro monitoraggio.
3. Seconda fase di carico a temperatura, frequenza e deformazione costante:
 questa fase di carico porta il campione in condizioni di rottura.

L'elaborazione dei dati delle prove viene effettuata valutando l'andamento del modulo dinamico o dell'energia dissipata in funzione del numero di cicli. Questi

ultimi possono essere ricavati a partire dai dati di Time [s] e Frequency [Hz] secondo la relazione:

$$N_{cycles} = (Time_i - Time_{i-1}) \cdot Frequency_i \quad (2.1.3)$$

Il valore cumulato dei cicli viene immediatamente ricavato come:

$$SN_{cycles} = \sum N_{cycles} \quad (2.1.4)$$

Per epurare la prova di Healing dai cambiamenti delle proprietà meccaniche dovuti al fenomeno di riarrangiamento molecolare che porta ad un indurimento sterico, si eseguono le prove di Steric Hardening, precedute, sempre, da una fase di condizionamento del campione.

L'andamento tipico di una prova di Steric Hardening è rappresentato in Figura 7.

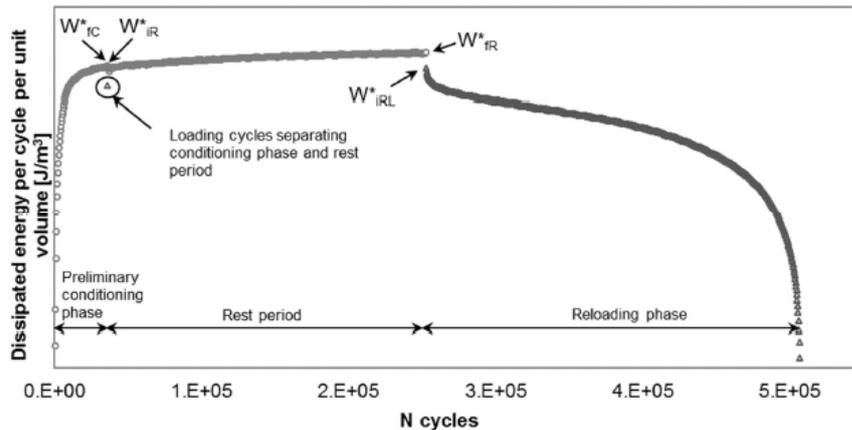


Figura 7 Prova di Steric Hardening (Baglieri & Tsantilis)

La prova di Steric Hardening, nello specifico, si compone delle seguenti due fasi:

1. Fase di riposo a temperatura, frequenza e deformazione costante e durata prefissata:
durante questa fase di riposo, si osserva l'evoluzione delle proprietà meccaniche che, nel tempo, dovrebbero aumentare. Si adotta l'artificio di imprimere al provino una minima deformazione tale da non alterarne le caratteristiche meccaniche ma, allo stesso tempo, da consentire il loro monitoraggio.
2. Fase di carico a temperatura, frequenza e deformazione costante:
questa fase di carico porta il campione in condizioni di rottura.

Analogamente a quanto visto per la precedente prova di Healing, l'elaborazione dei dati viene effettuata valutando l'andamento del modulo dinamico o dell'energia dissipata in funzione del numero di cicli con l'Equazione 2.1.1.

Nell'analisi ed elaborazione dei dati, gli obiettivi fondamentali sono:

- La valutazione dell'indice di Healing;
- La modellazione della cinetica del recupero esibito durante il periodo di riposo.

L'indice di Healing si valuta in termini di numero di cicli e si calcola mediante il seguente rapporto:

$$HI_1 = \frac{N_{rec}}{N_f} \quad (2.1.5)$$

Dove N_{rec} definisce il numero di cicli di carico applicati tra l'inizio della seconda fase di carico e il punto in cui l'energia assume il valore registrato alla fine della prima fase di carico e N_f è il numero totale di cicli di carico necessari al raggiungimento del 20% del valore iniziale dell'energia, depurato da N_{rec} .

Si precisa, nel seguito, la procedura per il calcolo di tale indice di autoriparazione.

Si considera il numero di cicli N_0 nella prima fase di carico che porta il materiale al valore di energia fissato per simulare un certo livello di danneggiamento e imposto con riferimento ad un particolare valore percentuale di abbattimento dell'energia iniziale. In seguito, si cerca nella seconda fase di carico lo stesso valore di energia e si misura il numero di cicli N_{rec} , necessario ad ottenerlo, sottraendogli il valore N_0 . Nella seconda fase di carico, tuttavia, non si ottiene l'esatto valore di energia ottenuto alla fine della prima e, pertanto, nella seconda si cercano i due valori più prossimi a questa e se ne fa un'interpolazione lineare. N_{rec} è, in altre parole, il numero di cicli di carico recuperato grazie al periodo di riposo, interposto alle due fasi di carico.

Si stima il numero totale di cicli di carico N_{tot} in corrispondenza di un abbattimento dell'80% del valore di energia iniziale registrata dopo il condizionamento. Anche in questo caso, si procede tramite interpolazione lineare dei due valori di energia e,

quindi, numero di cicli più prossimi a quel valore. A questo punto, è possibile definire N_f , ovvero il numero totale di cicli di carico necessari ad ottenere il 20% del valore iniziale dell'energia, depurato da N_{rec} tramite la semplice differenza:

$$N_f = N_{tot} - N_{rec} \quad (2.1.6)$$

Tali indici di autoriparazione, tuttavia, devono essere depurati dal fenomeno di indurimento sterico: dalla prova di Steric Hardening si calcola, quindi, un indice che non è più di autoriparazione, ma di indurimento sterico, ovvero corrisponde a quanto il materiale recuperi semplicemente con l'applicazione del periodo di riposo e in assenza di fasi di carico. In questo caso, si ragiona nel seguente modo: si considera l'energia corrispondente al punto registrato dopo il condizionamento, si cerca nella fase di carico, successiva al riposo, quel valore di energia e si valuta il numero di cicli necessari al suo ottenimento. Si può avere che il valore di energia registrato dopo il riposo sia maggiore o minore di quello registrato dopo il condizionamento: nel primo caso, si ha un numero di cicli recuperati, nel secondo caso no. Come definito prima, si stima il numero totale di cicli di carico N_{tot} in corrispondenza di un abbattimento dell'80% del valore di energia iniziale registrata dopo il condizionamento, tramite interpolazione lineare. A questo punto, è possibile definire N_f ovvero il numero totale di cicli di carico necessari ad ottenere il 20% del valore iniziale dell'energia depurato da N_{rec} tramite la semplice differenza espressa dall'Equazione 2.1.6.

Si precisa che, per ogni percentuale di abbattimento dell'energia corrispondente ai livelli di danneggiamento scelti, si stimano gli indici di Healing dalle ripetizioni eseguite e se ne fa la media: si ottiene, così l'indice di Healing per quella determinata percentuale di abbattimento. A tale valore, si deve sottrarre quello ottenuto come media degli indici di Steric Hardening. In tal modo, si depura l'indice di Healing dall'indice di Steric Hardening e si ottiene un indice depurato, effettuando la seguente differenza:

$$HI_{depurated} = HI_1 - HI_{SH} \quad (2.1.7)$$

Oltre al predetto indice, è stato definito, in seguito, un secondo indice di Healing dato dal rapporto:

$$HI_2 = \frac{N_{rec}}{N_0} \quad (2.1.8)$$

Tale indice è pari a 1 (100%) nel caso in cui N_{rec} è proprio pari a N_0 , ovvero nel caso in cui il materiale, nonostante abbia subito un danneggiamento, alla fine del periodo di riposo, riesca a recuperare completamente le proprie caratteristiche iniziali. Tale condizione è ideale e, in genere, si ottengono valori minori dell'unità.

Il secondo obiettivo dell'analisi sviluppata presso il Politecnico di Torino è la modellazione della cinetica del recupero delle proprietà meccaniche, ovvero la valutazione della velocità con cui avviene il recupero di energia. A tal proposito, si valuta la differenza $\Delta W(t)$ tra l'energia dissipata al generico tempo di riposo t e quella misurata all'inizio del periodo di riposo e si considera un sistema di riferimento temporale avente origine coincidente con l'inizio del periodo di riposo. I dati sperimentali si modellano tramite la seguente espressione:

$$\Delta W(t) = \Delta W_{\infty} \cdot \left(1 - \frac{1}{\exp(\alpha \cdot t)}\right)^{\beta} \quad (2.1.9)$$

dove α e β sono parametri di regressione non lineare che descrivono la forma della curva e ΔW_{∞} rappresenta il valore asintotico a cui l'energia dissipata tende teoricamente dopo un tempo di riposo infinito. Nel caso della prova di Steric Hardening, i dati sperimentali si modellano tramite la seguente espressione modificata:

$$\Delta W(t) = \Delta W_{\infty,SH} \cdot \left(1 - \frac{1}{\exp(\alpha \cdot t)}\right)^{\beta} \quad (2.1.10)$$

dove, come prima, α e β sono parametri di regressione non lineare che descrivono la forma della curva e $\Delta W_{\infty,SH}$ rappresenta il valore asintotico a cui l'energia dissipata tende teoricamente dopo un tempo di riposo infinito per i fenomeni di indurimento sterico.

Al solito, è importante depurare il fenomeno di autoriparazione da quello di indurimento sterico e tenere conto solamente del contributo del primo. In particolare, partendo dalle prove di Steric Hardening si valutano, tramite ottimizzazione del modello, i parametri α , β e $\Delta W_{\infty,SH}$ relativi ad esso. Si stima, così, la variazione di energia dissipata esclusivamente dovuta all'indurimento sterico, dato che non si sta applicando alcun danneggiamento al campione. Nelle prove di Healing, invece, la variazione di energia tiene conto di entrambi i meccanismi interni al materiale. A tal proposito, si modifica l'Equazione 2.1.9 nella seguente maniera:

$$\Delta W(t) = (\Delta W_{\infty} - \Delta W_{\infty,SH}) \cdot \left(1 - \frac{1}{\exp(\alpha \cdot t)}\right)^{\beta} \quad (2.1.11)$$

In tal modo, nell'ottimizzazione, una parte è nota e costante, in quanto già modellata, ed una parte si adatta a completare la modellazione.

Si precisa un ulteriore dettaglio. Si è detto che ΔW_{∞} sia il valore di energia che è possibile recuperare a tempo di riposo infinito. Se quel recupero a tempo infinito è dato esclusivamente dall'autoriparazione, è indubbio che, al massimo, il campione possa recuperare quanto ha perso. Concettualmente, infatti, non avrebbe senso che l'energia recuperata a tempo di riposo infinito sia più grande di quella persa dal materiale, durante la fase di danneggiamento. Pertanto, si impone il vincolo che il valore di energia recuperata sia al massimo pari a quella persa. Si confrontano, l'ultimo valore di energia registrato nella fase di condizionamento con il primo della fase di riposo: la loro differenza è quello che il materiale al massimo può recuperare, in quanto è ciò che ha perso. Si effettuano tali considerazioni poiché si sta considerando un valore di energia depurato dall'indurimento sterico e, pertanto, non si può andare oltre per mezzo dell'autoriparazione.

Si riportano in Figura 8 gli andamenti tipici del recupero di energia durante le due tipologie di prova.

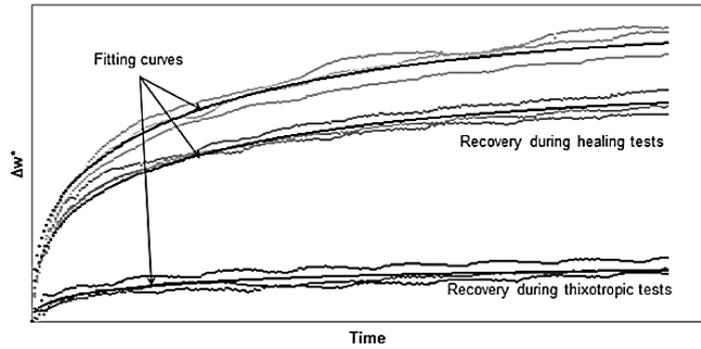


Figura 8 Recupero di energia a differenti livelli di danno (Baglieri & Tsantilis)

Si osserva che il trend del recupero, dopo un iniziale netto aumento, tenda ad una progressiva stabilizzazione e si trasformi in un andamento asintotico.

Per valutare ulteriormente il fenomeno dell'autoriparazione, è possibile ottenere informazioni aggiuntive dai parametri non lineari di regressione α e β , calcolando il tempo necessario al fine di ottenere il 99% del valore asintotico ΔW_{∞} di energia a tempo di riposo infinito.

2.2 Approccio sperimentale sviluppato presso l'Università Politecnica delle Marche

Il protocollo sperimentale sviluppato presso l'Università Politecnica delle Marche valuta la capacità di autoriparazione dei leganti bituminosi in funzione dei cambiamenti delle proprietà meccaniche esibiti durante periodi di riposo, interposti tra le fasi di carico. L'obiettivo, infatti, è sempre quello di determinare il reale recupero delle caratteristiche meccaniche riconducibile all'autoriparazione dello stato fessurativo, distinguendolo da quello causato da fenomeni attribuibili alla risposta viscoelastica del materiale, tra cui la tissotropia (Canestrari, Stimilli, & Mazzoni, Self-Healing testing protocol and modelling).

Questa metodologia sperimentale si basa sul concetto di limite di resistenza a fatica N_{fat} e prevede una prova di Healing con numerose fasi di carico e scarico. Se si suppone, infatti, che il processo di diffusione sia il principale responsabile del recupero di rigidità, è necessario fornire una certa quantità di tempo per consentire il verificarsi dell'autoriparazione nel campione. Inoltre, gli autori ritengono che un singolo periodo di riposo non sia in grado di avere un impatto significativo sulle prestazioni a fatica del legante e potrebbe portare a previsioni errate del potenziale di autoriparazione del legante a lungo termine. Pertanto, al fine di ottenere una stima più realistica di questa capacità, si decide di applicare almeno 12 periodi di riposo, separati da fasi di carico. Inoltre, tale considerazione si effettua per simulare cosa avviene realmente in condizioni di esercizio nelle pavimentazioni stradali.

Si monitorano i cambiamenti del modulo viscoso $G^* \sin \delta$ nel tempo che risulta essere rappresentativo dell'energia dissipata. Le fasi di carico si interrompono quando tale parametro giunge al 65% del suo valore iniziale: tale livello di danno, quindi, corrisponde ad una riduzione del 35% del modulo viscoso. Si ricomincia con una nuova fase di carico, dopo 30 minuti di riposo. Si monitora il recupero della rigidità del materiale, anche durante i periodi di riposo, applicando un livello di deformazione sufficientemente basso da non indurre danneggiamento, ma in grado, allo stesso tempo, di consentirne il monitoraggio.

Per quanto riguarda la temperatura di prova, si deve specificare che la metodologia dell'Università Politecnica delle Marche preveda il calcolo di una temperatura di equi-rigidità $T_{\text{isostiffness}}$, a cui effettuare la prova di Healing. La scelta di eseguire le prove con lo stesso livello di rigidità iniziale evita il verificarsi di potenziali effetti correlati alla dipendenza del materiale dalla rigidità, durante il processo di danneggiamento. La temperatura $T_{\text{isostiffness}}$ si ricava da una prova in controllo di deformazioni e composta da tre fasi, condotte a tre temperature differenti, e mantenendo costanti la frequenza e la deformazione applicate. Si ricava per ognuna delle tre fasi il valore costante di modulo viscoso corrispondente alla specifica temperatura. Entrando nel grafico (in cui si rappresenta il modulo viscoso in funzione della temperatura) con un valore di $G^* \sin \delta$ pari a 3MPa, si ricava il valore di $T_{\text{isostiffness}}$. Si riporta in Figura 9 tale procedimento.

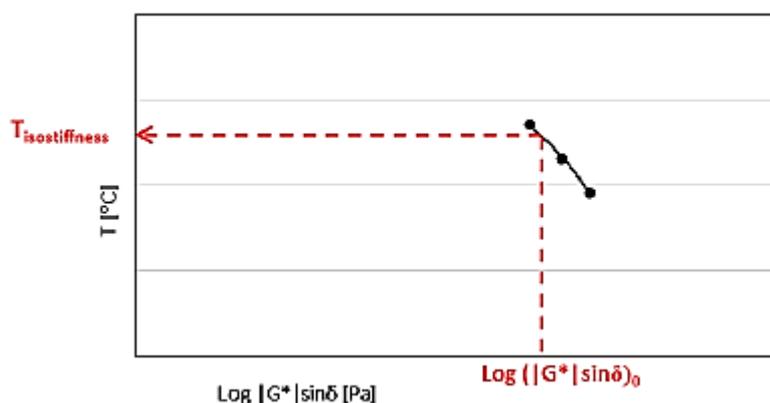


Figura 9 Calcolo $T_{\text{isostiffness}}$

Da protocollo, si effettuano due ripetizioni per ciascun materiale e si ottiene il valore finale di $T_{\text{isostiffness}}$ come media dei due ricavati per ciascuna ripetizione.

Nel lavoro di ricerca in esame, si decide, tuttavia, di non utilizzare tale operazione preliminare e uniformarsi agli altri due protocolli sperimentali analizzati, utilizzando come temperatura di prova non la $T_{\text{isostiffness}}$, ma la medesima impiegata negli altri due protocolli, ovvero quella intermedia di 20°C. In tal modo, si uniformano i risultati, almeno dal punto di vista termico, e si simulano le condizioni ambientali esterne che possano verificarsi con maggiore probabilità, durante la vita utile della pavimentazione. La scelta di indagare i bitumi ad una temperatura

intermedia si basa sulle medesime considerazioni effettuate nell'approccio sperimentale del Politecnico di Torino.

Per quanto riguarda l'ampiezza di deformazione impiegata nella prova, si adotta il medesimo valore di deformazione pari al limite di viscoelasticità lineare (LVE), trovato nella metodologia sperimentale del protocollo torinese.

In tale approccio sperimentale, un'ulteriore operazione preliminare è la determinazione del numero di cicli di carico iniziali N_0 , necessario a raggiungere il livello di danno selezionato corrispondente al 65% del modulo viscoso $G^* \sin \delta$ (Figura 10).

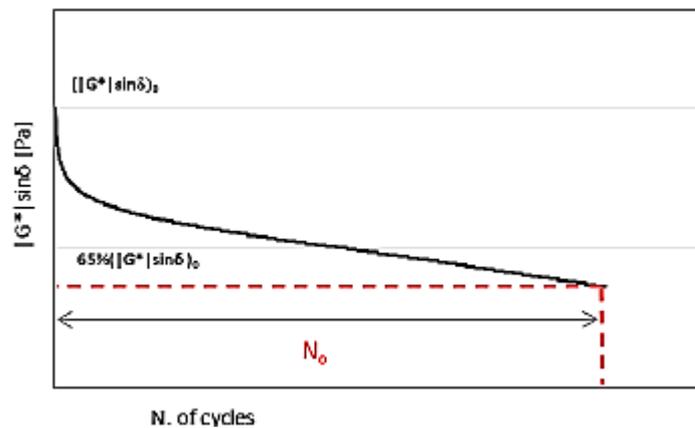


Figura 10 Numero di cicli di carico iniziali N_0 (Canestrari, Stimilli, & Mazzoni, *Self-Healing testing protocol and modelling*)

È di primaria importanza che tale valore rientri nell'intervallo tra 18000 e 54000 cicli, ovvero tra 30 e 90 minuti. Una prima fase di carico troppo lunga, infatti, sarebbe incompatibile con i vincoli di laboratorio, se si considera l'applicazione di almeno 12 fasi successive di carico e scarico presenti nella prova di Healing. Allo stesso modo, non è consigliabile avere una prima fase di carico troppo breve, dato che le improvvise diminuzioni temporali che si verificano nelle successive fasi di carico non consentirebbero di conseguire alcun risultato dal test eseguito.

La prova di Healing è preceduta da una fase di condizionamento del campione. Anche in questo approccio, la prova si esegue in controllo di deformazione e la frequenza di carico imposta si sceglie considerando quella più verosimile in

condizioni di esercizio, a causa dei carichi indotti dal transito veicolare. Tale prova si compone delle seguenti fasi di carico e scarico:

1. Fase di carico a temperatura, frequenza e deformazione costante:
Tale fase di carico si interrompe, come anticipato, quando il modulo viscoso $G^* \sin \delta$ giunge al 65% del suo valore iniziale.
2. Fase di riposo di durata, temperatura, frequenza e deformazione costante:
durante tale periodo di riposo, si osserva nel tempo l'evoluzione delle proprietà meccaniche espresse in termini di modulo viscoso $G^* \sin \delta$. Si adotta, come nel protocollo torinese, l'artificio di imprimere al provino una minima deformazione che è tale da non alterarne le caratteristiche meccaniche ma, allo stesso tempo, da consentirne il monitoraggio.

I risultati tipici di tale prova sono mostrati in Figura 11 e in Figura 12, dove l'evoluzione del modulo viscoso $G^* \sin \delta$ è rappresentata rispettivamente come una funzione del tempo e come funzione del numero di cicli di carico.

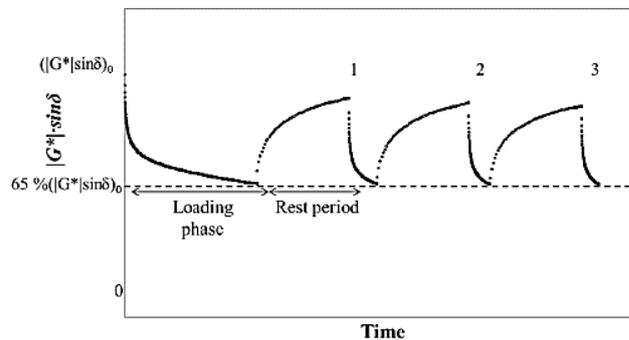


Figura 11 Evoluzione del modulo viscoso in funzione del tempo (Canestrari, Stimilli, & Mazzoni, Self-Healing testing protocol and modelling)

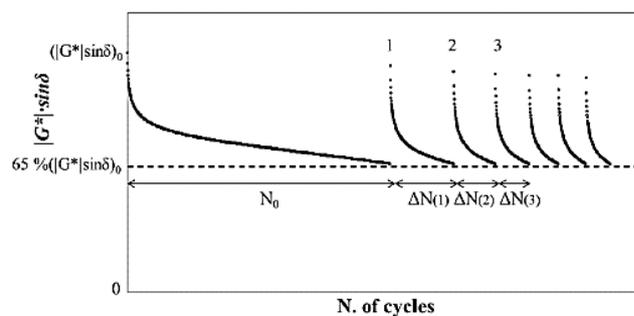


Figura 12 Evoluzione del modulo viscoso in funzione del numero di cicli di carico (Canestrari, Stimilli, & Mazzoni, Self-Healing testing protocol and modelling)

In ogni ciclo di carico, la prima fase è caratterizzata da una rapida diminuzione della rigidità, dovuta principalmente a fenomeni quali il riscaldamento e la tissotropia. Nella seconda fase, si assiste a una diminuzione della rigidità più lenta con una tendenza quasi lineare, in quanto diventa predominante il ruolo della fatica. Un aumento di $G^* \sin \delta$ può essere registrato durante i periodi di riposo, al termine dei quali il modulo viscoso diminuisce con una tendenza simile a quella esibita prima di tale periodo. Parallelamente, all'aumentare del numero dei periodi di riposo, il recupero del modulo viscoso, durante il riposo stesso, si riduce leggermente e la sua riduzione, durante la fase di carico successiva, diventa più veloce. Quando viene applicato un numero sufficiente di periodi di riposo, il tasso di diminuzione del modulo viscoso non varia più significativamente, anche se vengono applicate ulteriori fasi di riposo.

Per quanto riguarda la caratterizzazione dell'autoriparazione dei leganti bituminosi proposta nell'approccio sperimentale sviluppato dall'Università Politecnica delle Marche, si fa riferimento al limite di resistenza a fatica N_{fat} (Canestrari, Stimilli, & Mazzoni, Self-Healing testing protocol and modelling).

In particolare, tale parametro si basa sulla misura del numero di cicli di carico iniziale N_0 e del numero di cicli di carico dopo ogni i -esimo periodo di riposo ΔN_i che sono necessari al raggiungimento del livello di danno selezionato, ovvero il 65% del modulo viscoso. Si nota sperimentalmente che il numero di cicli di carico dopo ogni i -esimo periodo di riposo ΔN_i , necessari al raggiungimento del livello di danno fissato, diminuisce con una velocità gradualmente inferiore all'aumentare del numero di periodi di riposo, fino a quando tende ad un valore costante asintotico. Nello specifico, si presume che tale numero di cicli di carico ΔN_i sia il risultato di due contributi, uno dovuto alla reale capacità di autoriparazione del materiale e l'altro relativo a fenomeni attribuibili alla risposta viscoelastica del materiale e dipendenti dal tempo, come la tissotropia. Per definizione, la tissotropia mostra il suo effetto principalmente durante la fase di riposo, ma ha conseguenze anche durante la successiva fase di carico: maggiore è il recupero tissotropico durante il periodo di riposo, maggiore è il numero di cicli di carico a cui il materiale può resistere quando viene sollecitato. Considerando che la tissotropia è una proprietà

intrinseca di un materiale, si presume che dia un contributo costante, mentre la capacità di autoriparazione tenda a diminuire man mano che il danno sul materiale aumenta. Pertanto, il valore costante asintotico di ΔN_i misurato dopo infiniti periodi di riposo, quando si può presumere che il materiale abbia già raggiunto il collasso, va attribuito solo alla tissotropia (Figura 13).

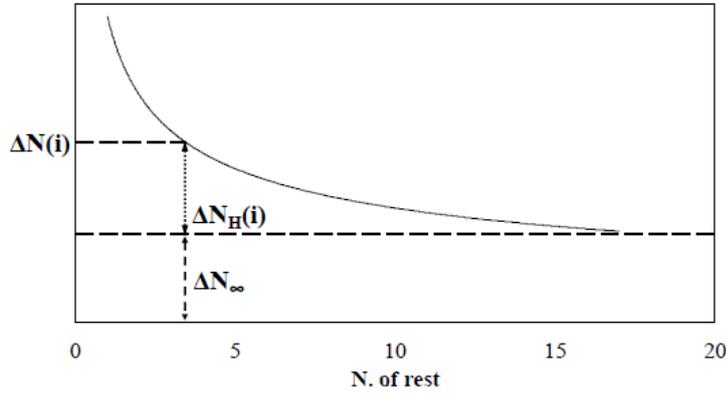


Figura 13 Numero di cicli di carico dopo ogni i -esimo periodo di riposo necessari al raggiungimento del livello di danno selezionato (Canestrari, Stimilli, & Mazzoni, *Self-Healing testing protocol and modelling*)

Sulla base di tali considerazioni, il numero totale di cicli di carico a cui il materiale resiste dopo n periodi di riposo N_{TOT} risulta pari alla somma di più contributi, riassunti nella seguente equazione:

$$N_{TOT} = N_0 + \sum_{i=1}^n \Delta N(i) \quad (2.2.1)$$

dove N_0 è correlato alla resistenza iniziale del materiale e $\Delta N(i)$ è il numero di cicli recuperati dopo ogni periodo di riposo (numero di cicli necessari per raggiungere il 65% del modulo viscoso iniziale dopo ogni riposo). Come introdotto precedentemente, si ipotizza che $\Delta N(i)$ sia la somma di un contributo variabile dovuto all'autoriparazione $\Delta N_H(i)$ e un contributo costante dovuto alla tissotropia ΔN_∞ , come segue:

$$\Delta N(i) = \Delta N_H(i) + \Delta N_\infty \quad (2.2.2)$$

dove i è il numero del periodo di riposo considerato.

Pertanto, l'Equazione 2.2.1 può essere riscritta, come segue:

$$N_{TOT} = N_0 + \sum_{i=1}^n \Delta N_H(i) + \sum_{i=1}^n \Delta N_\infty = N_0 + N_H(n) + N_T(n) \quad (2.2.3)$$

In essa:

- $N_H(n)$ è il contributo attribuibile all'autoriparazione del materiale;
- $N_T(n)$ è il contributo attribuibile alla tissotropia.

In particolare, l'aliquota di autoriparazione $\Delta N_H(i)$ diminuisce con la successione dei periodi di riposo applicati per poi svanire, come si evince dalla Figura 13. È possibile rappresentare tale contributo adottando il seguente modello:

$$\Delta N_H(i) = k_1 e^{-\alpha i} \quad (2.2.4)$$

dove i parametri k_1 e α sono valori specifici di ciascun materiale. Pertanto, dopo n periodi di riposo, il contributo complessivo $N_H(n)$ fornito dall'autoriparazione alla vita a fatica in termini di numero di cicli recuperati è:

$$N_H(n) = \sum_{i=1}^n k_1 e^{-\alpha i} \quad (2.2.5)$$

L'equazione precedente, che esprime il contributo di autoriparazione, è una serie geometrica convergente. Pertanto, è possibile scrivere:

$$N_H(n) = k_1 \frac{1 - e^{-\alpha n}}{e^\alpha - 1} \quad (2.2.6)$$

Si svolgono i passaggi matematici che conducono dall'Equazione 2.2.5 alla 2.2.6. Innanzitutto, si definisce serie geometrica convergente un'espressione del tipo:

$$\sum_{k=0}^n x^k = 1 + x + x^2 + \dots + x^n \quad (2.2.7)$$

Si moltiplicano e dividono entrambi i membri dell'Equazione 2.2.7 per $(1 - x)$ e si ottiene:

$$(1 - x) \sum_{k=0}^n x^k = (1 - x) * (1 + x + x^2 + \dots + x^n) \quad (2.2.8)$$

Si dimostra che, svolgendo il prodotto a secondo membro, tutti i termini del polinomio si semplificano tranne due:

$$\begin{aligned} & (1 - x) * (1 + x + x^2 + \dots + x^n) = \\ & = (1 + x + x^2 + \dots + x^n) - (x + x^2 + x^3 + \dots + x^{n+1}) = \quad (2.2.9) \\ & = 1 - x^{n+1} \end{aligned}$$

Si scrive in sintesi:

$$(1 - x) \sum_{k=0}^n x^k = 1 - x^{n+1} \quad (2.2.10)$$

Spostando il termine $(1 - x)$ al secondo membro, si ottiene la somma per la serie geometrica:

$$\sum_{k=0}^n x^k = \frac{1 - x^{n+1}}{1 - x} \quad (2.2.11)$$

Tuttavia, si nota che la serie geometrica in esame, espressa dall'Equazione 2.2.5, non parte da 0 ma da un altro termine m . Pertanto, generalizzando si ha

$$\begin{aligned} \sum_{k=m}^n x^k &= \sum_{k=0}^n x^k - \sum_{k=0}^{m-1} x^k = \frac{1 - x^{n+1}}{1 - x} - \frac{1 - x^{m-1+1}}{1 - x} \\ &= \frac{x^m - x^{n+1}}{1 - x} \end{aligned} \quad (2.2.12)$$

Si ottiene, quindi, l'espressione di riferimento:

$$\sum_{k=m}^n x^k = \frac{x^m - x^{n+1}}{1 - x} \quad (2.2.13)$$

A questo punto, si riscrive la formula 2.2.5, utilizzata nel Protocollo dell'Università Politecnica delle Marche, portando la costante k_1 fuori dalla sommatoria:

$$\sum_{i=1}^n k_1 e^{-\alpha i} = k_1 \sum_{i=1}^n e^{-\alpha i} \quad (2.2.14)$$

A partire dall'espressione 2.2.13, imponendo ragione della serie $x = e^{-\alpha}$, si perviene alla formula 2.2.6 usata dall'università marchigiana, tramite i seguenti passaggi matematici:

$$k_1 \sum_{i=1}^n e^{-\alpha i} = k_1 \frac{e^{-\alpha \cdot 1} - e^{-\alpha(n+1)}}{1 - e^{-\alpha}} \quad (2.2.15)$$

Mettendo in evidenza la ragione della serie $e^{-\alpha}$, si ottiene:

$$k_1 \sum_{i=1}^n e^{-\alpha i} = k_1 \frac{e^{-\alpha}(1 - e^{-\alpha n})}{1 - e^{-\alpha}} \quad (2.2.16)$$

Al fine di ottenere la formula 2.2.6, si moltiplica e divide il rapporto per la stessa quantità ovvero $(e^{\alpha} - 1)$ e tramite i seguenti passaggi matematici si ricava:

$$\begin{aligned} k_1 \frac{e^{-\alpha}(1 - e^{-\alpha n})}{1 - e^{-\alpha}} * \frac{e^{\alpha} - 1}{e^{\alpha} - 1} &= k_1 \frac{1 - e^{-\alpha n}}{e^{\alpha} - 1} * \frac{e^{-\alpha}(e^{\alpha} - 1)}{1 - e^{-\alpha}} = \\ &= k_1 \frac{1 - e^{-\alpha n}}{e^{\alpha} - 1} * \frac{e^0 - e^{-\alpha}}{1 - e^{-\alpha}} \end{aligned} \quad (2.2.17)$$

Il secondo rapporto della 2.2.17 vale 1 e, pertanto, si ottiene la formula 2.2.6 cercata:

$$N_H(n) = k_1 \frac{1 - e^{-\alpha n}}{e^{\alpha} - 1} \quad (2.2.6)$$

A questo punto, dopo un numero elevato di periodi di riposo (idealmente infinito) il contributo cumulato di autoriparazione, definito potenziale di autoriparazione, converge ad un valore finito espresso come funzione dei parametri k_1 e α precedentemente determinati:

$$N_{fH} = \lim_{n \rightarrow \infty} N_H(n) = \frac{k_1}{e^{\alpha} - 1} \quad (2.2.18)$$

Sulla base di quanto detto finora, il numero di cicli recuperati a causa dell'autoriparazione dopo i periodi di riposo può essere modellato sostituendo l'equazione 2.2.18 nell'equazione 2.2.6 dove il parametro α è espresso tramite la relazione matematica $3/n_{95}$.

$$N_H(n) = N_{fH} \left(1 - e^{-\frac{3n}{n_{95}}} \right) \quad (2.2.19)$$

Si svolgono i passaggi che conducono all'espressione $3/n_{95}$ per il parametro α : si specifica l'equazione 2.2.6 al caso particolare in cui si raggiunge il 95% di N_{fH} e si pone uguale all'espressione di tale parametro introdotta nell'equazione 2.2.18:

$$N_H(n_{95}) = k_1 \frac{1 - e^{-\alpha n_{95}}}{e^\alpha - 1} = 95\% N_{fH} = 0,95 \frac{k_1}{e^\alpha - 1} \quad (2.2.20)$$

Semplificando i termini k_1 e $(e^\alpha - 1)$ a primo e secondo membro, tramite semplici passaggi matematici, si ottiene:

$$\alpha = \frac{3}{n_{95}} \quad (2.2.21)$$

In particolare, il parametro n_{95} rappresenta il numero di periodi di riposo necessari al raggiungimento del 95% di N_{fH} . Pertanto, dopo n_{95} numeri di periodi di riposo, il materiale ha raggiunto il suo completo potenziale di autoriparazione e l'applicazione di ulteriori periodi di riposo non consentirà un aggiuntivo recupero delle proprietà del materiale. Come spiegato in precedenza dalle equazioni matematiche, è possibile notare che, per un numero elevato di periodi di riposo, il valore $N_H(n)$ converga ad un asintoto orizzontale che rappresenta il contributo cumulato di autoriparazione N_{fH} . Come già accennato, la tissotropia è una proprietà intrinseca del materiale e il suo contributo alla risposta materiale si considera costante, qualunque sia il numero di fasi di carico applicate o il livello di danno accumulato nel campione. Pertanto, il contributo tissotropico ΔN_∞ , assunto costante per ogni fase di carico, dopo n periodi di riposo può essere scritto come segue:

$$N_T(n) = \sum_{i=1}^n \Delta N_\infty = n \cdot \Delta N_\infty \quad (2.2.22)$$

In netto contrasto con le prove sperimentali, il contributo tissotropico porterebbe ad un limite infinito di resistenza alla fatica, come se il materiale non collassasse mai. Facendo riferimento alle considerazioni precedenti relative al comportamento del materiale, appare abbastanza ragionevole purificare il numero totale di cicli N_{TOT} dal termine tissotropico $N_T(n)$, poiché questo rappresenta un contributo fittizio dovuto a fenomeni reversibili che non forniscono alcun reale beneficio in termini di resistenza alla fatica. A seguito di queste osservazioni, il limite reale di resistenza a fatica di un materiale bituminoso può essere espresso come segue:

$$N_{fat} = N_{TOT} - N_T = N_0 + N_{fH} \quad (2.2.23)$$

2.3 Approccio sperimentale sviluppato presso la Beijing University of Technology

L'obiettivo del protocollo in esame è il medesimo dei due protocolli precedentemente analizzati, ovvero quantificare il potenziale di autoriparazione dei leganti bituminosi. La metodologia, sviluppata presso la Beijing University of Technology, nasce dalla prova standardizzata LAS (Linear Amplitude Sweep), la quale permette la caratterizzazione del materiale a fatica e prevede la costruzione della DCC, Damage Characteristic Curve. Tale curva costituisce la relazione tra integrità del materiale C e livello di danno S ed è espressione della resistenza del materiale al danneggiamento. La valutazione della capacità di autoriparazione viene effettuata interrompendo la prova LAS per mezzo di periodi di riposo e valutando i parametri C e S prima e dopo tale interruzione. Da qui, l'acronimo LASH, Linear Amplitude Sweep based Healing (Xie, Castorena, Wang, & Kim, 2017).

Innanzitutto, si effettuano prove definite Frequency Sweep, ovvero in scansione di frequenza, al fine di analizzare la risposta del materiale non danneggiato, ovvero in campo viscoelastico lineare, fondamentale per la modellazione del comportamento a fatica e delle capacità auto-riparanti del bitume. Le prove di Frequency Sweep si compongono di tre fasi, ognuna delle quali è preceduta da una fase di condizionamento del provino. In ciascuna di esse, la frequenza angolare viene fatta variare tra 0,1rad/s e 100rad/s, mentre la deformazione applicata γ è costante e pari a 0,1%. La temperatura decresce in ogni fase e passa rispettivamente da 35°C a 20°C a 5°C. Per mezzo di tali prove, è possibile costruire le curve maestre che esprimono, in un piano bilogarithmico, il modulo complesso in funzione della frequenza di sollecitazione (Figura 14) (Riviera, 2016/2017).

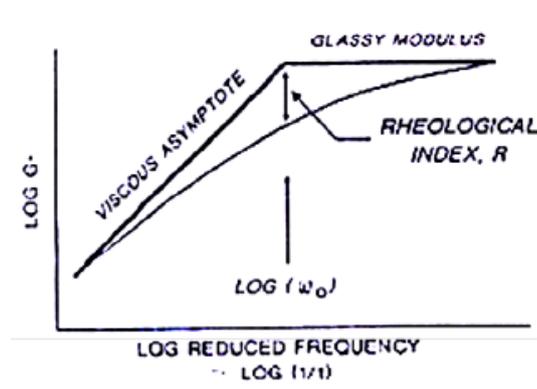


Figura 14 Curve maestre in regime oscillatorio (Riviera, 2016/2017)

La curva si definisce tramite parametri di posizione e forma, utili a descrivere come l'andamento tenda agli asintoti viscoso e vetroso.

Si elencano, nel seguito, tali parametri:

- Modulo vetroso G_g : valore del modulo complesso G^* corrispondente al tratto elastico;
- Frequenza di cross-over ω_0 : è la frequenza corrispondente all'intersezione dei due asintoti in regime oscillatorio, cui corrisponde un tempo di cross over t_0 in regime continuo. In corrispondenza di tale punto, il materiale subisce una transizione da comportamento prevalentemente elastico a viscoso;
- Indice reologico R : è la differenza tra il valore del modulo vetroso G_g e il valore del modulo complesso G^* valutato alla frequenza ω_0 o al tempo t_0 .

Per costruire l'intera curva maestra, si fa riferimento al Principio di Sovrapposizione Tempo-Temperatura che afferma che una risposta reologica, corrispondente a una variazione della frequenza di carico, si possa ottenere anche a seguito della variazione della temperatura di prova. In particolare, alla temperatura di riferimento T_{ref} , si avrà una certa porzione di curva maestra. Per ricavare il resto della curva, effettuando la prova a temperature maggiori di T_{ref} , si ottengono nel piano curve più basse (minor rigidità a parità di frequenza); viceversa per temperature minori di T_{ref} , le curve saranno più alte (maggior rigidità a parità di frequenza). Questi "monconi" vengono traslati fino a ottenere una curva continua. Da un punto di vista operativo, questo principio di equivalenza è trasposto nel

metodo delle variabili ridotte: ogni dato presenta un certo valore di rigidità e di frequenza di misura. Quando si trasla la curva, non varia l'ordinata ma varia solo l'ascissa, cioè l'informazione è traslata solo con riferimento alla sua frequenza come mostrato in Figura 15.

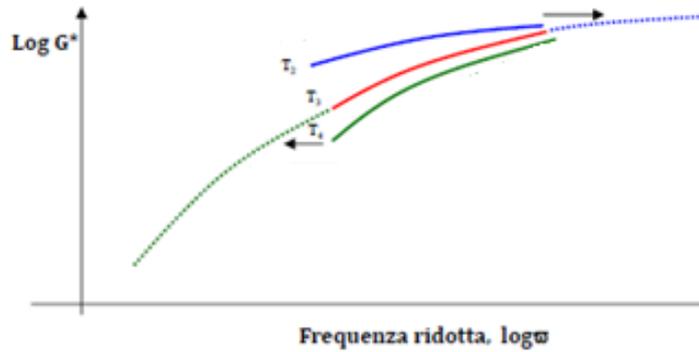


Figura 15 Curve maestre per varie temperature (Riviera, 2016/2017)

Si usa una frequenza ridotta, ottenuta dalla frequenza di misura moltiplicata per un coefficiente di traslazione detto Shift factor $a(T)$:

$$\omega_r = \omega_s * a(T) \quad (2.3.1)$$

Questa relazione può essere scritta in termini logaritmici:

$$\log \omega_r = \log \omega_s + \log a(T) \quad (2.3.2)$$

Con tale espressione, è chiaro che si operi una traslazione di una quantità pari proprio a $\log a(T)$. Lo Shift factor $a(T)$ da una misura della suscettività termica e, tra le varie espressioni, si può utilizzare l'equazione di Williams-Landel-Ferry secondo cui:

$$\log a_T = \frac{-C_1 \cdot (T - T_{ref})}{C_2 + (T - T_{ref})} \quad (2.3.3)$$

Con T_{ref} temperatura di riferimento, C_1 e C_2 costanti che dipendono dalla natura del materiale.

Il modello analitico di Christensen-Anderson-Marasteanu (CAM) può essere adottato per descrivere la curva maestra, secondo la seguente equazione:

$$G^*(\omega) = G_g \left[1 + \left(\frac{\omega_0}{\omega} \right)^{\frac{\log 2}{R}} \right]^{\frac{mR}{\log 2}} \quad (2.3.4)$$

dove il termine G_g rappresenta il modulo vetroso, ω_0 la frequenza di cross-over, R l'indice reologico e m è un parametro inserito per rendere al meglio la complessità costitutiva del bitume. Si effettua un processo di ottimizzazione tra i dati grezzi e quelli modellati per la stima di tali parametri.

Si procede con la prova LAS (Linear Amplitude Sweep) che fa riferimento alla normativa AASHTO TP101-14. In tale procedura standardizzata, si esegue prima una prova di Frequency Sweep, per valutare la risposta del materiale non danneggiato, e poi la prova di Amplitude Sweep vera e propria, in cui l'ampiezza della deformazione viene fatta aumentare linearmente da 0,1% a 30%, in un intervallo di tempo di 5 minuti. La temperatura è costante e pari a 20°C e la frequenza applicata è 10Hz. Un tipico andamento della tensione tangenziale in funzione della deformazione, ottenibile da tale prova, è rappresentato in Figura 16.

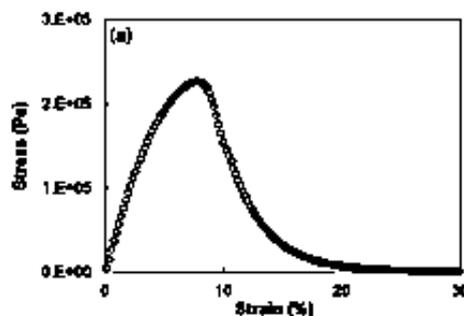


Figura 16 Curva tensione tangenziale-deformazione risultato prova LAS (Xie, Castorena, Wang, & Kim, 2017)

Tradizionalmente, il punto di rottura del campione veniva identificato come punto di picco della tensione tangenziale. Recentemente, Wang et al hanno proposto un metodo alternativo a questo, una nuova definizione di collasso a fatica: il picco registrato nella curva Stored PSE (Pseudo Strain Energy function) in funzione del

numero di cicli di carico (Figura 17). Tale punto risulta essere precedente al punto di rottura identificato col criterio di picco della tensione.

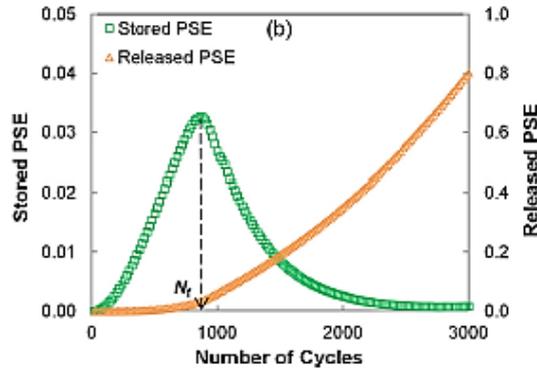


Figura 17 Definizione di rottura a fatica: risultato di prova LAS (Xie, Castorena, Wang, & Kim, 2017)

Per quanto riguarda l'interpretazione dei risultati, la modellazione sviluppata presso la Beijing University of Technology si basa sul modello VECD (ViscoElastic-Contiuum Damage) e, più nello specifico, fa riferimento alla sua versione semplificata S-VECD.

Si riassumono, nel seguito, gli aspetti chiave di questo approccio (Wang, Castorena, Zhang, & Kim, 2015).

Il modello VECD si basa su tre principi fondamentali: il principio di corrispondenza elastico-viscoelastico, la teoria del lavoro potenziale di Schapery e il principio di sovrapposizione tempo-temperatura. Il principio di corrispondenza elastico-viscoelastico viene applicato per risolvere problemi viscoelastici con soluzioni adottate per problemi elastici, attraverso l'introduzione di pseudo-deformazioni, al posto delle deformazioni fisiche, definite tramite:

$$\gamma_p^R = \gamma_p \cdot |G^*|_{LVE} \quad (2.3.5)$$

Dove $|G^*|_{LVE}$ è il modulo complesso relativo al materiale in campo viscoelastico lineare, a una data temperatura e frequenza di carico (derivato dall'applicazione del modello CAM), e γ_p è la deformazione a taglio fisica misurata nello specifico ciclo di carico.

La teoria di Schapery quantifica il danno con una variabile di stato S, la quale tiene in conto i cambiamenti microstrutturali che occorrono all'interno del materiale ed esprime il danneggiamento nel tempo come:

$$\frac{dS}{dt} = \left(-\frac{\partial W^R}{\partial S} \right)^\alpha \quad (2.3.6)$$

dove S è la variabile di stato interna che rappresenta il danno e W^R è il lavoro svolto. La costante α è dipendente dal materiale non danneggiato ed è pari al rapporto $1/m$, dove m è un parametro, funzione delle caratteristiche viscoelastiche del bitume, che si può ricavare attraverso espressioni differenti. In questo studio, tale parametro si ricava tramite la prova di Frequency Sweep, esposta poco sopra, e si ottiene come la pendenza della retta interpolante i valori del logaritmo del modulo complesso G^* in funzione del logaritmo della frequenza ridotta. In Figura 18 viene presentato un esempio di calcolo del suddetto parametro m:

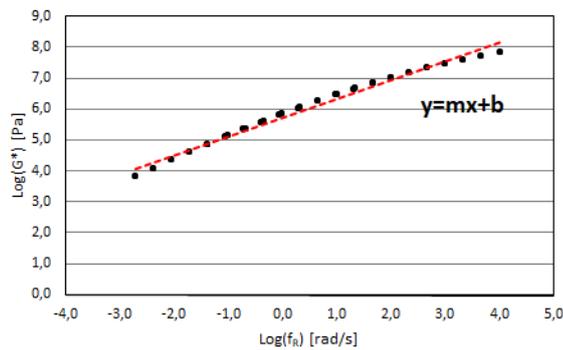


Figura 18 Calcolo parametro m

W^R si ottiene tramite l'espressione:

$$W_S^R = \frac{1}{2} \cdot C(S) \cdot (\gamma_p^R)^2 \quad (2.3.7)$$

Dove il termine C(S) è la pseudo-rigidezza, rappresenta l'integrità del materiale e può essere determinato come segue:

$$C(S) = \frac{\tau_p}{\gamma_p^R \cdot DMR} \quad (2.3.8)$$

In essa, τ_p è l'effettiva tensione tangenziale di picco misurata in un determinato ciclo di carico e γ_p^R è la pseudo deformazione di picco per quel ciclo introdotta nell'Equazione 2.3.5.

Il termine DMR (Dynamic Modulus Ratio) è pari al rapporto:

$$DMR = \frac{|G^*|_{fingerprint}}{|G^*|_{LVE}} \quad (2.3.9)$$

Esso viene introdotto per eliminare le variabilità da campione a campione. $|G^*|_{LVE}$ è il modulo complesso relativo al materiale in campo viscoelastico lineare, mentre $|G^*|_{fingerprint}$ è il modulo complesso dello specifico campione sottoposto al test LAS. Se si facessero ripetizioni perfettamente identiche, il valore di DMR sarebbe pari ad 1. Questa è una condizione ideale e, in genere, tale rapporto varia tra 0,95 e 1,05. La normativa accetta uno scarto del 5 % tra i due valori.

Combinando tutte le equazioni sopra esposte e integrando l'Equazione 2.3.6 rispetto al tempo, si ottiene l'espressione del danno S come funzione del tempo:

$$S = \sum_{j=1}^N \left[\frac{DMR}{2} (\gamma_p^R)^2 (C_{j-1} - C_j) \right]^{\frac{\alpha}{1+\alpha}} [(t_j - t_{j-1})]^{\frac{1}{1+\alpha}} \quad (2.3.10)$$

In essa, infatti, j rappresenta l'intervallo di tempo. I dati di integrità del materiale o modulo pseudo-secante C in funzione del danno S, ricavati secondo quanto descritto sopra, possono essere interpolati tramite la seguente relazione:

$$C = 1 - C_1 \cdot (S)^{C_2} \quad (2.3.11)$$

In cui C_1 e C_2 sono coefficienti tipici del materiale e si ricavano tramite ottimizzazione dei dati sperimentali (Equazione 2.3.8) e di quelli modellati (Equazione 2.3.11)

Il modello S-VECD consente di ottenere la DCC, ovvero la Damage Characteristic Curve. Come anticipato, essa costituisce la relazione tra integrità del materiale C(S) e livello di danno S e risulta essere unica per un materiale e indipendente da temperatura e condizioni di carico applicate (Figura 19). Questo consente di

calibrare la DCC, sfruttando risultati di prova limitati e usando questi per predire le prestazioni a fatica sotto ogni condizione di interesse.

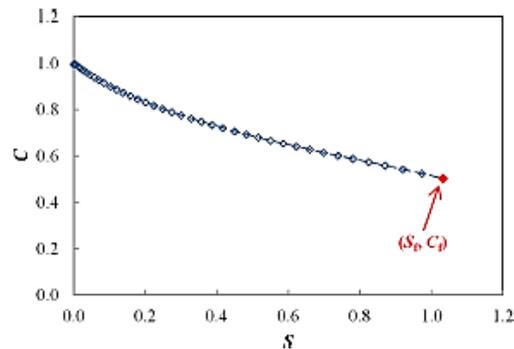


Figura 19 DCC (Xie, Castorena, Wang, & Kim, 2017)

I valori S_f e C_f rappresentano rispettivamente i valori del danno S e dell'integrità del materiale C a rottura. Il punto finale della curva DCC corrisponde alla rottura per fatica definito tramite il criterio della PSE visto sopra (Figura 17). La DCC è una curva monotona decrescente in cui il valore di integrità decresce al crescere del danneggiamento S . Questo deriva dalla teoria di Schapery, la quale ammette danno crescente in seguito a danneggiamento del materiale. In assenza di danno, l'integrità C risulta essere pari a 1.

Per procedere con la prova LASH (Linear Amplitude Sweep based Healing), due parametri fondamentali sono la selezione del livello di danno al quale deve essere applicato il periodo di riposo e la durata di tale periodo, ovvero il tempo in cui il carico è interrotto.

Per quanto riguarda il danneggiamento, una volta identificato il valore a rottura S_f , si procede applicando il criterio di interrompere il carico una volta raggiunti i valori di $25\%S_f$, $50\% S_f$, $75\%S_f$ e $125\%S_f$. L'applicazione dei periodi di riposo, prima e dopo la rottura del campione, consente la definizione delle proprietà di autoriparazione di pre-rottura e post-rottura. Si effettuano prove per ogni valore percentuale del danno a rottura, con cinque periodi di riposo differenti pari a 60, 300, 600, 900 e 1800 secondi (Xie, Castorena, Wang, & Kim, 2017).

La procedura proposta per la prova LASH viene riassunta nelle seguenti fasi:

1. si effettua una prova LAS in regime continuo al fine di ottenere il valore S_f ;
2. un nuovo campione di bitume è soggetto alla prova LAS, sollecitandolo fino alla specifica ampiezza di deformazione che corrisponde al valore percentuale di S_f scelto, risultato della precedente prova LAS;
3. si applica il periodo di riposo;
4. si riprende la sequenza di carico LAS dal valore di deformazione applicata prima del periodo di riposo con lo stesso tasso di incremento in deformazione della prova LAS.

Confrontando i risultati tipici di una prova LAS e LASH, si nota, in opposizione alla teoria di Schapery, che sia l'integrità del materiale C che il livello di danno S esibiscono un recupero durante il periodo di riposo, come mostrato in Figura 20.

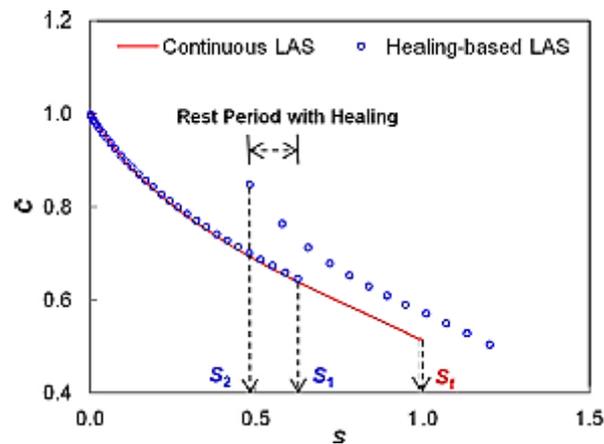


Figura 20 LAS vs LASH (Xie, Castorena, Wang, & Kim, 2017)

In questo studio, l'indice di Healing % H_s si stima a partire da tale recupero tramite il rapporto:

$$\%H_s = \frac{S_1 - S_2}{S_1} \quad (2.3.12)$$

In cui S_1 e S_2 rappresentano i valori misurati di danno S, immediatamente prima e dopo il periodo di riposo.

All'interno del progetto RILEM, si decide, tuttavia, di considerare il solo valore di $50\%S_f$ come livello di danno in cui applicare quattro dei cinque periodi di riposo, ovvero 60, 300, 900 e 1800 secondi.

In realtà, l'approccio sperimentale effettivamente sviluppato presso la Beijing University of Technology, come sopradetto, prevede i valori del $25\%S_f$, $50\% S_f$, $75\%S_f$ e $125\%S_f$, quali livelli di danno in cui applicare i periodi di riposo. Ciò rende possibile la costruzione di curve maestre relative all'autoriparazione per i leganti bituminosi. Infatti, i risultati sperimentali mostrano che la capacità di autoriparazione sia funzione del livello di danno e anche della durata del periodo di riposo. Pertanto, sarebbe desiderabile avere una singola funzione relativa al potenziale di autoriparazione che catturi gli effetti di entrambi i parametri. A tal fine, in maniera simile all'applicazione del principio di Equivalenza Tempo-Temperatura nelle fasi di carico, si applica il Principio di Sovrapposizione Riposo-Danno (RDSP), durante le fasi di riposo. Tale principio, infatti, afferma che lo stesso valore di indice di Healing si possa ottenere applicando un periodo di riposo breve ad un livello di danno basso o un periodo di riposo lungo ad un livello di danno alto (Xie, Castorena, Wang, & Kim, 2017).

3. PROGRAMMA SPERIMENTALE

3.1 Strumentazione

Il presente lavoro di tesi è stato sviluppato utilizzando il reometro rotazionale della serie Physica MCR 301, prodotto dall'azienda Anton Paar, mostrato in Figura 21.



Figura 21 Reometro Physica MCR 301

Le azioni esterne vengono impartite sul campione da testare tramite la parte superiore del reometro. Essa è composta da un motore sincrono EC, disposto su cuscinetti ad aria, e da un encoder ottico. Il motore si costituisce di un rotore provvisto di magneti permanenti e di uno statore, in cui sono montate delle bobine con polarità opposta che producono poli magnetici. I magneti del rotore e le bobine dello statore si attraggono e producono un flusso rotante di corrente nella bobina, che provoca il movimento, privo di attrito, del rotore. La corrente in ingresso alle bobine dello statore consente di impostare e misurare la coppia del motore. Il motore EC assicura una relazione lineare tra la coppia e la corrente in ingresso alla bobina dello statore e ciò costituisce un vantaggio per il controllo della coppia. L'encoder ottico ad alta risoluzione permette la misura ed il controllo delle

deflessioni angolari fino a 50 nanoradiani. Il motore è supportato da due cuscinetti ad aria: il cuscinetto radiale centra e stabilizza l'albero ed il cuscinetto assiale supporta il peso delle parti rotanti. Tale sistema riduce al minimo l'attrito e le vibrazioni causate da contatti fisici, migliorando l'accuratezza della misura e consentendo l'acquisizione di valori di coppia sino ad un minimo di 0,5 nNm. Tale tecnologia è indipendente da influenze esterne ed è, quindi, applicabile senza ulteriori controlli elettronici. L'elevata sensibilità e la velocità di campionamento del sensore di forza normale, integrato nel cuscinetto ad aria, consentono misure della forza normale durante prove in regime transitorio ed in regime stazionario. Inoltre, sono possibili misure statiche della forza normale che vengono usate, a titolo di esempio, per il controllo del gap. Il sensore sfrutta un metodo basato sulla capacità elettrica, convertendo deflessioni estremamente piccole nel cuscinetto ad aria nella relativa forza normale. Per misurare la forza normale, anziché forzare un movimento aggiuntivo, viene utilizzato il movimento naturale già presente nel cuscinetto ad aria.

Per quanto riguarda l'unità inferiore del reometro, essa è, invece, dedicata ai componenti di controllo meccanico ed elettrico. In essa, è presente un elemento di controllo della temperatura Peltier che permette di riscaldare o raffreddare il sistema con distribuzione termica uniforme, assicurando che venga rispettata la temperatura, voluta durante lo svolgimento di tutta la prova. Inoltre, il sistema di misurazione è coperto da una cappa Peltier che permette un maggiore controllo della temperatura e dell'evaporazione, soprattutto per i bitumi che sono materiali sensibili a questi fattori. L'intera struttura è collegata ad un sistema di circolazione dell'acqua al fine di garantire un corretto raffreddamento. I sistemi di misura, che possono essere montati all'interno dello strumento, sono molteplici e sono costituiti da una parte fissa, collegata all'unità inferiore del reometro, e da una parte mobile, collegata al rotore per mezzo di un attacco rapido. Tali sistemi di misura si differenziano in base al tipo di materiale da testare e alla tipologia di prova scelta. Le geometrie più comunemente utilizzate sono quelle a cilindro concentrico, il sistema piatto-piatto ed il sistema piatto-cono.

Si particularizzano le sole caratteristiche relative alla configurazione piatto-piatto, in quanto è quella adottata per le prove sperimentali presenti in questo lavoro di ricerca. La geometria piatto-piatto (Figura 22) è costituita da due piatti paralleli, di cui uno fisso alla base e l'altro messo in rotazione.



Figura 22 Sistema piatto-piatto

Viene utilizzato per misure dinamiche o a velocità costante e per materiali newtoniani e non. Lo spazio tra le piastre, ovvero il gap tra i piatti, è costante ed è funzione della dimensione dei piatti e può essere impostato dall'utente. La velocità di deformazione varia dal centro alle estremità: in corrispondenza del raggio è applicata la velocità massima. La non uniformità delle sollecitazioni applicate, tuttavia, rende complessa l'interpretazione del comportamento reologico. Infatti, in questo sistema di raggio R e altezza h note del provino, si impone una torsione M al piatto superiore, mentre quello inferiore è fisso. Si può valutare, quindi, una tensione tangenziale media τ , interna al campione, tramite la seguente espressione:

$$\tau = \frac{3M}{\pi R^3} \quad (3.1.1)$$

Ad essa, corrisponde una deformazione γ non uniforme all'interno del materiale pari a

$$\gamma = \frac{\varphi R}{h} \quad (3.1.2)$$

Infatti, imponendo una rotazione φ alla parte superiore, il punto a contatto con essa segue un percorso secondo φ , ma il punto solidale alla base inferiore non si sposta. Pertanto, la deformazione γ si stima dalla deviazione che nasce all'interno del materiale tramite il rapporto tra spostamento e altezza.

Il sistema di misura adottato per le prove è il sistema piatto-piatto PP08 con diametro 8mm, mostrato in Figura 23. È stato impostato un gap tra i piatti di 2mm.



Figura 23 PP08

I dati di input utili alla taratura dello strumento e all'esecuzione della prova sono stati impostati tramite il Software Rheoplus.

3.2 Materiali

Sono stati sottoposti a sperimentazione due bitumi vergini provenienti da diversi stabilimenti industriali:

1. Bitume 40/60 fornito dall'azienda LAGAN (Irlanda);
2. Bitume 70/100 fornito dall'azienda BITUMTEC (Italia).

Nel sistema di classificazione empirico, le diciture 40/60 e 70/100 si riferiscono ai risultati tipici di una delle prove di caratterizzazione: ovvero la prova penetrometrica. Esse corrispondono al valore di penetrazione, espresso in dmm, di un ago all'interno del campione di bitume condizionato a 25° C. Nel caso in esame, quindi, il bitume Lagan, ha un valore di penetrazione dell'ago compreso tra 40÷60 dmm, mentre per il bitume Azalt varia tra 70÷100 dmm. Vengono, quindi, denominati rispettivamente come bitume 40/60 e bitume 70/100. È evidente come il legante 40/60, avendo un indice inferiore rispetto al legante 70/100, sia un bitume più rigido e, in altre parole, meno deformabile.

I due bitumi sono stati sottoposti, preliminarmente, a studi per ricavarne l'esatta composizione chimica e le proprietà tempo-dipendenti in regime viscoelastico lineare. Si riportano, nel seguito, i risultati di questi studi preliminari.

Per definire l'esatta composizione chimica dei due bitumi, è stata effettuata un'Analisi S.A.R.A. che ha reso possibile la scomposizione nelle quattro componenti che li costituiscono (Saturi, Aromatici, Resine e Asfaltene) sulla base della loro polarità.

Si riportano in Tabella 1 e in Figura 24 tali risultati.

BITUME	SATURI [%]	AROMATICI [%]	RESINE [%]	ASFALTENI [%]	TOT [%]	IC
40-60	5,1	45,4	18,7	30,8	100,0	0,56
70-100	6,1	44,1	22,8	26,9	100,0	0,49

Tabella 1 Analisi SARA

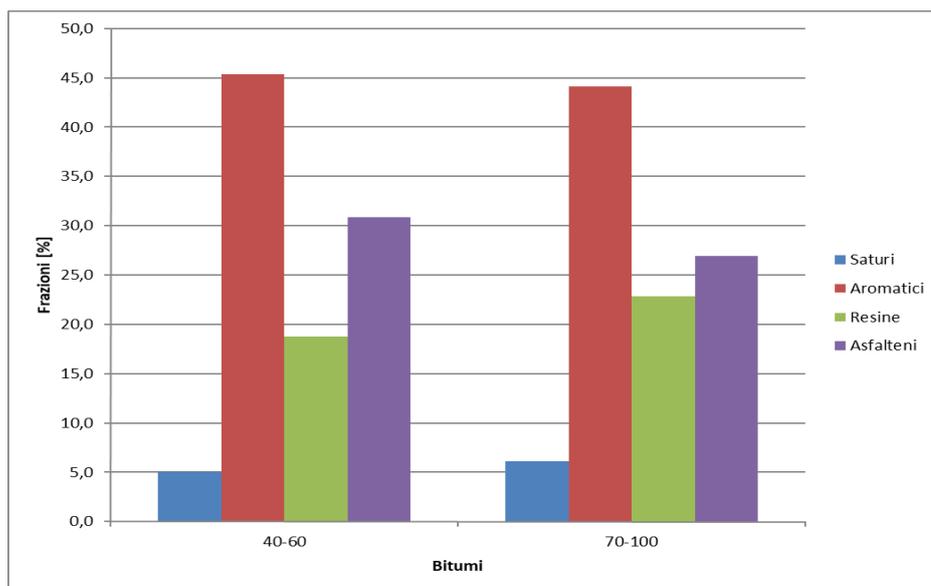


Figura 24 Analisi SARA

I Saturi sono le componenti meno polari in assoluto del bitume, mentre gli Asfaltene sono le più polari; Aromatici e Resine si dispongono tra le altre due componenti.

Osservando i valori emersi dall'analisi S.A.R.A, si può notare che nel bitume 40/60 gli Asfaltene siano pari al 30,8%, mentre nel bitume 70/100 assumano un valore di 26,9%. Si ritiene che il materiale con indice di penetrazione 40/60 sia più rigido rispetto al bitume 70/100 proprio perchè gli Asfaltene, come componente più polare, conferiscono maggiore rigidità (Sultana & Bhasin, 2014). Questo risultato è concorde con i risultati delle prove di caratterizzazione empirica dei leganti in esame: infatti il bitume con grado di penetrazione minore è classificato come più rigido rispetto a quello con classe di penetrazione maggiore.

Una rappresentazione dei dati provenienti da prove in regime oscillatorio sinusoidale è stata fatta per mezzo del Black Diagram: un piano con ascissa definita dall'angolo di fase espresso in scala lineare e con ordinata definita dal modulo complesso in scala logaritmica. In esso, ogni coppia angolo di fase δ - modulo complesso G^* è rappresentativa di una frequenza e di una temperatura. Il vantaggio di questo tipo di grafici risiede nel fatto che non compaiono né il tempo di carico né la temperatura e, quindi, non hanno bisogno di nessuna manipolazione dei dati, aspetto che invece è basilare nell'analisi delle curve maestre. Di seguito si riporta il black diagram relativo ai leganti in esame (Figura 25).

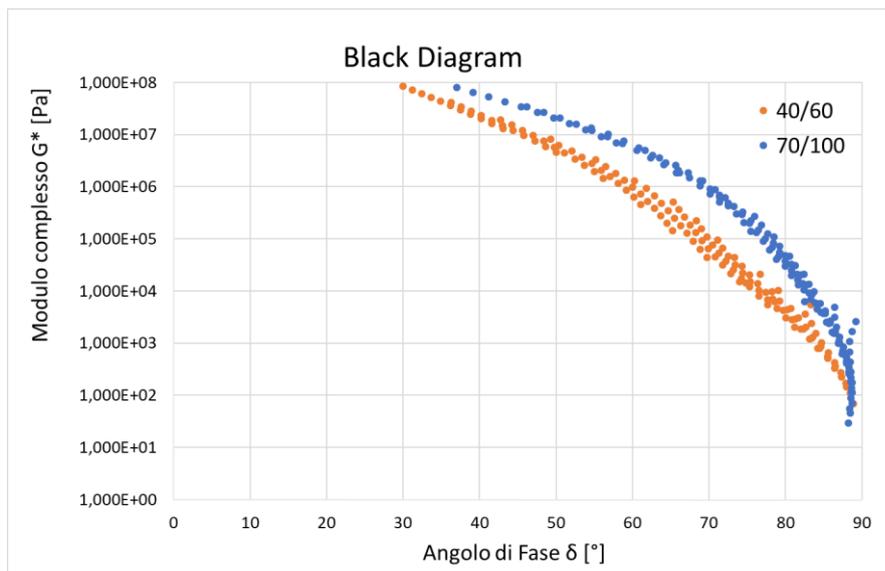


Figura 25 Black diagram

Dal confronto delle due curve, emerge che, a parità di modulo complesso, il bitume 40/60 presenti un angolo di fase minore del 70/100. Ciò implica che, a parità di caratteristiche meccaniche, il primo bitume si comporti più rigidamente e il secondo in modo più viscoso.

Un'ulteriore rappresentazione dei dati provenienti da prove in regime oscillatorio sinusoidale è stata fatta mediante la costruzione di curve maestre che rappresentano il comportamento dei due bitumi in campo visco-elastico lineare, in un determinato intervallo di frequenze di carico o di temperature.

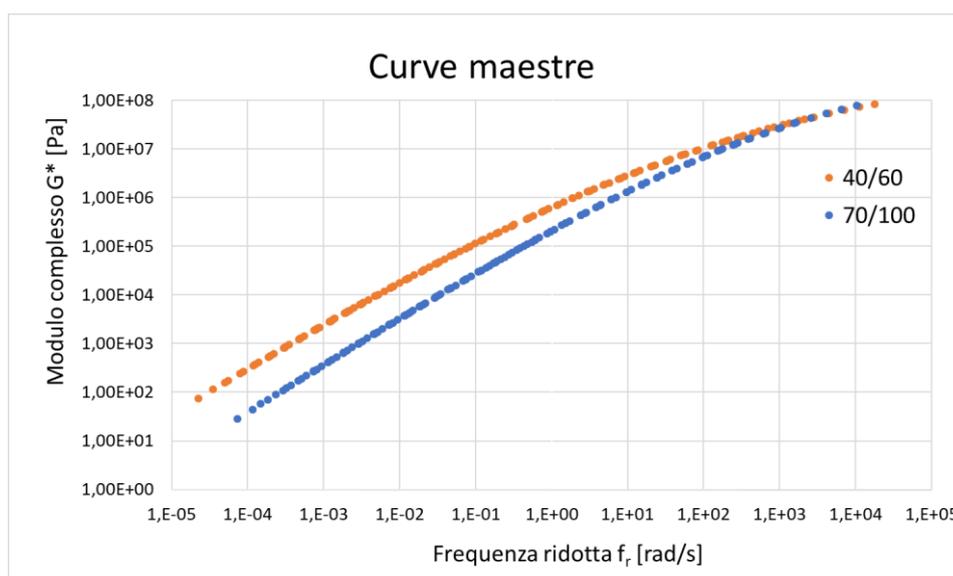


Figura 26 Curve maestre in termini di modulo complesso

Si nota che la curva relativa al bitume 40/60 presenti dei moduli complessi maggiori della curva relativa al bitume 70/100. Questo è molto più evidente alle basse frequenze, ovvero alle alte temperature. Quindi il bitume 70/100, alle alte temperature, si comporta meno rigidamente rispetto al bitume 40/60 che, quindi, tende a fluire meno, mentre il bitume meno rigido ha una maggiore tendenza a fluire.

Tutto ciò è confermato anche dalla curva maestra relativa all'angolo di fase, in cui si nota che, a parità di frequenza ridotta, il bitume 40/60 presenta un angolo di fase minore rispetto al bitume 70/100, ciò vuol dire che il comportamento del primo legante tende ad essere più elastico rispetto al comportamento più viscoso del secondo materiale.

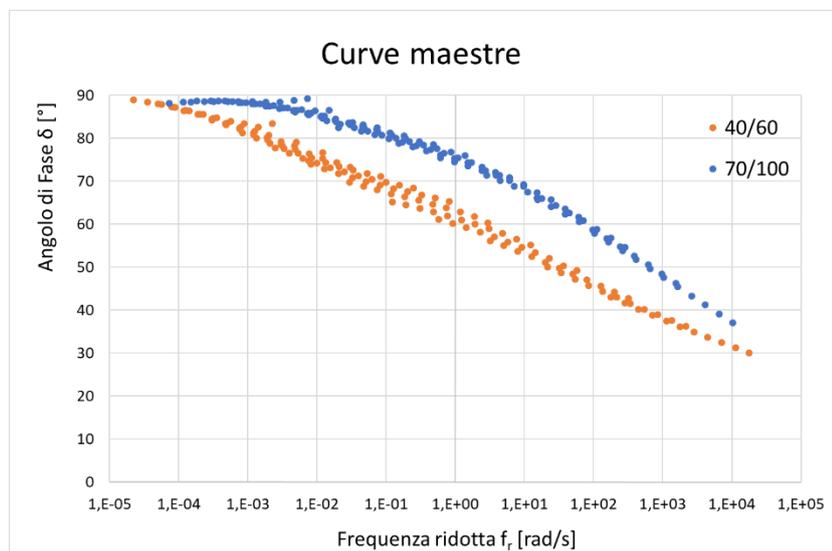


Figura 27 Curve maestre in termini di angolo di fase

3.3 Preparazione dei campioni

Il materiale utilizzato per la sperimentazione è stato prelevato da contenitori cilindrici di latta tramite l'utilizzo di una spatola, opportunamente riscaldata, e riposto in piccoli contenitori di alluminio. Si effettua quest'operazione per averne disponibilità in quantità minori e, di conseguenza, più agevoli da maneggiare. In tutte le prove eseguite, i campioni sono stati preformati con il procedimento che si riporta nel seguito. Si prelevano 0,250 g di materiale e si posizionano in un cassero di silicone (Figura 28).

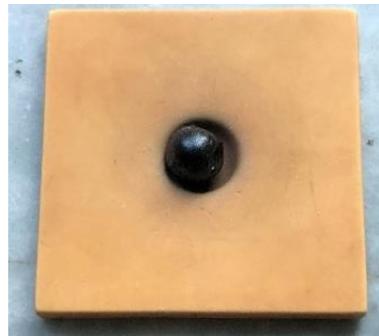


Figura 28 Prelievo materiale e posizionamento in cassero di silicone

Il campione viene riscaldato in forno ad una temperatura di 130° per 5 minuti, aderendo perfettamente al cassero (Figura 29).

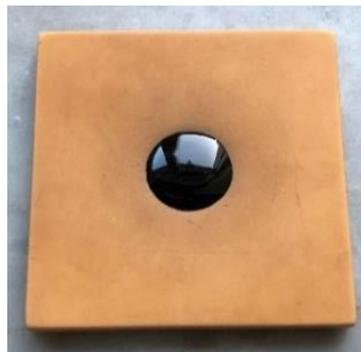


Figura 29 Campione dopo il riscaldamento in forno

Viene, quindi, messo a riposo a temperatura ambiente per 5 minuti e, poi, raffreddato in congelatore per i successivi 3 minuti. Assume, così, la forma voluta (Figura 30).



Figura 30 Campione dopo il raffreddamento in congelatore

Il campione è, quindi, inserito tra i piatti del reometro, preriscaldati a 45°C, per creare una migliore condizione di adesione tra piatto e bitume, e poggiato sul piatto inferiore dello strumento. A questo punto, si procede abbassando il piatto superiore.



Figura 31 Campione posizionato tra i due piatti

Quando si raggiunge un gap di 2,1 mm, il campione si schiaccia e il bitume in eccesso viene rasato usando una spatola riscaldata. Si effettua, così, un'operazione di rasatura o trimming:



Figura 32 Campione dopo la rasatura

Durante questa operazione, si deve prestare particolare attenzione a non danneggiare il campione, poiché questo altererebbe i risultati delle prove. Al fine di evitare tale inconveniente, la spatola viene passata su tutto il perimetro dei piatti.

Si può, così, procedere con l'inizio delle prove.

3.4 Protocollo sperimentale sviluppato presso il Politecnico di Torino

Ogni materiale viene testato con prove di Strain Amplitude Sweep, preliminari allo svolgimento delle prove di Healing e di Steric Hardening. Tutte le tre tipologie di prova vengono effettuate con tre ripetizioni per ciascun bitume. Si riportano, nel seguito, i dettagli ad esse relativi.

La Strain Amplitude Sweep è composta dalle seguenti fasi:

1. Condizionamento del campione a $T=20^{\circ}\text{C}$, $f=10\text{Hz}$ e $\gamma=0,01\%$ per 30 minuti.
2. Prova in scansione di deformazioni: l'ampiezza di deformazione γ viene fatta variare tra un minimo di $0,01\%$ e un massimo di 100% alla frequenza di 10Hz e alla temperatura costante di 20°C . Non viene imposto un tempo di elaborazione dei dati alla macchina. Si stabilisce, però, che, se si dovesse raggiungere nello strumento un momento torcente superiore a 180mNm , la prova si debba interrompere.

Con i dati restituiti dal reometro, è stato possibile procedere al calcolo del limite di viscoelasticità lineare (LVE) per i due bitumi analizzati.

La prova di Healing è composta dalle seguenti fasi:

1. Condizionamento del campione a $T=20^{\circ}\text{C}$, $f=10\text{Hz}$ e $\gamma=0,01\%$ per 30 minuti. Al termine di tale condizionamento, si impone al reometro di acquisire un punto di carico a temperatura $T=20^{\circ}\text{C}$, frequenza $f=10\text{Hz}$ e ampiezza di deformazione $\gamma=LVE$ in no time setting. Lo strumento restituisce un valore di shear stress τ_0 relativo ad un punto che si ipotizza privo di danneggiamento, in quanto è il primo registrato a un valore di deformazione elevato;
2. Prima fase di carico a $T=20^{\circ}\text{C}$, $f=10\text{Hz}$, $\gamma=LVE$: questa prima fase di carico è interrotta quando il campione raggiunge particolari livelli di danno: questi corrispondono a specifiche riduzioni dell'energia dissipata iniziale ΔW_0 pari al 15% , 30% , 35% e 50% . Si precisa che, facendo riferimento alla

variabile misurata da reometro che è la tensione tangenziale τ , tale fase di carico si interromperà in corrispondenza di un suo abbattimento, tramite l'opzione Event control: jump forward. In altre parole, la prima fase di carico lascia il posto al periodo di riposo quando la tensione tangenziale registrata sarà minore di quella calcolata come segue:

$$\tau_x = \tau_0 \cdot x \quad (3.4.1)$$

Con

- τ_0 valore di tensione tangenziale acquisito dopo la fase di condizionamento;
 - τ_x valore di tensione tangenziale relativo ad uno specifico valore di abbattimento;
 - x pari al complemento all'unità del valore di abbattimento, ovvero 0.85, 0.7, 0.65 e 0.5 rispettivamente relativi ad abbattimenti del 15%, 30%, 35% e 50% di τ_0 . Di conseguenza, non ci sarà l'esatto abbattimento del valore di energia, ma le differenze si ritengono trascurabili;
3. Fase di riposo a $T=20^\circ\text{C}$, $f=10\text{Hz}$ e $\gamma=0,01\%$ di durata pari a 2 ore;
 4. Seconda fase di carico a $T=20^\circ\text{C}$, $f=10\text{Hz}$, $\gamma=\text{LVE}$: questa seconda fase di carico si conclude con la rottura del campione corrispondente ad un raggiungimento del 15% della tensione tangenziale iniziale τ_0 . In altre parole, si imposta da reometro un altro Event control: terminate test e tale fase di carico si interromperà quando la tensione tangenziale registrata sarà minore di quella calcolata come segue:

$$\tau_x = 0,15 \cdot \tau_0 \quad (3.4.2)$$

Con

- τ_0 valore di tensione tangenziale acquisito dopo la fase di condizionamento.

La prova di Steric Hardening è composta dalle seguenti fasi:

1. Condizionamento del campione a $T=20^\circ\text{C}$, $f=10\text{Hz}$ e $\gamma=0,01\%$ per 30 minuti. Al termine di tale condizionamento, si impone al reometro di acquisire un punto di carico a temperatura $T=20^\circ\text{C}$, frequenza $f=10\text{Hz}$ e ampiezza di deformazione $\gamma=\text{LVE}$ in no time setting. Lo strumento

restituisce un valore di shear stress τ_0 relativo ad un punto che si ipotizza privo di danneggiamento, in quanto è il primo registrato a un valore di deformazione elevato;

2. Fase di riposo a $T=20^\circ\text{C}$, $f=10\text{Hz}$ e $\gamma=0,01\%$ di durata pari a 2 ore;
3. Fase di carico a $T=20^\circ\text{C}$, $f=10\text{Hz}$ e $\gamma=\text{LVE}$: questa fase di carico si conclude con la rottura del campione corrispondente ad un raggiungimento del 15% della tensione tangenziale iniziale τ_0 . In altre parole, si imposta da reometro un altro Event control: terminate test e tale fase di carico si interromperà quando la tensione tangenziale registrata sarà minore di quella calcolata tramite l'Equazione 3.4.2.

3.5 Protocollo sperimentale sviluppato presso l'Università Politecnica delle Marche

In questo protocollo sperimentale, i due bitumi sono testati con sole prove di Healing. Si effettuano tre ripetizioni per ciascun materiale. Si riportano, nel seguito, i dettagli relativi a tale tipologia di prova.

La prova di Healing si compone di fasi di carico e scarico così composte:

1. Condizionamento del campione a $T=20^{\circ}\text{C}$, $f=10\text{Hz}$ e $\gamma=0,01\%$ per 30 minuti. Al termine di tale condizionamento, si impone al reometro di acquisire un punto di carico a temperatura $T=20^{\circ}\text{C}$, frequenza $f=10\text{Hz}$ e ampiezza di deformazione $\gamma=LVE$ in no time setting. Lo strumento restituisce un valore di shear stress τ_0 relativo ad un punto che si ipotizza privo di danneggiamento, in quanto è il primo registrato a un valore di deformazione elevato;
2. Fase di carico a $T=20^{\circ}\text{C}$, $f=10\text{Hz}$, $\gamma=LVE$: ciascuna di queste fasi dura fino a quando il modulo viscoso $G^*\text{sen}\delta$ giunge al 65% del suo valore iniziale. Si precisa che, facendo riferimento alla variabile misurata da reometro che è la tensione tangenziale τ , tale fase di carico si interromperà in corrispondenza di un suo abbattimento del 35%, tramite l'opzione Event control: jump forward. In altre parole, la prima fase di carico lascia il posto al periodo di riposo quando la tensione tangenziale registrata è minore di quella calcolata come segue:

$$\tau = 0,65 \cdot \tau_0 \quad (3.5.1)$$

Con

- τ_0 valore iniziale della tensione tangenziale: Di conseguenza, non ci sarà l'esatto abbattimento di $35\%G^*\text{sen}\delta$ ma le differenze si ritengono trascurabili;
3. Fase di riposo a $T=20^{\circ}\text{C}$, $f=10\text{Hz}$ e $\gamma=0,01\%$ di durata pari a 30 minuti: durante questa fase di riposo, si osserva nel tempo l'evoluzione delle proprietà meccaniche.

La fase di carico con successivo riposo (fase 2 e 3) si ripete ciclicamente nella stessa prova per un numero di volte almeno pari a 14.

3.6 Protocollo sperimentale sviluppato presso la Beijing University of Technology

In questo protocollo sperimentale, vengono effettuate, innanzitutto, prove di Frequency Sweep. Esse vengono seguite da prove LAS (Linear Amplitude Sweep) e LASH (Linear Amplitude Sweep based Healing). Tutte le tre tipologie di prova vengono effettuate con tre ripetizioni per ciascun bitume. Si riportano, nel seguito, i dettagli relativi alle prove svolte.

La prova di Frequency Sweep si compone delle seguenti fasi:

1. Condizionamento del campione a $T=20^{\circ}\text{C}$, $f=10\text{Hz}$ e $\gamma =0,01\%$ per 30 minuti;
2. Prova in scansione di frequenze che vengono fatte variare tra 0,1 e 100 rad/s a $T=35^{\circ}\text{C}$, $\gamma=0,1\%$;
3. Condizionamento del campione a $T=20^{\circ}\text{C}$, $f=10\text{Hz}$ e $\gamma =0,01\%$ per 30 minuti;
4. Prova in scansione di frequenze che vengono fatte variare tra 0,1 e 100 rad/s a $T=20^{\circ}\text{C}$, $\gamma=0,1\%$;
5. Condizionamento del campione a $T=20^{\circ}\text{C}$, $f=10\text{Hz}$ e $\gamma =0,01\%$ per 30 minuti;
6. Prova in scansione di frequenze che vengono fatte variare tra 0,1 e 100 rad/s a $T=5^{\circ}\text{C}$, $\gamma=0,1\%$.

In particolare, da reometro si acquisiscono nelle fasi di carico 10 punti relativi alle seguenti frequenze di misura espresse in rad/s: 0,1 - 0,215443 - 0,464159 - 1 - 2,15443 - 4,64159 - 10 - 21,5443 - 46,4159 - 100.

La prova LAS si compone delle seguenti fasi:

1. Condizionamento del campione a $T=20^{\circ}\text{C}$, $f=10\text{Hz}$ e $\gamma =0,01\%$ per 30 minuti;
2. Frequency Sweep a $T=20^{\circ}\text{C}$, $\gamma =0,1\%$: la frequenza di misura si fa variare nella seguente maniera:

- Si acquisiscono 5 punti in corrispondenza di 0,2 – 0,4 – 0,6 – 0,8 - 1Hz;
 - Si acquisiscono 5 punti in corrispondenza di 2 – 4 – 6 – 8 - 10Hz;
 - Si acquisiscono 2 punti in corrispondenza di 20 – 30Hz;
3. LAS vera e propria: prova di Strain Amplitude Sweep in cui l'ampiezza di deformazione γ aumenta linearmente da 0,1% a 30% a $T=20^{\circ}\text{C}$ e $f=10\text{Hz}$.

Da normativa LAS2014, si devono applicare 3100 cicli di carico che, alla frequenza di 10 Hz, registrando un punto al secondo, corrispondono a 310 punti. Si acquisiscono allora 10 punti, corrispondenti a 100 cicli di carico, all'ampiezza di deformazione costante di 0,1% e i rimanenti 300 punti, corrispondenti a 3000 cicli di carico, con ampiezza variabile da 0,1% a 30% in un intervallo di tempo di 5 minuti. In totale si ottengono i 3100 cicli di carico, imposti da normativa.

La procedura proposta di prova LAS-based Healing è definita come segue:

1. Condizionamento del campione a $T=20^{\circ}\text{C}$, $f=10\text{Hz}$ e $\gamma =0,01\%$ per 30 minuti;
2. Frequency Sweep a $T=20^{\circ}\text{C}$, $\gamma =0,1\%$: la frequenza di misura si fa variare nella seguente maniera:
 - Si acquisiscono 5 punti in corrispondenza di 0,2 – 0,4 – 0,6 – 0,8 - 1Hz;
 - Si acquisiscono 5 punti in corrispondenza di 2 – 4 – 6 – 8 - 10Hz;
 - Si acquisiscono 2 punti in corrispondenza di 20 – 30Hz;
3. LAS vera e propria: prova di Strain Amplitude Sweep in cui l'ampiezza di deformazione γ viene fatta variare linearmente da 0,1% fino alla specifica ampiezza di deformazione relativa al 50% di danno a rottura S_f , risultato della precedente prova LAS a $T=20^{\circ}\text{C}$ e $f=10\text{Hz}$;
4. Periodo di riposo di durata pari a 60, 300, 900 e 1800 secondi;
5. LAS vera e propria: la sequenza di carico viene ripresa considerando il valore di deformazione applicata prima del periodo di riposo, relativa al 50% di danno a rottura S_f con lo stesso tasso di incremento in deformazione della prova LAS.

Come detto in precedenza, si devono applicare 3100 cicli di carico che, alla frequenza di 10 Hz, registrando un punto al secondo, corrispondono a 310 punti. Si

acquisiscono allora, come nella prova LAS, 10 punti, corrispondenti a 100 cicli di carico, all'ampiezza di deformazione costante di 0,1% e i rimanenti 300 punti, corrispondenti a 3000 cicli di carico, si acquisiscono nelle due fasi di carico, interrotte dal periodo di riposo. In totale si ottengono i 3100 cicli di carico, imposti da normativa.

4. ANALISI DATI

4.1 Risultati protocollo sperimentale sviluppato presso il Politecnico di Torino

Secondo quanto esposto nei capitoli precedenti, il test di Strain Amplitude Sweep permette l'individuazione del limite di viscoelasticità lineare (LVE), ovvero il valore di deformazione γ corrispondente al passaggio da comportamento viscoelastico lineare a viscoelastico non lineare del materiale. Si riportano, nel seguito, i risultati ottenuti per i due bitumi vergini, precisando che il risultato finale, adottato come valore di deformazione nella prova di Healing, è ottenuto come media dei valori ricavati dalle tre ripetizioni effettuate.

Bitume 40/60				
Ripetizione	$ G_0^* $ [KPa]	$ G_0^*-\Delta G^* $ [KPa]	γ [%]	LVE [%]
1	8121,22	7715,16	1,66	1,72
2	7686,20	7301,89	1,74	
3	8186,75	7777,41	1,75	

Tabella 2 Risultati test di Strain Amplitude Sweep bitume 40/60

Bitume 70/100				
Ripetizione	$ G_0^* $ [KPa]	$ G_0^*-\Delta G^* $ [KPa]	γ [%]	LVE [%]
1	6573,71	6245,03	2,10	2,59
2	4904,60	4659,37	2,62	
3	6230,30	5918,79	3,06	

Tabella 3 Risultati test di Strain Amplitude Sweep bitume 70/100

Inizialmente, il valore di ampiezza di deformazione γ era stato scelto pari a 2,5%. Tale valore è risultato inadatto in quanto conduceva a prove di fatica di durata non compatibile con i vincoli di laboratorio. Per tale motivo, si è deciso di utilizzare, per le prove successive di Healing e Steric Hardening, un valore γ pari a 3%. Si riporta, inoltre, il grafico in cui si rappresenta l'andamento dei risultati sperimentali

nel piano con ascisse le deformazioni γ , in scala logaritmica, e con ordinate la norma del modulo complesso $|G^*|$, in scala lineare, per i due bitumi.

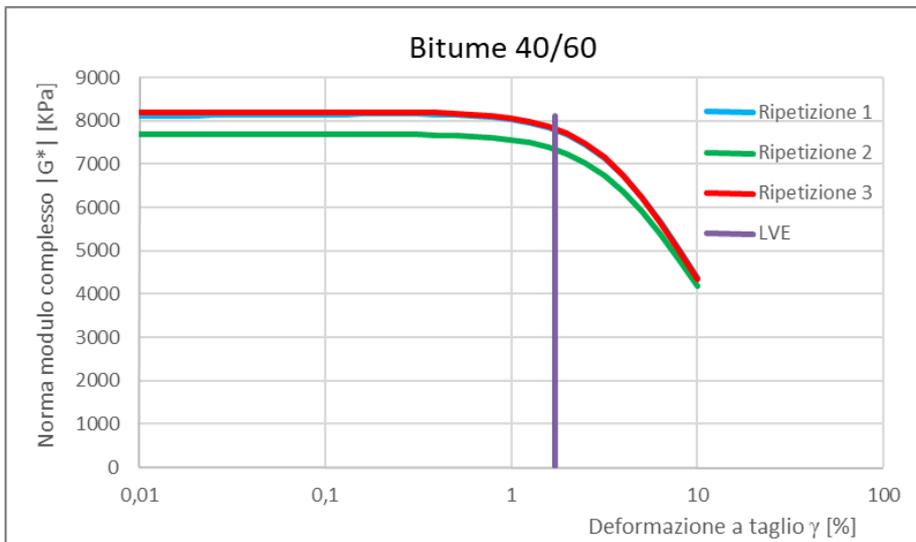


Figura 33 Curve test di Strain Amplitude Sweep bitume 40/60

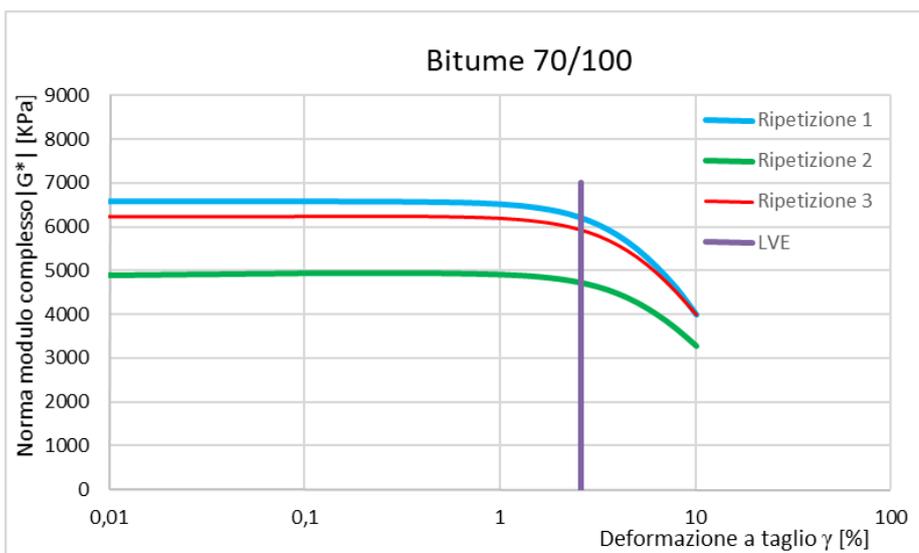


Figura 34 Curve test di Strain Amplitude Sweep bitume 70/100

Si può fare l'ulteriore osservazione che il bitume 40/60 presenti un valore iniziale della norma del modulo complesso maggiore di quello relativo al 70/100, in tutte le tre ripetizioni. Questo conferma le analisi preliminari condotte sui due bitumi tali quali relative alla loro caratterizzazione.

Si procede ora con i risultati relativi alle prove di Healing.

Innanzitutto, si riportano gli andamenti relativi alle sole fasi di fatica di tali test: queste mostrano l'energia dissipata in funzione del valore cumulato dei cicli di carico per ogni livello di danneggiamento imposto, rispettivamente per il bitume 40/60 e 70/100. L'energia dissipata nel ciclo di carico è un parametro che risulta proporzionale al modulo viscoso $G^* \sin \delta$, secondo quanto espresso dall'Equazione 2.1.1.

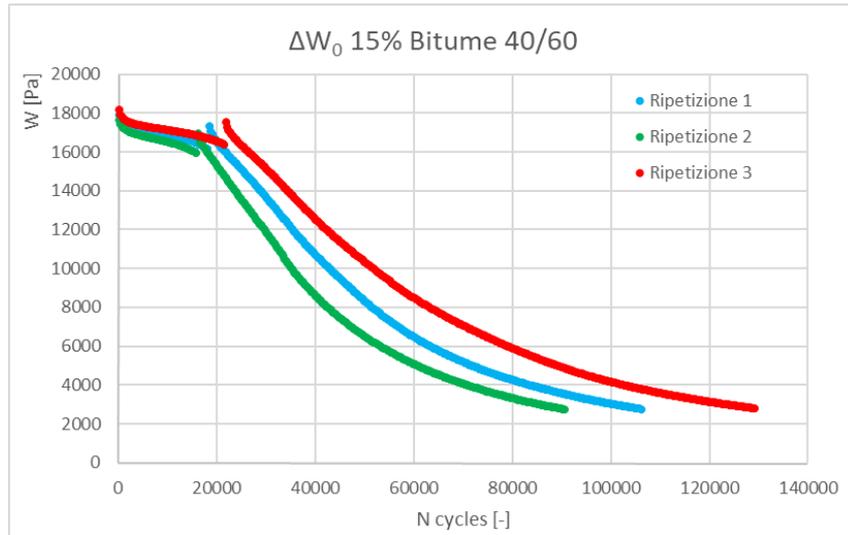


Figura 35 Fasi di fatica ΔW_0 15% bitume 40/60

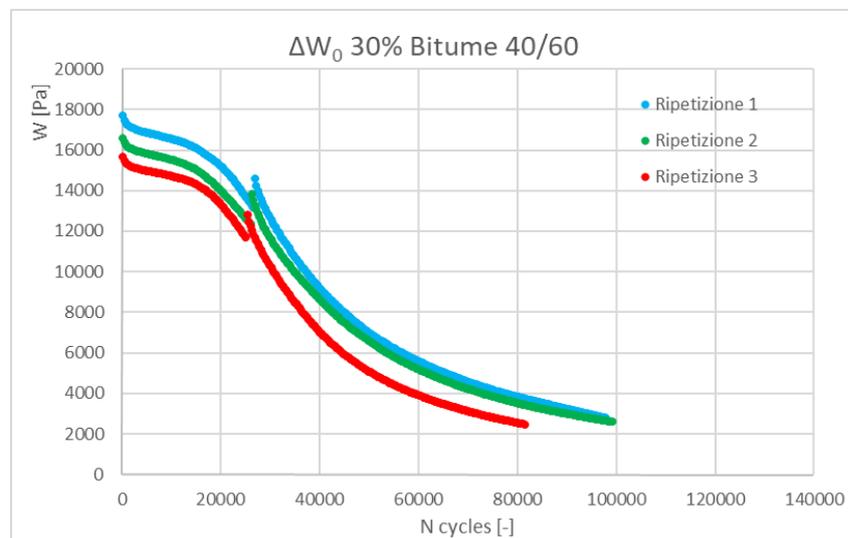


Figura 36 Fasi di fatica ΔW_0 30% bitume 40/60

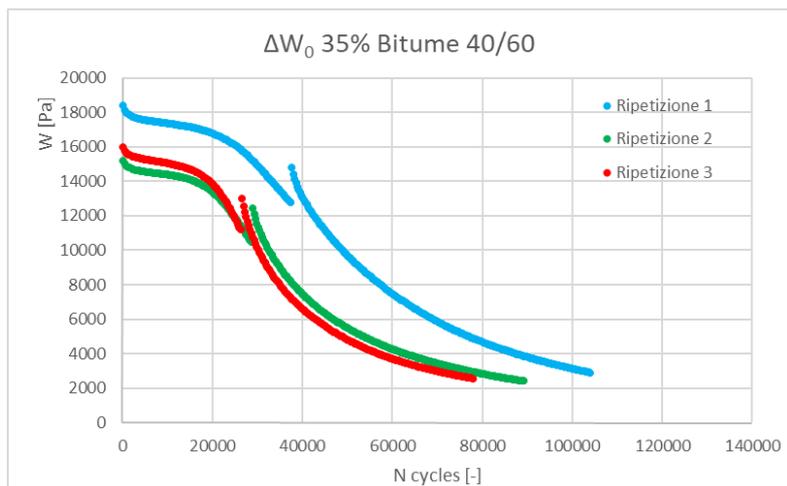


Figura 37 Fasi di fatica ΔW_0 35% bitume 40/60

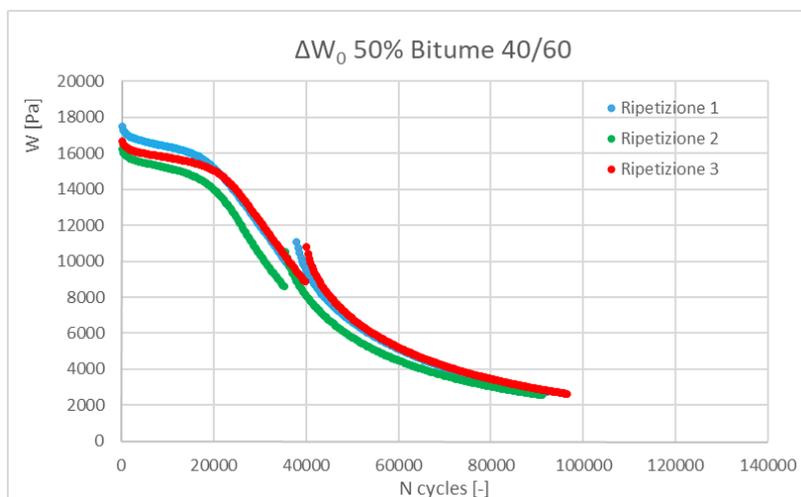


Figura 38 Fasi di fatica ΔW_0 50% bitume 40/60

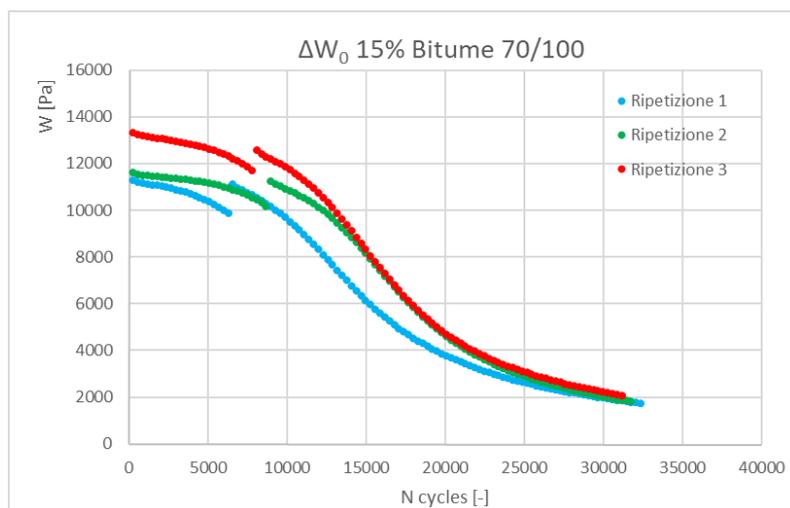


Figura 39 Fasi di fatica ΔW_0 15% bitume 70/100

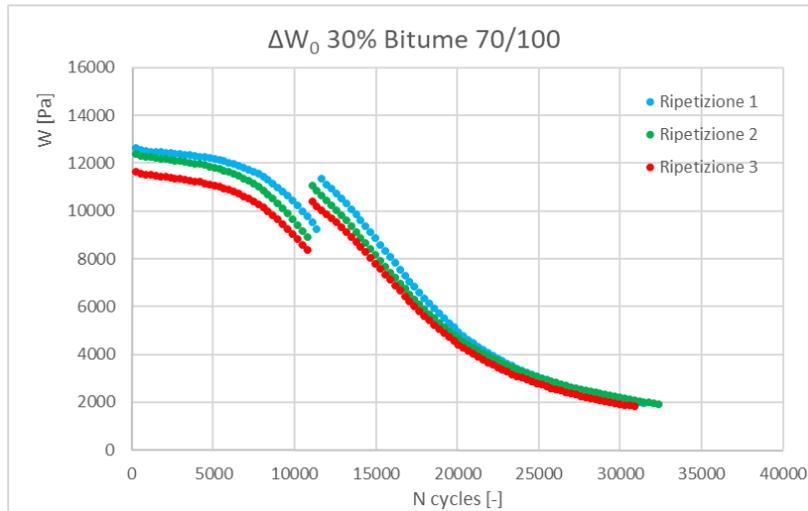


Figura 40 Fasi di fatica ΔW_0 30% bitume 70/100

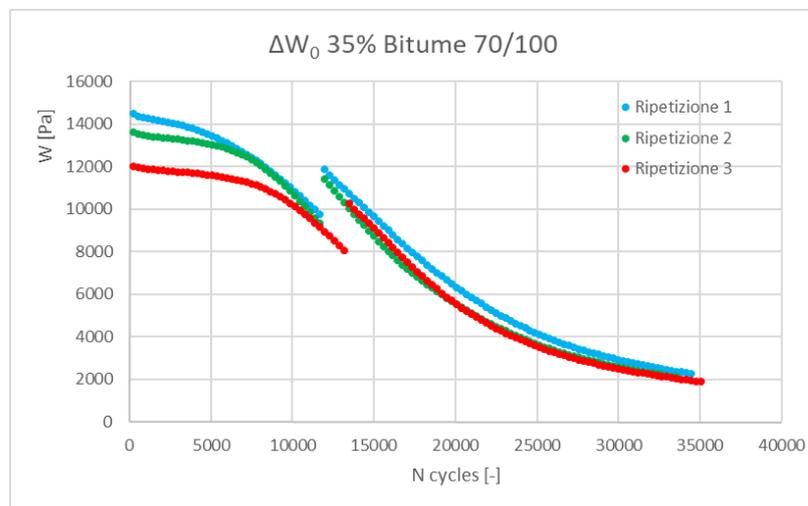


Figura 41 Fasi di fatica ΔW_0 35% bitume 70/100

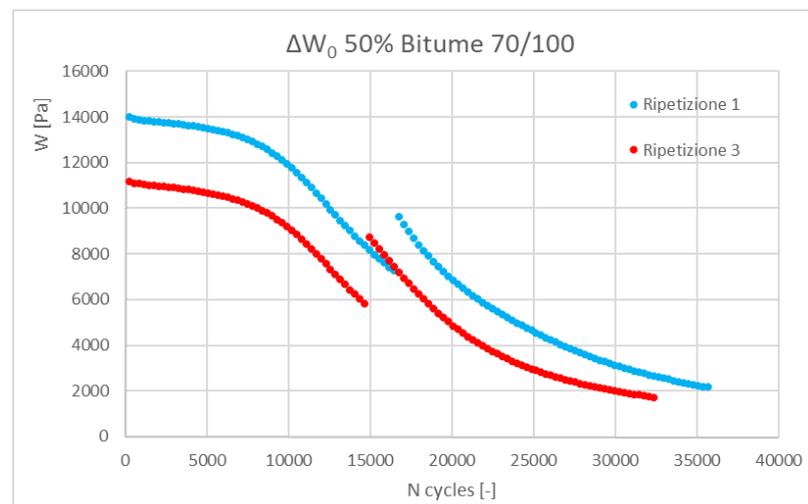


Figura 42 Fasi di fatica ΔW_0 50% bitume 70/100

Si nota come, tra la prima e la seconda fase di carico, ci sia un recupero delle proprietà meccaniche, espresso tramite l'aumento di energia dissipata, per entrambi i bitumi, con maggiore evidenza per il bitume 70/100.

Seguono gli indici di Healing calcolati per ogni percentuale di abbattimento dell'energia dissipata iniziale corrispondente ai livelli di danneggiamento scelti, stimati mediante l'Equazione 2.1.5. Si mostrano i valori ottenuti per le tre ripetizioni eseguite.

Bitume 40/60					
ΔW_0 [%]	Ripetizione [-]	N_{rec} [-]	N_f [-]	N_{rec}/N_f [-]	HI_1 [%]
15	1	3057	84547	3,6	3,4
	2	2365	72639	3,3	
	3	3348	103222	3,2	
30	1	2262	80566	2,8	2,8
	2	2405	78908	3,0	
	3	1782	66475	2,7	
35	1	3306	86640	3,8	3,7
	2	2919	71590	4,1	
	3	2088	62808	3,3	
50	1	2787	73815	3,8	4,2
	2	3396	72508	4,7	
	3	3176	79197	4,0	

Tabella 4 Indici di Healing Protocollo Politecnico di Torino bitume 40/60

Bitume 70/100					
ΔW_0 [%]	Ripetizione [-]	N_{rec} [-]	N_f [-]	N_{rec}/N_f [-]	HI_1 [%]
15	1	3302	23726	13,9	12,4
	2	3197	24397	13,1	
	3	2446	24265	10,1	
30	1	3123	24044	13,0	13,8
	2	3259	24290	13,4	
	3	3489	23416	14,9	
35	1	3138	26616	11,8	11,1
	2	2578	26222	9,8	
	3	3136	27135	11,6	
50	1	2971	28237	10,5	13,2
	2	-	-	-	
	3	3864	24303	15,9	

Tabella 5 Indici di Healing Protocollo Politecnico di Torino bitume 70/100

Come detto in precedenza, tali indici di autoriparazione devono essere depurati dal fenomeno di indurimento sterico: a tal fine, si stima l'indice relativo a quanto il materiale recupera semplicemente con l'applicazione del periodo di riposo, senza fasi di danneggiamento. Si riportano i risultati ottenuti dalla prova di Steric Hardening su entrambi i bitumi, nelle tre ripetizioni eseguite:

BITUME	HI _{SH} [%]
40/60	0,5
70/100	1,1

Tabella 6 Indici di Steric Hardening

Si precisa che tali valori hanno presentato un'alta variabilità, ma la loro minima incidenza sui risultati finali ne ha permesso la considerazione. Tale variabilità necessita di essere approfondita in lavori futuri, indagando l'utilizzo di approcci differenti nel calcolo di tale indice relativo al fenomeno di indurimento sterico.

Noti gli indici di Steric Hardening, si stimano gli indici di Healing depurati dall'indurimento sterico per ogni percentuale di abbattimento dell'energia dissipata iniziale, mediante l'Equazione 2.1.7.

Bitume 40/60	
ΔW_0 [%]	HI _{depurated} [%]
15	2,9
30	2,4
35	3,3
50	3,7

Tabella 7 Indici di Healing depurati bitume 40/60

Bitume 70/100	
ΔW_0 [%]	HI _{depurated} [%]
15	11,3
30	12,7
35	10,0
50	12,1

Tabella 8 Indici di Healing depurati bitume 70/100

Da tali valori, appare subito evidente come per il bitume 40/60 gli indici di Healing siano nettamente inferiori rispetto a quelli relativi al bitume 70/100: per il primo

bitume, i valori sono compresi in un intervallo tra 2.4÷3.7 [%], per il secondo, invece, l'intervallo di variazione ricade tra 10,0÷12,7 [%]. Osservando la variazione di tale indice, al variare dell'abbattimento imposto, non si nota una sua dipendenza dal livello di danneggiamento considerato. Per meglio valutare la capacità di autoriparazione, è stato considerato un ulteriore indice di Healing tramite l'Equazione 2.1.8. Si riportano i risultati ottenuti:

Bitume 40/60					
ΔW_0 [%]	Ripetizione [-]	N_{rec} [-]	N_0 [-]	N_{rec}/N_0 [-]	HI_2 [%]
15	1	3057	18300	16,7	15,7
	2	2365	15900	14,9	
	3	3348	21600	15,5	
30	1	2262	26700	8,5	8,3
	2	2405	26100	9,2	
	3	1782	25200	7,1	
35	1	3306	37500	8,8	9,0
	2	2919	28800	10,1	
	3	2088	26400	7,9	
50	1	2787	37800	7,4	8,3
	2	3396	35400	9,6	
	3	3176	39900	8,0	

Tabella 9 Indice N_{rec}/N_0 bitume 40/60

Bitume 70/100					
ΔW_0 [%]	Ripetizione [-]	N_{rec} [-]	N_0 [-]	N_{rec}/N_0 [-]	HI_2 [%]
15	1	3302	6300	52,4	40,2
	2	3197	8700	36,7	
	3	2446	7800	31,4	
30	1	3123	11400	27,4	30,0
	2	3259	10800	30,2	
	3	3489	10800	32,3	
35	1	3138	11700	26,8	24,2
	2	2578	11700	22,0	
	3	3136	13200	23,8	
50	1	2971	16500	18,0	22,1
	2	-	-	-	
	3	3864	14700	26,3	

Tabella 10 Indice N_{rec}/N_0 bitume 70/100

Anche in questo caso, si ottengono indici di Healing relativi al bitume 40/60 nettamente inferiori a quelli relativi al bitume 70/100. In particolare, si può notare

che, per il bitume 40/60, gli abbattimenti del 30%, 35% e 50% dell'energia dissipata corrispondano ad un danneggiamento elevato, espresso da indici di autoriparazione simili. Per il bitume 70/100, un danneggiamento elevato si manifesta, invece, a partire dagli abbattimenti del 35% e 50%. In ogni modo, osservando la variazione di tale indice al variare del livello di abbattimento imposto, si nota come esso decresca al crescere del livello di danneggiamento, trend che risulta essere coerente con le aspettative teoriche.

Con questi risultati, si può ipotizzare che il bitume con grado di penetrazione maggiore possa favorire le fasi di flusso e avvicinamento delle facce della fessura. Queste sono necessarie affinché si esplicino le successive fasi di bagnatura e randomizzazione molecolare di cui il processo di autoriparazione è costituito.

Per quanto riguarda la valutazione della velocità con cui avviene il recupero di energia, come anticipato nel capitolo precedente, si considera la differenza $\Delta W(t)$ tra l'energia dissipata al generico tempo di riposo t e quella misurata all'inizio del periodo di riposo.

In questo modo, è possibile confrontare i risultati sperimentali con quelli modellati tramite le Equazioni 2.1.10 e 2.1.11, relative rispettivamente alla prova di Steric Hardening e di Healing:

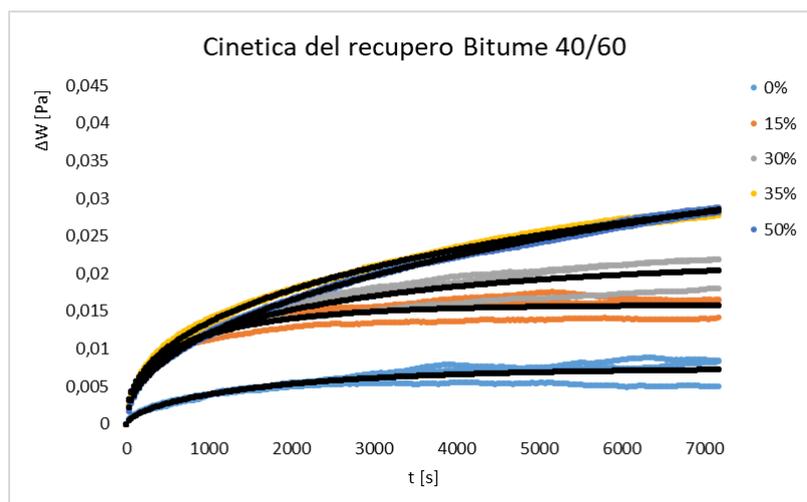


Figura 43 Recupero di energia nella fase di riposo ai diversi livelli di danno bitume 40/60

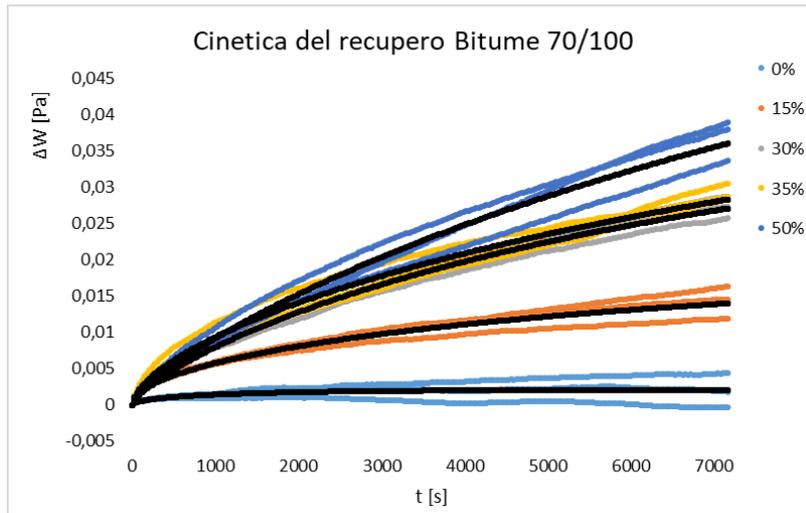


Figura 44 Recupero di energia nella fase di riposo ai diversi livelli di danno bitume 70/100

Nelle figure soprariportate, con riferimento alla finestra temporale indagata, si può notare come il bitume 40/60 tenda all'asintoto orizzontale più velocemente rispetto al secondo legante. Nelle tabelle sottostanti, si riportano i parametri di regressione non lineare α e β relativi alla forma della curva, il valore asintotico dell'energia recuperabile a tempo infinito ΔW_{∞} , i valori di energia persa a causa del danneggiamento ΔW_D e i valori di energia recuperata grazie al periodo di riposo, per ogni livello di danneggiamento imposto ΔW_{2h} .

Bitume 40/60					
ΔW_0 [%]	α [-]	β [-]	ΔW_{∞} [Pa]	ΔW_D [Pa]	ΔW_{2h} [Pa]
0	4,30E-04	6,01E-01	0	0	0
15	6,72E-04	4,00E-01	8,39E-03	2,21E-02	8,54E-03
30	2,42E-04	3,88E-01	1,46E-02	5,33E-02	1,32E-02
35	7,22E-05	4,20E-01	3,41E-02	6,12E-02	2,11E-02
50	5,12E-05	4,75E-01	4,25E-02	9,58E-02	2,13E-02

Tabella 11 Parametri cinetica del recupero bitume 40/60

Bitume 70/100					
ΔW_0 [%]	α [-]	β [-]	ΔW_∞ [Pa]	ΔW_D [Pa]	ΔW_{2h} [Pa]
0	6,06E-04	4,93E-01	0	0	0
15	9,45E-05	5,24E-01	1,82E-02	1,82E-02	1,19E-02
30	1,11E-04	7,42E-01	4,01E-02	4,01E-02	2,50E-02
35	5,97E-05	6,19E-01	5,24E-02	5,24E-02	2,63E-02
50	6,82E-05	7,75E-01	7,32E-02	7,32E-02	3,40E-02

Tabella 12 Parametri cinetica del recupero bitume 70/100

Confrontando i valori di energia, recuperabili con un tempo di riposo infinito, e quelli dissipati, in seguito al danneggiamento imposto con la prima fase di carico, si fanno le seguenti considerazioni. Per il bitume 70/100, il valore di energia recuperabile con un tempo di riposo infinito risulta essere pari a quanto perso nella fase di carico, suggerendo il completo recupero di energia dissipata. Diversamente, il bitume 40/60 presenta, a tempo infinito, un recupero parziale di energia dissipata nella fase di carico.

Paragonando l'energia recuperata dai materiali durante il periodo di riposo di due ore, con quella dissipata a causa del danneggiamento, si nota come il bitume 70/100 presenti prestazioni migliori rispetto al bitume 40/60.

Quanto emerso, viene osservato nei grafici che seguono con ascisse l'energia persa a causa del danneggiamento imposto e, ordinate, l'energia recuperabile a tempo di riposo infinito (Figura 45) e quella recuperata nella finestra temporale di due ore (Figura 46), rispettivamente. Si precisa che i valori relativi all'energia recuperata a tempo infinito e alla fine del periodo di riposo sono stati depurati dal fenomeno di indurimento sterico.

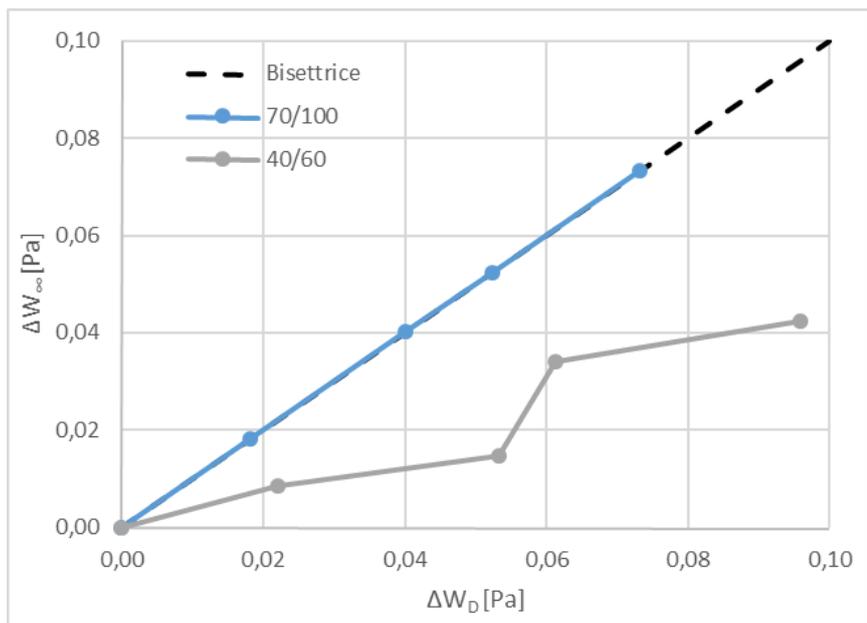


Figura 45 Energia recuperabile a tempo di riposo infinito in funzione dell'energia dissipata

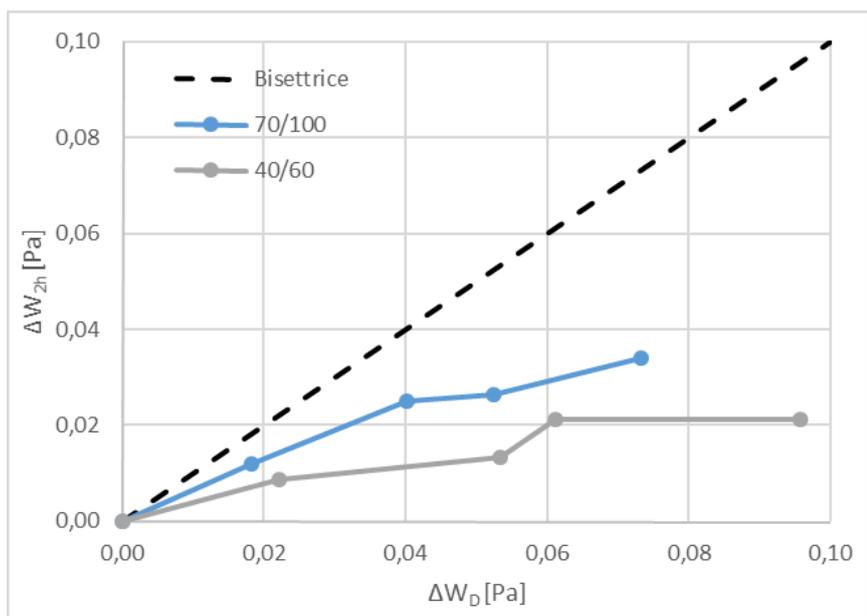


Figura 46 Energia recuperata con due ore di riposo in funzione dell'energia dissipata

Ulteriori informazioni sulla velocità dell'autoriparazione, sono state fornite dai parametri non lineari di regressione α e β , calcolando il tempo necessario a raggiungere il 99% del valore asintotico ΔW_∞ .

Bitume 40/60	
ΔW_0 [%]	t_{99} [h]
15	1,6
30	4,2
35	14,3
50	17,8

Tabella 13 Valori di tempo necessario al 99% del valore ΔW_∞ bitume 40/60

Bitume 70/100	
ΔW_0 [%]	t_{99} [h]
15	11,7
30	10,8
35	19,0
50	17,5

Tabella 14 Valori di tempo necessario al 99% del valore ΔW_∞ bitume 70/100

Dal loro confronto, si può osservare come, all'aumento del livello di danneggiamento imposto, corrisponda, in generale, un aumento del tempo necessario a raggiungere il 99% del valore asintotico per entrambi i bitumi esaminati.

Inoltre si può notare come, con riferimento agli abbattimenti minori del 15% e 30% i due bitumi raggiungano il valore asintotico in tempi nettamente diversi, mentre per gli abbattimenti del 35% e 50% dell'energia le differenze siano trascurabili.

4.2 Risultati protocollo sperimentale sviluppato presso l'Università Politecnica delle Marche

Nel presente protocollo sperimentale, come già introdotto nel capitolo precedente, i materiali vengono sottoposti a diversi cicli di carico-riposo, che nel complesso definiscono la prova di Healing. Si riportano, nel seguito, i risultati relativi a tale tipologia di prova per le tre ripetizioni effettuate sui due bitumi vergini. Innanzitutto, si rappresentano gli andamenti del modulo viscoso $G^* \sin \delta$ in funzione del tempo.

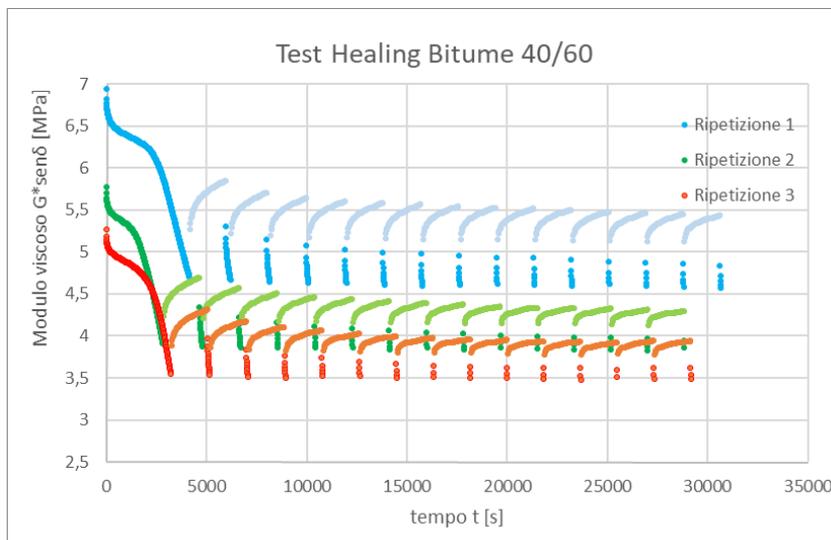


Figura 47 Test di Healing protocollo Università Politecnica delle Marche bitume 40/60

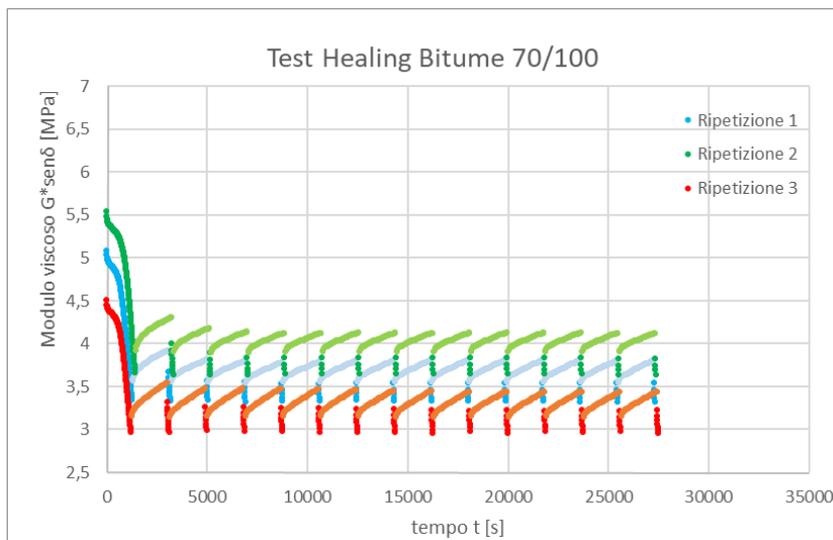


Figura 48 Test di Healing protocollo Università Politecnica delle Marche bitume 70/100

Nelle fasi di carico, si nota la diminuzione del parametro $G^* \sin \delta$ mentre, nelle fasi di riposo, si monitora il suo recupero. Al termine di ogni periodo di riposo, il modulo viscoso diminuisce con una tendenza simile a quella mostrata prima di tale periodo. Dopo un numero sufficiente di periodi di riposo, il tasso di diminuzione del modulo viscoso non varia più significativamente e si assesta verso un valore costante.

Seguono, quindi, gli andamenti relativi al modulo viscoso $G^* \sin \delta$ in funzione del numero di cicli, nelle sole fasi di carico della prova di Healing.

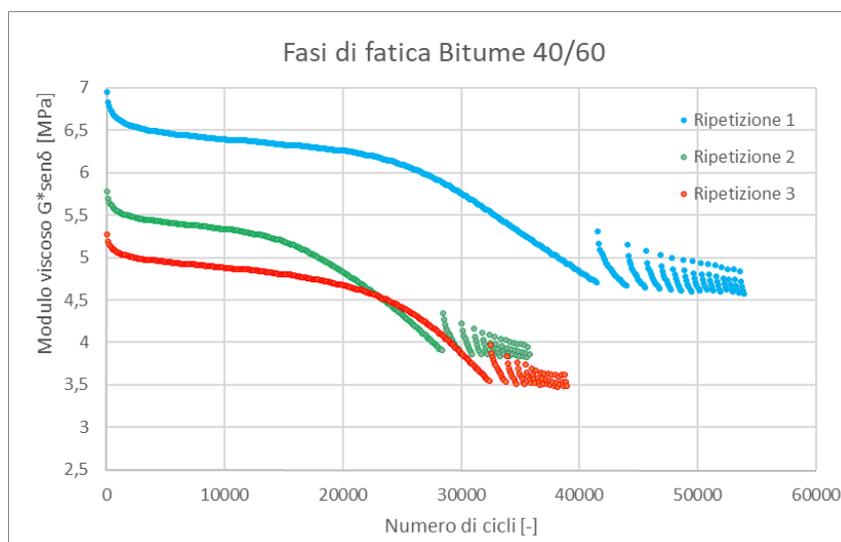


Figura 49 Fasi di fatica protocollo Università Politecnica delle Marche bitume 40/60

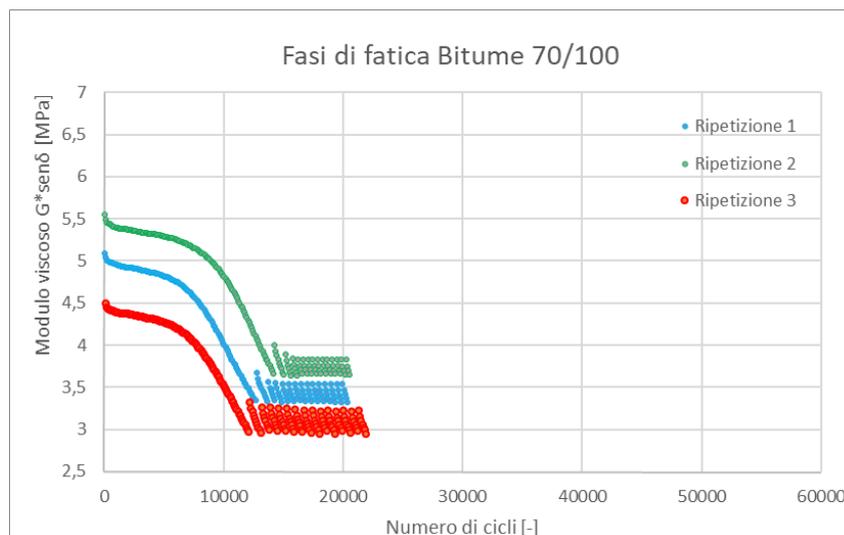


Figura 50 Fasi di fatica protocollo Università Politecnica delle Marche bitume 70/100

Nella prima fase di fatica, si assiste inizialmente ad una lenta riduzione del parametro $G^*_{sen\delta}$ e poi il tasso di diminuzione diventa più veloce. Si nota, inoltre, che il numero di cicli di carico necessari al raggiungimento del livello di danneggiamento fissato, dopo ogni periodo di riposo, diminuisca, all'aumentare del numero di riposi. Ciò viene mostrato nelle figure che seguono.

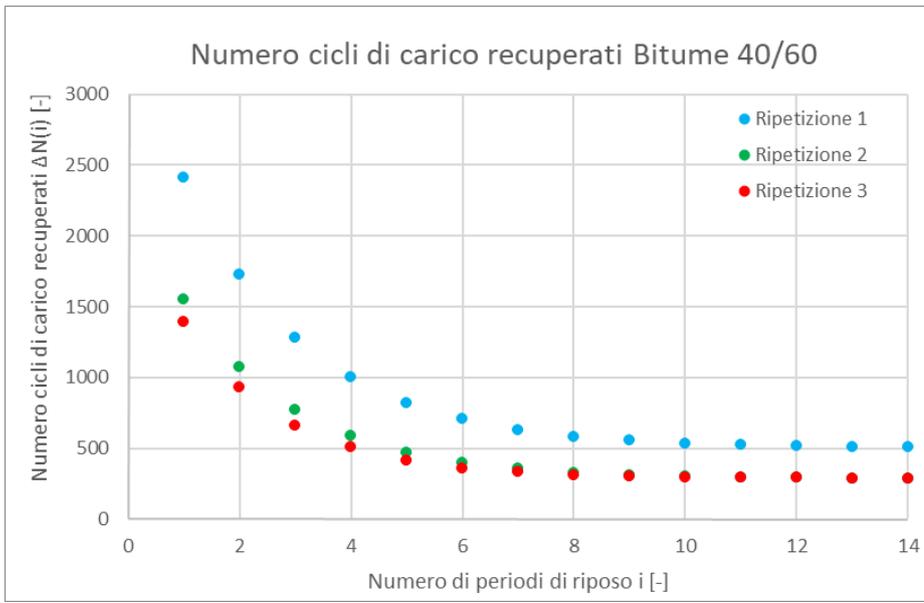


Figura 51 Numero cicli di carico recuperati bitume 40/60

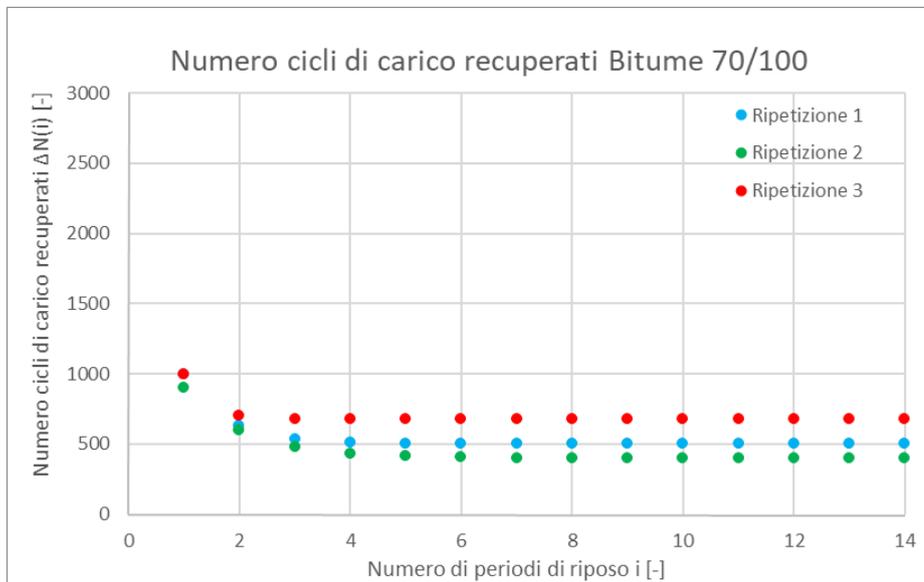


Figura 52 Numero cicli di carico recuperati bitume 70/100

Come introdotto precedentemente, il numero di cicli di carico, necessari al raggiungimento del livello di danneggiamento prefissato, è la somma di un contributo costante, attribuibile alla risposta tissotropica e di un contributo variabile, attribuibile alla sola autoriparazione. Quest'ultima componente tende a diminuire all'aumentare del danno all'interno del materiale, dando così un'indicazione di quanto velocemente tale contributo di autoriparazione si esaurisca nel tempo.

Dai risultati ottenuti, si osserva come il bitume 70/100 tenda al valore asintotico del numero di cicli recuperati per il solo effetto tissotropico, già all'applicazione del terzo periodo di riposo, mentre per il bitume 40/60 se ne possono conteggiare almeno otto. Pertanto, il bitume 70/100 esaurisce il suo potenziale di autoriparazione prima del bitume 40/60, dato che l'aliquota di autoriparazione svanisce in minor tempo e l'applicazione di successivi periodi di riposo non consente un ulteriore recupero delle proprietà del materiale.

Successivamente, i risultati sperimentali sono stati riportati nel piano con ascisse il numero di periodi di riposo e con ordinate il contributo cumulato di autoriparazione, definito potenziale di autoriparazione. Analogamente a quanto espresso dai grafici precedenti, tale potenziale si esplica in minor tempo nel bitume 70/100.

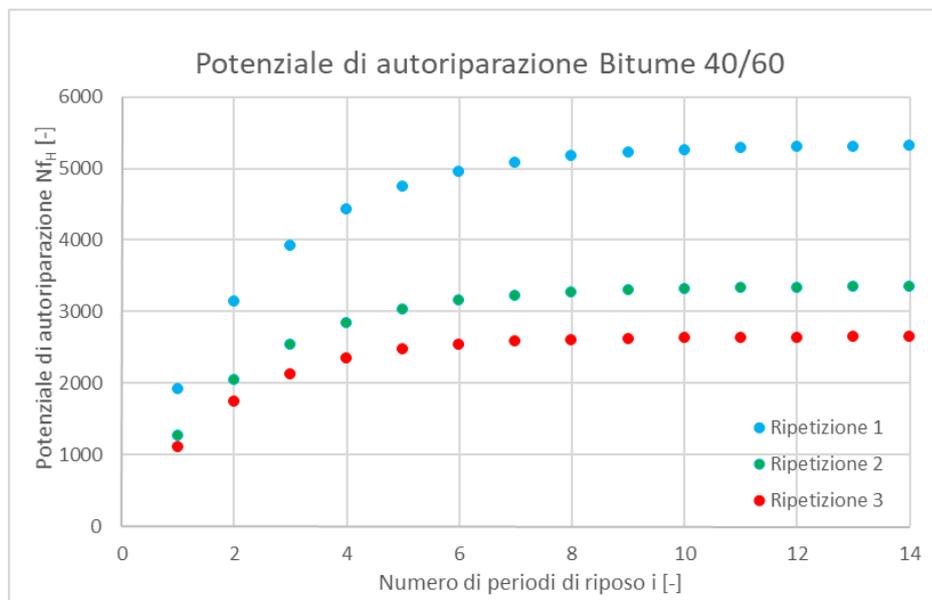


Figura 53 Potenziale di autoriparazione bitume 40/60

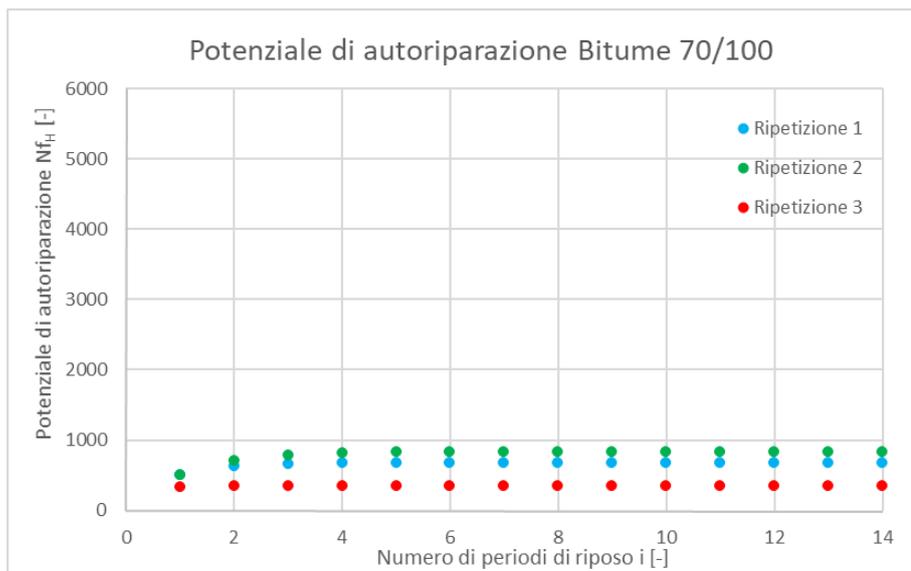


Figura 54 Potenziale di autoriparazione bitume 70/100

Si elencano, infine, i parametri ottenuti e necessari alla caratterizzazione del fenomeno di autoriparazione. In particolare, si riportano per entrambi i bitumi il numero di cicli della prima fase di carico N_0 , il potenziale di autoriparazione N_{fH} , il numero n_{95} di periodi di riposo necessari al raggiungimento del 95% di N_{fH} , la costante k_1 specifica del materiale, il valore costante asintotico ΔN_∞ misurato dopo infiniti periodi di riposo del numero di cicli di carico necessari al raggiungimento del livello di danneggiamento prefissato ΔNi legato alla tissotropia e il limite di resistenza a fatica N_{fat} , concetto ultimo su cui si basa questa metodologia sperimentale.

Bitume	Ripetizione	N_0	N_{fH}	n_{95}	K_1	ΔN_∞	N_{fat}
40/60	1	41500	5322	6,7	2990,0	500	46822
	2	28400	3349	6,3	2033,9	283	31749
	3	32400	2644	5,5	1899,9	288	35044
70/100	1	12700	676	2,3	1858,6	500	13376
	2	14200	830	3,2	1267,9	400	14702
	3	12100	353	1,2	3823,3	677	12453

Tabella 15 Parametri analisi protocollo Università Politecnica delle Marche

A seguito dei risultati ottenuti, si osserva che il limite di resistenza a fatica del bitume 40/60 è maggiore di quello riscontrato per il bitume 70/100 e quindi,

secondo questo protocollo sperimentale, mostra un maggiore potenziale di autoriparazione.

È stato possibile un confronto tra i risultati del protocollo in esame e di quello sviluppato dal Politecnico di Torino, effettuando il rapporto tra il potenziale di autoriparazione N_{RH} e il numero di cicli della prima fase di carico N_0 . In tal modo, infatti, si è trovato un parametro confrontabile direttamente con quello calcolato nel protocollo torinese mediante l'Equazione 2.1.8. Si riportano i risultati ottenuti.

Bitume	Ripetizione	N_{RH}/N_0 [%]
40/60	1	12,8
	2	11,8
	3	8,2
70/100	1	5,3
	2	5,8
	3	2,9

Tabella 16 N_{RH}/N_0

Contrariamente a quanto stimato nel protocollo torinese, tale rapporto risulta maggiore per il bitume 40/60.

4.3 Risultati protocollo sperimentale della Beijing University of Technology

La metodologia sperimentale sviluppata presso la Beijing University of Technology, come già esposto, prevede prove di Frequency Sweep, seguite da prove LAS (Linear Amplitude Sweep) e LASH (Linear Amplitude Sweep based Healing). Si riportano, nel seguito, i risultati relativi alle prove svolte.

Le prove di Frequency Sweep hanno permesso di analizzare la risposta del materiale non danneggiato, ovvero in campo viscoelastico lineare. Si riportano le curve maestre, ottenute per i due bitumi testati, le quali rappresentano, in un piano bilogarithmico, il modulo complesso in funzione della frequenza di sollecitazione

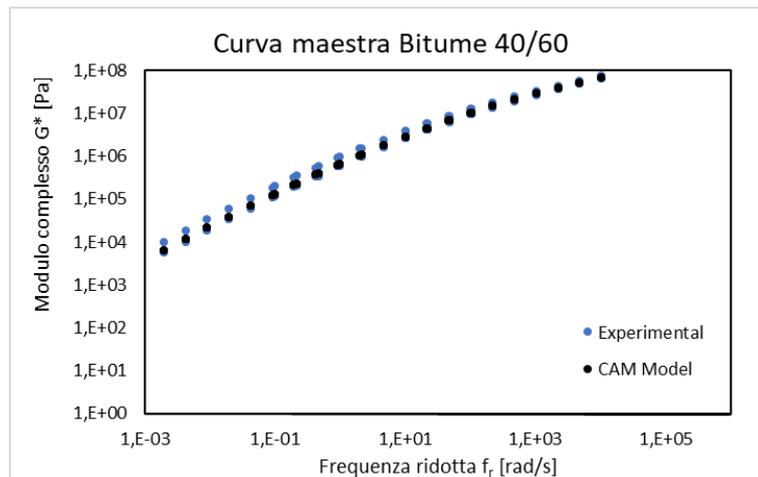


Figura 55 Curva maestra bitume 40/60

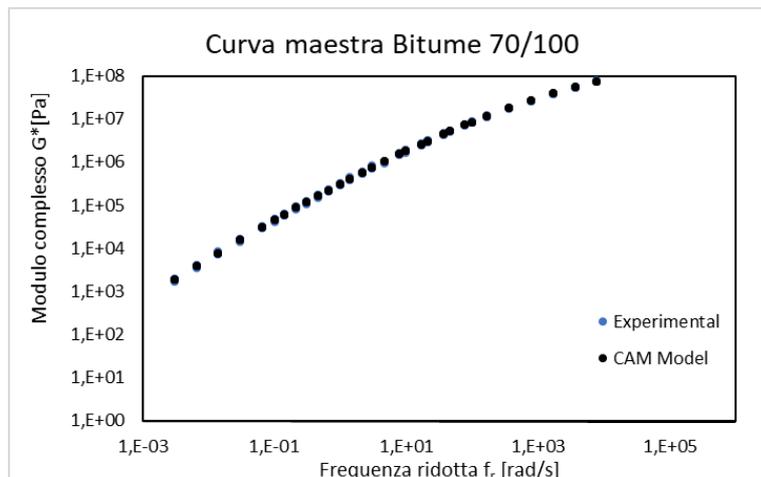


Figura 56 Curva maestra bitume 70/100

Si riportano, inoltre, i parametri di posizione e forma che caratterizzano tali curve: il modulo vetroso G_g , la frequenza di cross-over ω_0 e l'indice reologico R , relativi ai due bitumi testati.

Bitume	G_g [Pa]	ω_0 [rad/s]	R [-]
40/60	6,48E+08	441,98	1,68
70/100	8,43E+08	778,26	1,48

Tabella 17 Parametri curve maestre

La prova di Frequency Sweep ha permesso il calcolo del parametro m , indispensabile al fine di ricavare il termine α , espressione dell'evoluzione del danno nel tempo e dipendente dalla tipologia di test adottata per caratterizzare il modello VECD (ViscoElastic-Contiuum Damage). Il parametro α è legato alla pendenza del modulo di rilassamento e viene definito come la pendenza logaritmica del modulo complesso G^* in funzione del logaritmo della frequenza ridotta. Si riportano i risultati ottenuti.

Bitume	m [-]
40/60	0,607
70/100	0,729

Tabella 18 Parametro m

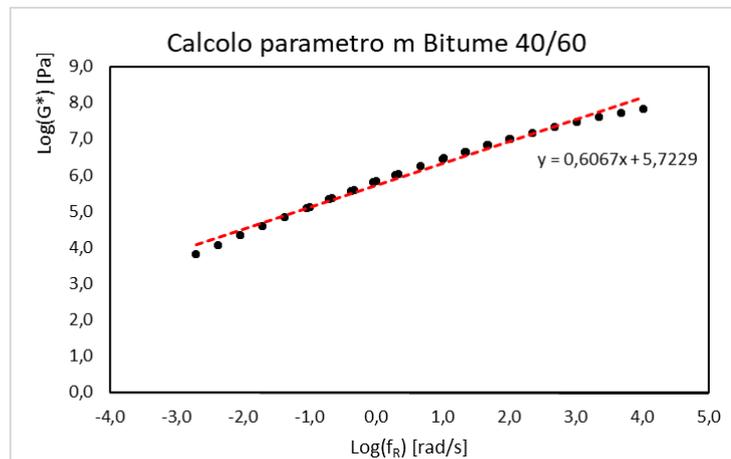


Figura 57 Calcolo parametro m bitume 40/60

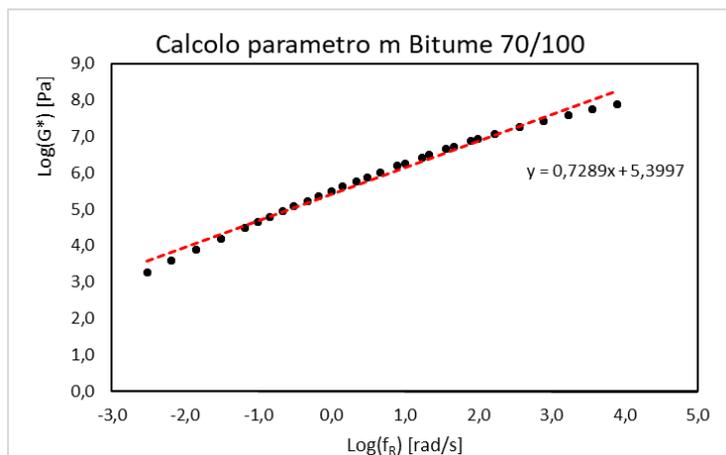


Figura 58 Calcolo parametro m bitume 70/100

Segue, quindi, l'analisi della prova LAS (Linear Amplitude Sweep). Si riportano gli andamenti della tensione tangenziale in funzione della deformazione relativi ai due bitumi tal quali.

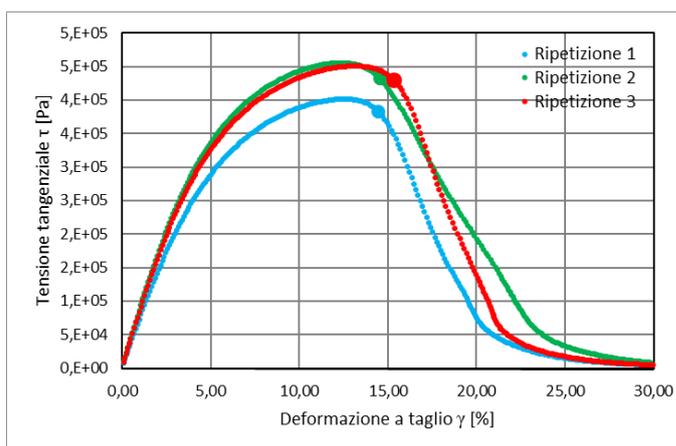


Figura 59 Curva tensione tangenziale-deformazione risultato di prova LAS bitume 40/60

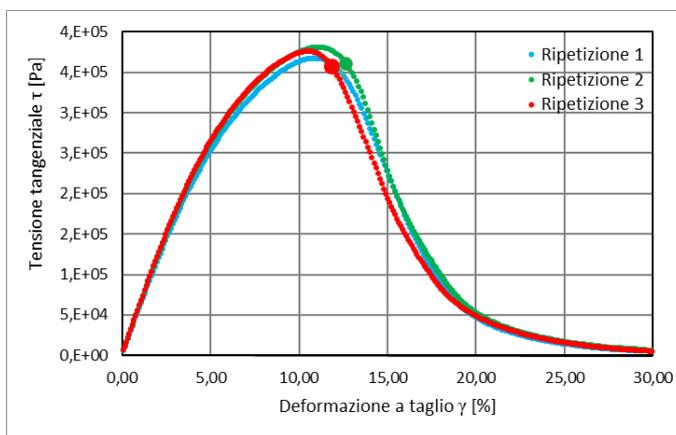


Figura 60 Curva tensione tangenziale-deformazione risultato di prova LAS bitume 70/100

Durante la prova LAS, il campione perviene a rottura e il criterio di rottura applicato è stato definito da Wang et al, come picco registrato nella curva Stored PSE (Pseudo Strain Energy function) in funzione del numero di cicli di carico. Tale punto si pone generalmente dopo il picco della tensione tangenziale (identificato nelle figure sovrastanti) e la sua identificazione viene riportata nelle immagini seguenti.

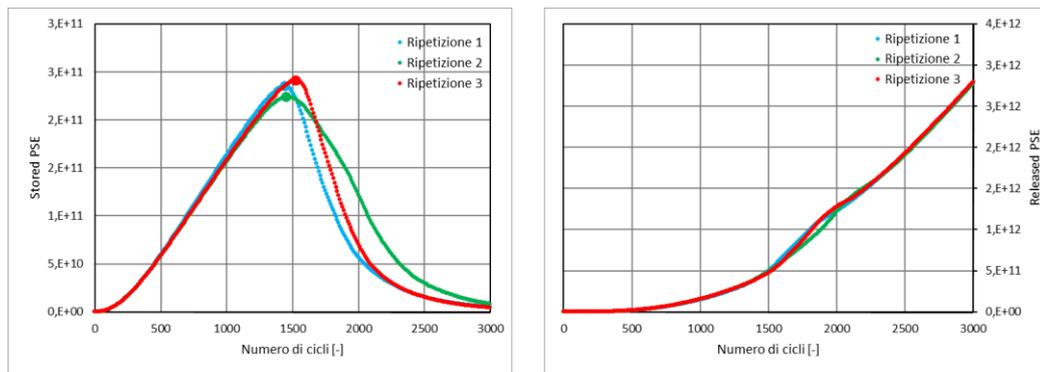


Figura 61 Definizione di rottura a fatica: risultato di prova LAS Bitume 40/60

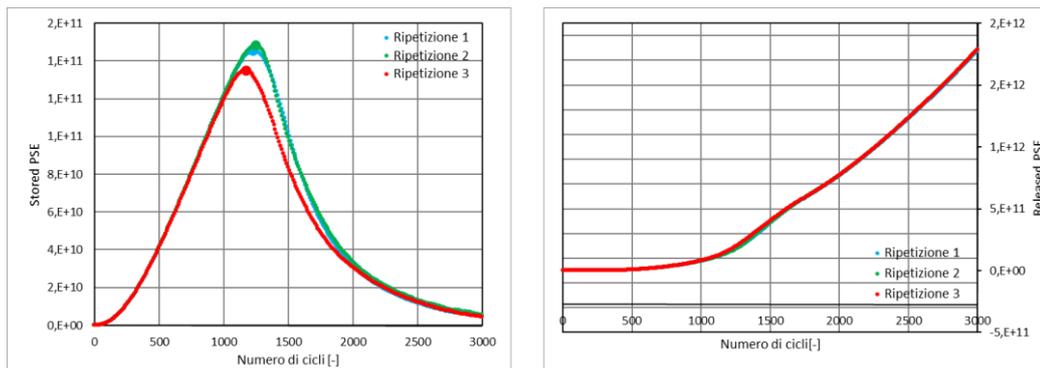


Figura 62 Definizione di rottura a fatica: risultato di prova LAS Bitume 70/100

Per quanto riguarda l'interpretazione dei risultati, il modello VECD (ViscoElastic-Contium Damage) e, in particolare, la sua versione semplificata S-VECD, consente la definizione della Curva Caratteristica di Danno DCC. Come anticipato, essa costituisce la relazione tra integrità del materiale $C(S)$ e livello di danno S . Si riportano gli andamenti di tali curve relativi ai due bitumi tal quali, in cui si evidenziano i punti di rottura del materiale.

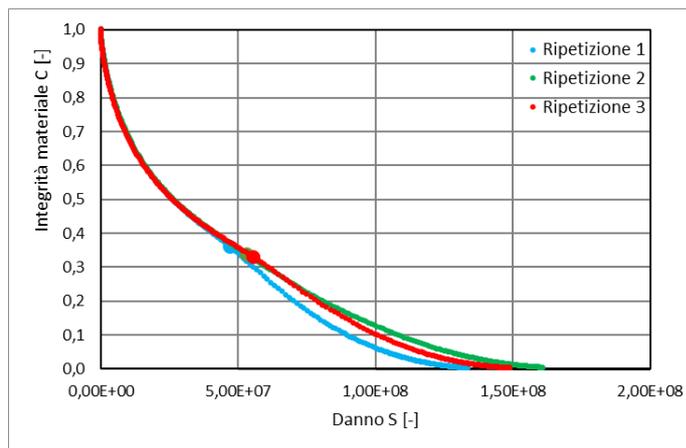


Figura 63 DCC bitume 40/60

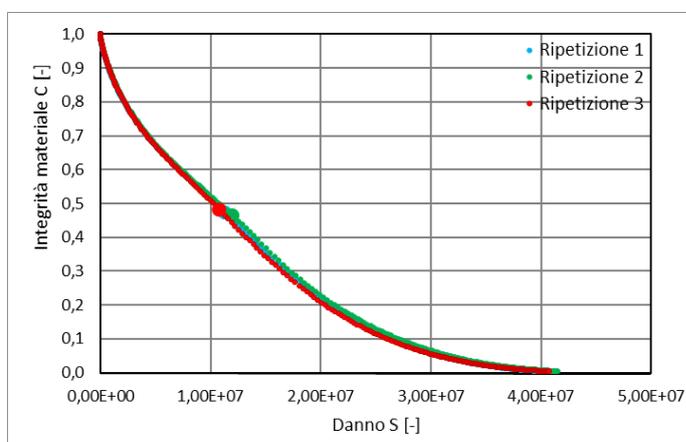


Figura 64 DCC bitume 70/100

Le DCC ottenute sono curve monotone decrescenti (come previsto dal modello VECD) in cui il valore di integrità decresce al crescere del danneggiamento S. Una volta identificati i valori del danno S e di integrità del materiale C a rottura (S_f e C_f), è possibile applicare il criterio $50\%S_f$. Nella tabella seguente si riassumono i valori di deformazione corrispondente al criterio del $50\% S_f$ e di deformazione a rottura.

BITUME	RIPETIZIONE	$\epsilon(50\%S_f)$ [%]	$\epsilon(S_f)$ [%]
40/60	1	10,16	14,48
	2	10,13	14,56
	3	10,57	15,33
70/100	1	9,16	12,40
	2	9,29	12,65
	3	8,75	11,84

Tabella 19 Valori di deformazione a rottura e deformazione corrispondente al criterio del $50\% S_f$

Inoltre, le stesse DCC sono state plottate interrompendole al raggiungimento del 50% S_f .

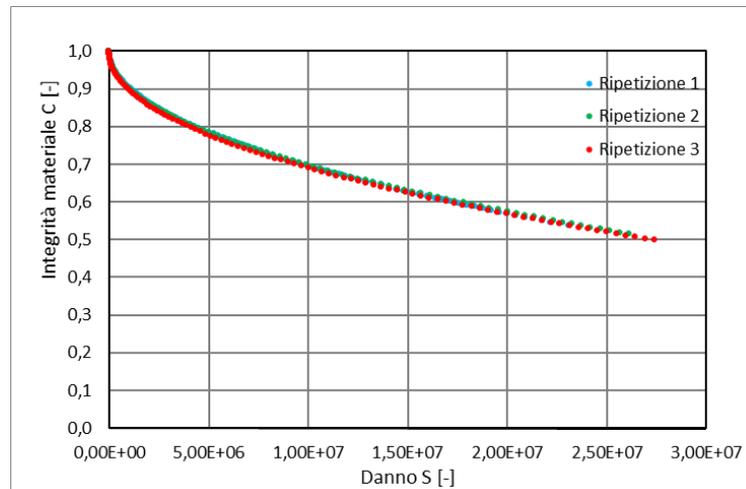


Figura 65 DCC fino 50% S_f bitume 40/60

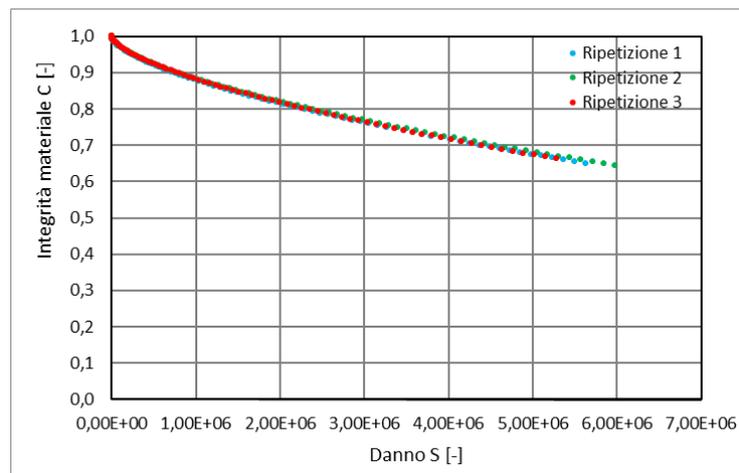


Figura 66 DCC fino 50% S_f bitume 70/100

Nelle prove LASH il campione è stato sollecitato fino alla specifica ampiezza di deformazione corrispondente al valore 50% S_f , risultato della precedente prova LAS. Successivamente a questa prima fase, il campione è stato sottoposto a un periodo di riposo, e di nuovo sollecitato fino a completa rottura. Si riportano i risultati ottenuti per i quattro periodi di riposo applicati pari a 60, 300, 900 e 1800 secondi e relativi ai due bitumi.

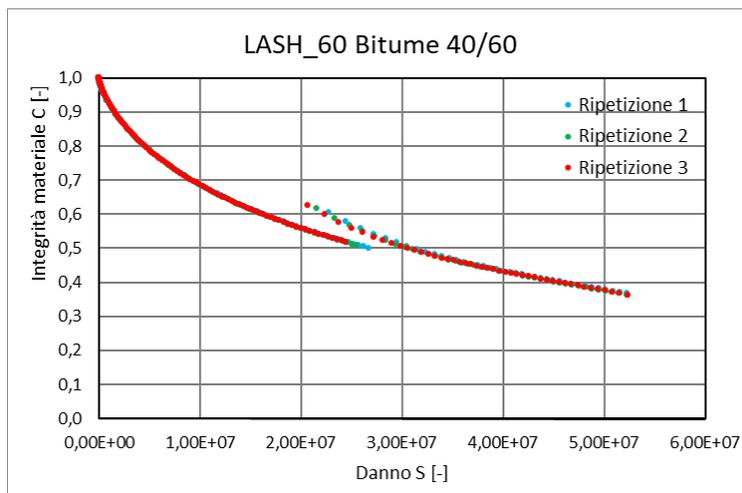


Figura 67 Risultato LASH_60 bitume 40/60

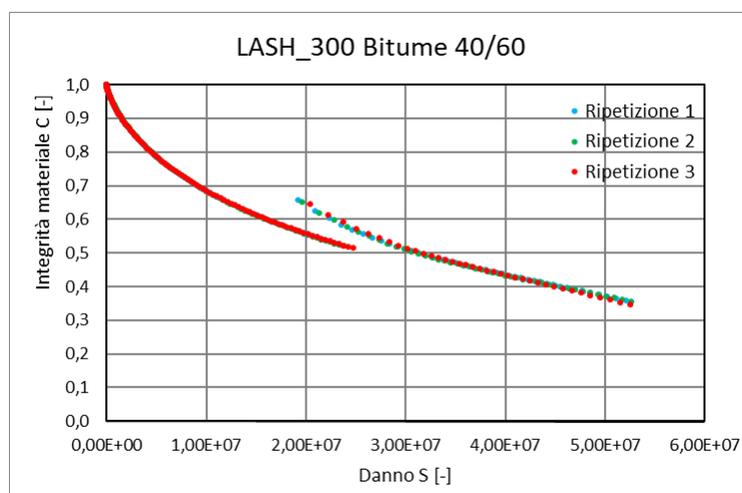


Figura 68 Risultato LASH_300 bitume 40/60

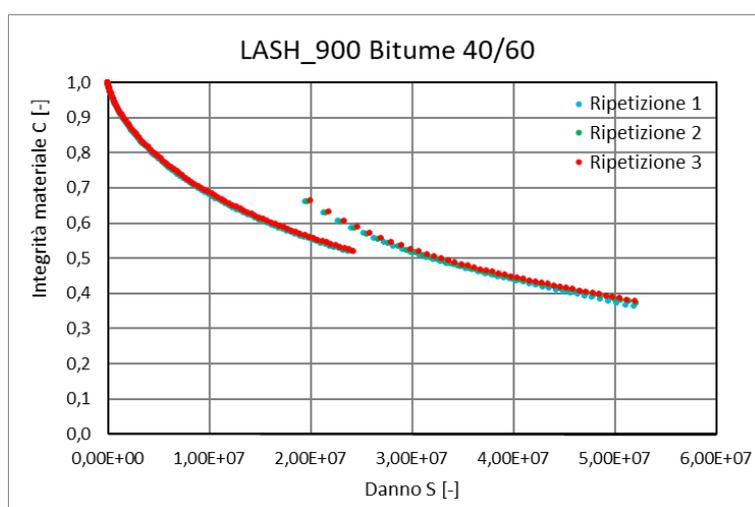


Figura 69 Risultato LASH_900 bitume 40/60

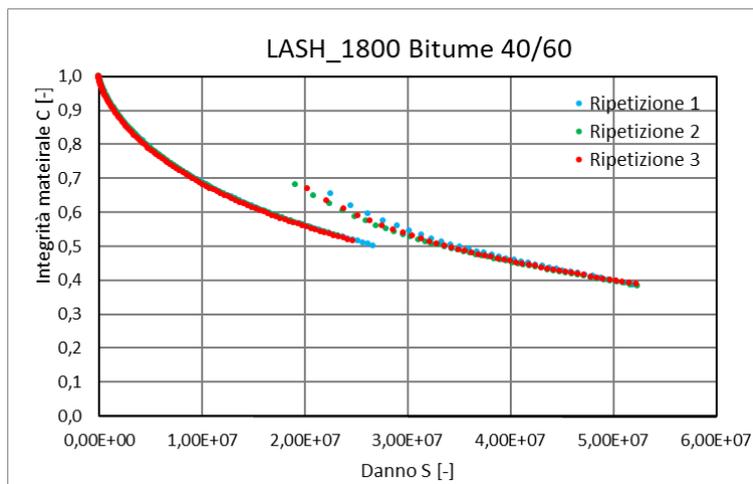


Figura 70 Risultato LASH_1800 bitume 40/60

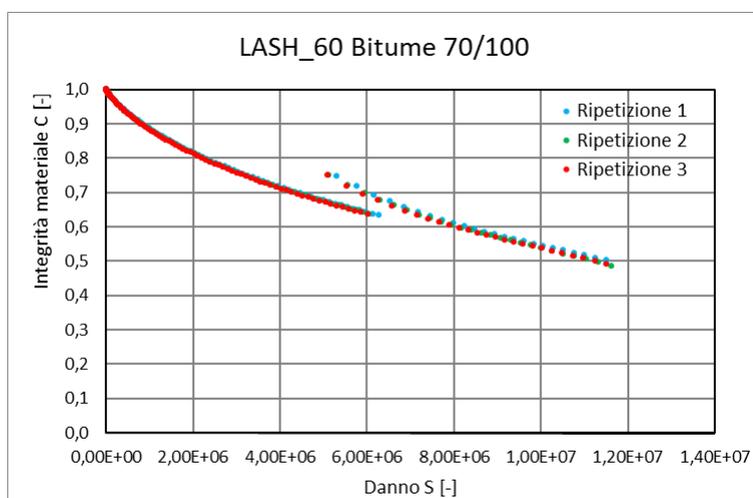


Figura 71 Risultato LASH_60 bitume 70/100

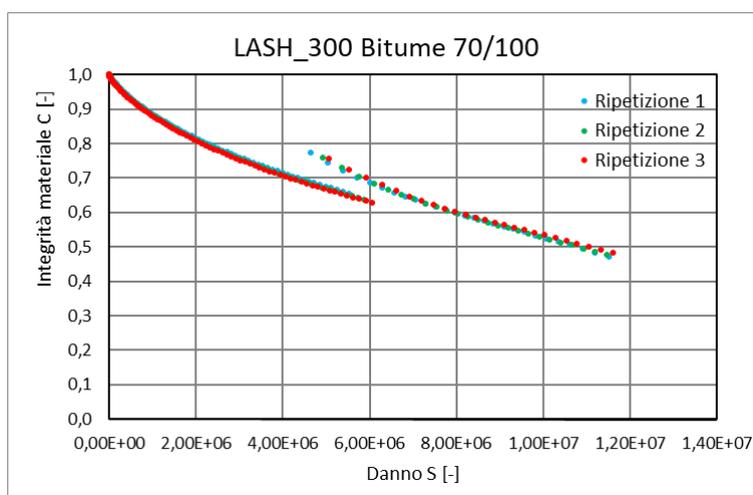


Figura 72 Risultato LASH_300 bitume 70/100

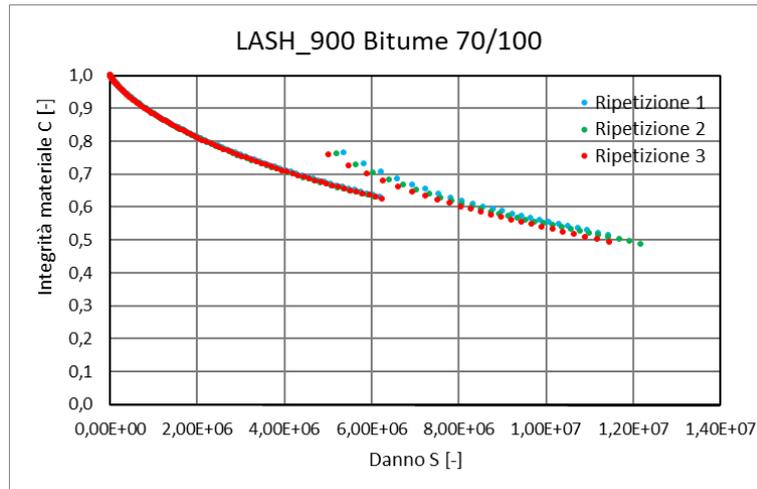


Figura 73 Risultato LASH_900 bitume 70/100

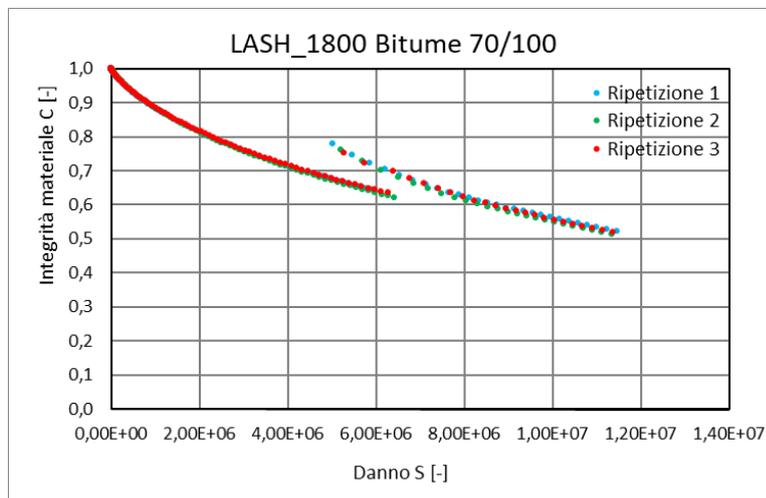


Figura 74 Risultato LASH_1800 bitume 70/100

L'analisi dei dati di entrambi i bitumi in esame mostra un recupero di integrità del materiale C e una riduzione del livello di danno S, per tutti i periodi di riposo applicati.

Passando alla valutazione dell'indice di Healing, nel presente protocollo sperimentale, questa è stata effettuata tramite il rapporto espresso dall'Equazione 2.3.12, misurando i valori di danno S immediatamente prima e dopo il periodo di riposo. Si riassumono i valori ottenuti tramite le tre ripetizioni effettuate, di cui ne viene fatta la media.

Bitume	Periodo di riposo [s]	Rip_1	Rip_2	Rip_3	HI [%]
40/60	60	14,9	15,4	15,5	15,3
	300	17,4	17,4	17,3	17,4
	900	17,7	18,5	17,8	18,0
	1800	15,6	17,7	17,7	17,0
70/100	60	15,4	15,4	15,4	15,4
	300	16,0	16,1	16,4	16,2
	900	13,5	14,3	19,9	15,9
	1800	14,9	19,1	15,9	16,6

Tabella 20 Indici di Healing Protocollo Beijing University of Technology

Osservando gli indici di autoriparazione, non si nota una loro dipendenza dal periodo di riposo imposto. Inoltre, la differenza degli indici di un materiale rispetto all'altro non è risultata significativa.

Dall'analisi di tali risultati, è emerso come la deformazione corrispondente al $50\%S_f$ fosse troppo elevata. Per questo motivo, prove LASH aggiuntive sono state eseguite sollecitando il campione fino a un valore di deformazione minore di quello corrispondente al $50\%S_f$. Tale valore è stato identificato considerando il 50% della deformazione tangenziale a rottura γ_f . In questo caso, è stata effettuata solo una ripetizione per materiale. Si riportano i risultati ottenuti, in termini di Curve Caratteristiche di Danno (Figura 75 e Figura 76) e di Indici di Healing (Tabella 23), per i quattro periodi di riposo applicati di 60, 300, 900 e 1800 secondi, relativi ai due bitumi testati.

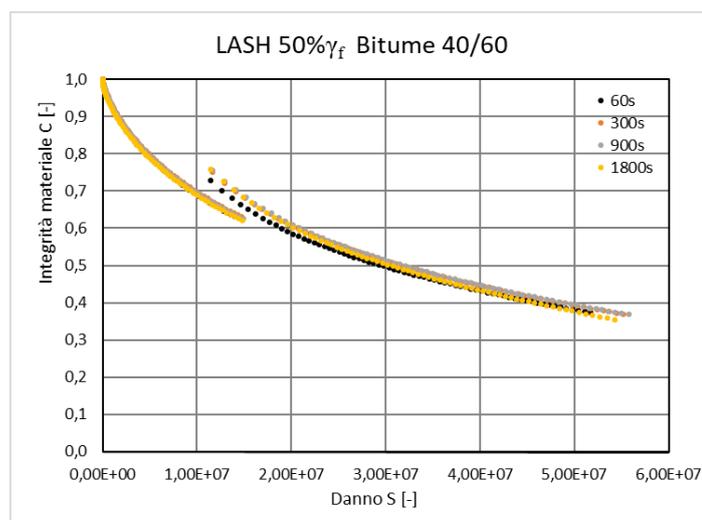


Figura 75 LASH $50\% \gamma_f$ bitume 40/60

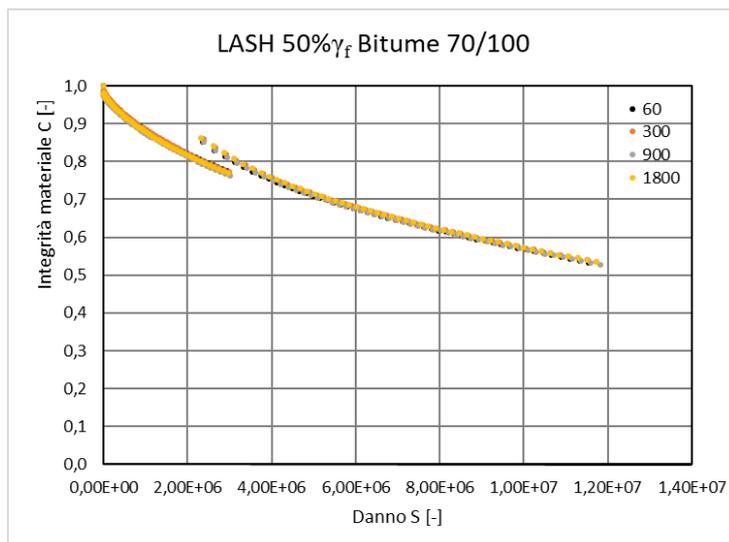


Figura 76 LASH 50% γ_f bitume 70/100

L'analisi dei dati di entrambi i bitumi in esame mostra un recupero di integrità del materiale C e una riduzione del livello di danno S, per tutti i periodi di riposo applicati.

Bitume	Periodo di riposo [s]	HI [%]
40/60	60	18,5
	300	26,7
	900	28,3
	1800	29,7
70/100	60	24,0
	300	25,7
	900	26,3
	1800	27,6

Tabella 21 Ulteriori indici di Healing Protocollo Beijing University of Technology

Osservando la variazione di tale indice al variare del periodo di riposo imposto, si nota un leggero incremento all'aumentare della durata di tale periodo per entrambi i bitumi testati. Ciò risulta essere coerente con le aspettative teoriche. Confrontando i due materiali oggetto di studio, le differenze emerse sono risultate poco significative.

5. CONCLUSIONI

Il termine autoriparazione fa riferimento alla capacità intrinseca esibita dai leganti bituminosi, in grado di recuperare, almeno in parte, caratteristiche meccaniche ridotte a cause di danneggiamento. Tale capacità si esplica durante periodi di riposo intercorrenti tra il passaggio consecutivo di traffico veicolare, influenzando la vita a fatica delle pavimentazioni stradali. Ciò ha spronato numerosi studi nel settore, con l'obiettivo di definire un protocollo standard per la sua valutazione.

Un'associazione da sempre interessata alla ricerca nel campo dei materiali da costruzione e delle strutture è il RILEM. Tra le varie commissioni tecniche che lo compongono, quella relativa al CHA (Crack-Healing of Asphalt Pavement Materials) mira a definire un protocollo unico per lo studio della caratteristica di autoriparazione di leganti bituminosi.

Il presente lavoro di tesi si pone come parte iniziale di tale progetto, con l'obiettivo principale di valutare i risultati cui si perviene applicando tre diversi protocolli sperimentali redatti da tre università. A tal fine, la sperimentazione è stata effettuata su due bitumi vergini aventi differente origine e caratteristiche meccaniche, con grado di penetrazione 40/60 e 70/100.

I protocolli adottati sono stati sviluppati dal Politecnico di Torino, dall'Università Politecnica delle Marche e dalla Beijing University of Technology.

L'analisi dei risultati, esposta al capitolo precedente, ha condotto alle seguenti conclusioni:

- Il protocollo di prova del Politecnico di Torino, attraverso il monitoraggio dei cambiamenti del modulo complesso e del recupero in termini di numero di cicli a fatica in seguito al riposo, ha messo in risalto come il bitume 70/100 auto-ripari maggiormente rispetto al bitume 40/60.
- Contrariamente, secondo il protocollo sperimentale redatto dall'Università Politecnica delle Marche, il bitume 40/60 esibisce un maggiore potenziale

di autoriparazione, in quanto il limite di resistenza a fatica, concetto ultimo di tale metodologia, è maggiore di quello riscontrato nel bitume 70/100.

- Le differenze riscontrate tra i due bitumi, in seguito all'applicazione del protocollo di prova sviluppato dalla Beijing University of Technology, non sono risultate significative in quanto i valori degli indici di autoriparazione ricavati sono confrontabili.

Emerge, quindi, come i tre protocolli di prova conducano ad una diversa classificazione dei due materiali in termini di capacità di autoriparazione. Le motivazioni alla base di questa discrepanza vanno ricercate nei diversi principi teorici su cui i tre approcci si fondano e che determinano il valore degli indici di autoriparazione stimati.

Alla luce di tali risultati, si effettuano le seguenti considerazioni:

- Il protocollo di prova del Politecnico di Torino applica un certo periodo di riposo, ma si svincola dalla sua durata in quanto lo modella a tempo infinito. Tale metodologia, infatti, considera il fenomeno nel suo processo fisico, studiando l'evoluzione del recupero delle proprietà meccaniche.
- Il protocollo di prova dell'Università Politecnica delle Marche risulta essere il più simulativo rispetto a quanto avviene in condizioni di esercizio in una pavimentazione stradale, dato il continuo susseguirsi di fasi di carico e fasi di riposo.
- Il protocollo di prova della Beijing University of Technology considera tanti livelli di deformazione in un'unica prova, corrispondenti ad un ampio spettro di tipologie di carico. Infatti, in esercizio, la pavimentazione non è sempre sottoposta ad un unico livello di deformazione, come ipotizzato dagli altri due protocolli.
- Il protocollo di prova della Beijing University of Technology interrompe la fase di carico sulla base del parametro di danno, differentemente dagli altri due protocolli che considerano l'integrità del materiale in termini di modulo viscoso. Il danno risulta essere una variabile fittizia modellata, mentre il

modulo viscoso è una variabile effettivamente monitorata durante lo svolgimento della prova.

Sulla base di quanto sopra emerso, ulteriori sforzi risultano essere necessari al fine di definire un protocollo standard che possa classificare univocamente la capacità di autoriparazione dei leganti bituminosi. Inoltre, sarebbe opportuno estendere la sperimentazione ad un più ampio numero di materiali, tenendo in considerazione anche materiali invecchiati che risultano più simulativi dei materiali in opera.

Bibliografia

- Ayar, P., Moreno-Navarro, F., & Rubio-Gamez, M. C. (2015). The healing capability of asphalt pavements: a state of art review. *Journal of Cleaner Production*, 28-40.
- Baglieri, O., & Tsantilis, L. (s.d.). PoliTO protocol for the assessment of self-healing of bituminous binders.
- Canestrari, F., Stimilli, A., & Mazzoni, G. (s.d.). Self-Healing testing protocol and modelling.
- Canestrari, F., Virgili, A., & Graziani, A. S. (2015). Modeling and assessment of self-healing and thixotropy properties for modified binders. *International Journal of Fatigue*, 351-360.
- Riviera, P. (2016/2017). Costruzione di strade, ferrovie e aeroporti. *Materiale didattico*.
- Santagata, E., Baglieri, O., Dalmazzo, D., & Tsantilis, L. (2012). Damage and healing test protocols for the evaluation of bituminous binders.
- Santagata, E., Baglieri, O., Dalmazzo, D., & Tsantilis, L. (s.d.). Rheological and Chemical Investigation on the Damage and Healing Properties of Bituminous Binders. 568-596.
- Santagata, E., Baglieri, O., Tsantilis, L., & Dalmazzo, D. (2013). Evaluation of self healing properties of bituminous binders taking into account steric hardening effects. *Construction and Building Materials*, 60-67.
- Santagata, E., Baglieri, O., Tsantilis, L., Dalmazzo, D., & Chiappinelli, G. (2016). Fatigue and healing properties of bituminous mastics reinforced with nano-sized additives. *Mechanics of Time-Dependent Materials*, 367-387.
- Sultana, S., & Bhasin, A. (2014). Effect of chemical composition on rheology and mechanical properties of asphalt binder. *Construction and Building Materials*, 293-300.
- Sun, D., Li, B., Ye, F., Zhu, X., Lu, T., & Tian, Y. (2018). Fatigue behavior of microcapsule-induced self-healing asphalt concrete. *Journal of Cleaner Production*, 466-476.
- Tan, Y., Shan, L., Kim, Y. R., & Underwood, B. S. (2011). Healing characteristics of asphalt binder. *Construction and Building Materials*, 570-577.
- Wang, C. (2018). LASH Protocol & Data Interpretation .
- Wang, C., Castorena, C., Zhang, J., & Kim, Y. R. (2015). Unified failure criterion for asphalt binder under cyclic fatigue loading. *Road Materials and Pavement Design*, 125-148.

Wang, C., Xie, W., & Underwood, B. S. (2018). Fatigue and healing performance assessment of asphalt binder from rheological and chemical characteristics. *Materials and Structures*.

Xie, W., Castorena, C., Wang, C., & Kim, Y. (2017). A framework to characterize the healing potential of asphalt binder using the linear amplitude sweep test. *Construction and Building Materials*, 771-779.

Sitografia

<https://www.rilem.net/page/600082/introduction>

<https://www.anton-paar.com/it-it/>