POLITECNICO DI TORINO

Corso di Laurea Magistrale in Ingegneria Civile

Tesi di laurea

AUTORIPARAZIONE DI LEGANTI BITUMINOSI: INFLUENZA DELLA TEMPERATURA E DEL TEMPO DI RIPOSO

Relatore:

Ing. Lucia TSANTILIS

Correlatori:

Prof. Orazio BAGLIERI

Prof. Ezio SANTAGATA

Ing. Fabrizio MIGLIETTA

Candidato:

Valentina ARAMINI

Anno accademico 2018-2019

SOMMARIO

INTRODUZIONE 5

1. SELF-HEALING 9

2. STATO DELL'ARTE 17

3. APPROCCIO SPERIMENTALE 25

3.1 Strumenti 25

3.2 Materiali 29

3.3 Operazioni preliminari 34

3.4 Descrizione dei test 37

3.4.1 Strain Amplitude Sweep Test 37

3.4.2 Time Sweep Test – Presenza di pre-danneggiamento 39

3.4.3 Time Sweep Test – Assenza di pre-danneggiamento 42

4. ANALISI DATI 49

4.1 Strain Amplitude Sweep Test 49

4.2 Time Sweep Test – Presenza/assenza di pre-danneggiamento 54

4.2.1 Influenza della durata del periodo di riposo 57

4.2.2 Influenza della temperatura del periodo di riposo 68

5. CONCLUSIONI 81

BIBLIOGRAFIA 85

INTRODUZIONE

Il traffico stradale, in perfetta tendenza con lo sviluppo tecnologico, è rapidamente cresciuto nel corso degli ultimi anni. Con l'obiettivo di massimizzare la disponibilità di percorrenza dell'arteria infrastrutturale e di conseguenza diminuire il più possibile problemi relativi a lavori di manutenzione della stessa, è nata l'esigenza di avere a disposizione infrastrutture stradali con vita utile di servizio sempre più lunga. Per far ciò, sia in fase di progettazione che in quella di esercizio occorre prestare attenzione alle capacità strutturali e prestazionali, in particolare della parte superficiale delle suddette, ossia la pavimentazione stradale.

In questo contesto entra in scena il problema del danneggiamento della pavimentazione, al cui interno si inserisce proprio il fenomeno di degrado per fatica, causato dalle sollecitazioni ripetute prodotte dal traffico a temperature intermedie. La resistenza e la rigidezza dei materiali bituminosi infatti diminuiscono quando gli stessi sono sottoposti ad un carico ripetuto e questo porta alla formazione di micro-crepe, che nel tempo evolvono in macro-crepe.

Le fessure dovute al danneggiamento per fatica rappresentano infatti una delle più incisive criticità nell'ambito delle pavimentazioni stradali; un attore molto importante nel resistere alle azioni dei veicoli è senz'altro lo strato di collegamento e proprio su questo si sono concentrati gran parte degli studi sperimentali presenti in letteratura. Vari autori hanno preso coscienza della sottostima che si è creata nell'analizzare e quantificare la vita a fatica delle pavimentazioni, a causa della mancanza di schematizzazione degli effettivi periodi che possono essere definiti "di riposo" tra il passaggio di un carico e di quello successivo, fenomeno che effettivamente si riscontra proprio nella realtà.

Si è poi cominciato infatti a parlare di carichi intermittenti, ossia intervallati da momenti di carico nullo e proprio attraverso il loro inserimento, è stata messa in luce la capacità intrinseca del legante bituminoso di autoriparazione.

Con il termine autoriparazione, *Self-Healing* in inglese, si intende la capacità di recupero, quantomeno parziale, delle caratteristiche di resistenza e rigidezza perse durante l'applicazione del carico; per tale motivo, questa proprietà intrinseca del legante bituminoso potrebbe rappresentare una soluzione per estendere la vita di servizio di una pavimentazione.

Il presente elaborato comincia proprio con un primo capitolo dedicato alla definizione della suddetta proprietà e prosegue con un secondo capitolo contenente un'analisi di letteratura, ovvero una trattazione di studi sperimentali attinenti al medesimo argomento, per cercare di comprendere quanto sia stato fatto fino ad adesso e cercare di proporre nuove soluzioni in termini di parametri analizzati e correlazioni tra di essi.

Nel terzo capitolo, partendo dal protocollo di prova sviluppato dal Politecnico di Torino, si descrivono i materiali, le procedure utilizzate per preparare i campioni e le prove di laboratorio, ponendo attenzione su parametri, quali temperatura e durata del tempo di riposo, e sulla loro variazione.

Il quarto capitolo è dedicato all'analisi dei risultati derivanti dalle prove e alla loro modellazione, col fine di quantificare attraverso degli indici, quanto ogni tipologia di bitume abbia recuperato rispetto alle prestazioni iniziali.

Infine, attraverso il quinto e ultimo capitolo, si definiscono le conclusioni in merito al lavoro sperimentale condotto, evidenziando le analogie/differenze tra le due tipologie di bitume utilizzato sulla base dei parametri adottati.

1. SELF-HEALING

1. SELF-HEALING

Negli ultimi anni numerosi studi di letteratura hanno dimostrato e messo in luce la capacità intrinseca di autoriparazione dei leganti bituminosi, e questa proprietà è stata fin da subito riconosciuta come un grande potenzialità nell'ottenimento di pavimentazioni dotate di una vita utile di servizio più lunga.

Uno strato in conglomerato bituminoso infatti soggetto all'azione ciclica dei carichi veicolari, superato il campo di comportamento visco-elastico lineare, subisce un processo di progressivo danneggiamento, che porta alla comparsa di fessure e alla loro propagazione all'interno dello strato stesso, fino al raggiungimento di una condizione ultima, associabile alla fine della sua vita utile.

Parlare di autoriparazione significa descrivere il fenomeno di diminuzione delle micro-crepe, dovute al danneggiamento per fatica (e quindi all'alternanza di cicli di carico e scarico, con zone sottoposte a tensioni di trazione e subito dopo di compressione), e di conseguenza di un parziale recupero delle proprietà strutturali del bitume stesso, quali resistenza e rigidezza.

Approfondendo il reale meccanismo che si trova alla base di questo fenomeno, si possono elencare due tipologie di modelli attraverso cui schematizzare le fasi che lo compongono [1]: uno si riferisce alle proprietà fisico-chimiche del legante bituminoso e di conseguenza alle teorie in tale ambito, mentre l'altro è un modello di regressione, che cerca di modellare l'autoriparazione attraverso una serie di leggi meccaniche, arrivando a definire leggi di danno.

Volendoci soffermare solamente sulla prima tipologia di modello, si può schematizzare contemporaneamente il fenomeno di *Self-Healing* e della rottura per fatica attraverso un meccanismo composto da tre fasi, creando un interessante parallelismo (Figura 1).

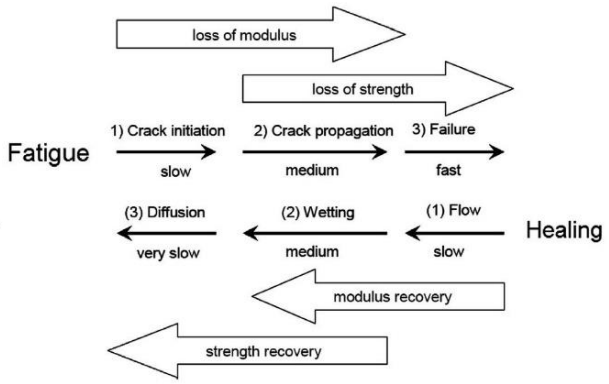

Figura 1: Parallelismo tra processo di Fatica e di Self-Healing [1]

Dalla figura è possibile notare da un lato il fenomeno della rottura per fatica, articolato in una prima fase di innesco della fessura, la quale è soggetta a successiva propagazione e infine rottura; ciò comporta una iniziale perdita di modulo e una conseguente perdita di rigidezza. D'altro canto, il fenomeno di autoriparazione può essere visto come processo uguale e contrario in cui inizialmente si osserva un avvicinamento delle superfici della crepa dovuto al flusso del materiale; successivamente una fase definita *wetting,* ossia d'adesione delle due superfici della frattura, comandata dall'energia libera superficiale (definita come la quantità di lavoro necessaria per creare una nuova superficie di area unitaria in condizioni di vuoto); per ultimo si assiste a un completo recupero delle proprietà meccaniche dovuto alla diffusione e alla riaggregazione casuale (*randomization* in inglese) delle molecole degli asfalteni, contenute nei leganti bituminosi. Si può ulteriormente notare come la prima fase risulti quella più veloce delle altre e che mostri solamente un recupero della rigidezza del bitume (o dualmente una sua riduzione), mentre come gli altri due step siano più lenti, poiché entra in gioco anche la resistenza del materiale. Occorre sottolineare che la fase di *wetting* è strettamente legata alla tipologia di bitume considerata, infatti un bitume con un'elevata energia superficiale avrà una capacità di *wetting* più elevata [2]. Allo stesso modo l'ultima fase, quella della diffusione, è collegata alla mobilità delle catene di molecole contenute nel legante bituminoso: è stato dimostrato infatti come la presenza di catene di molecole più lunghe agevoli questo step [3].

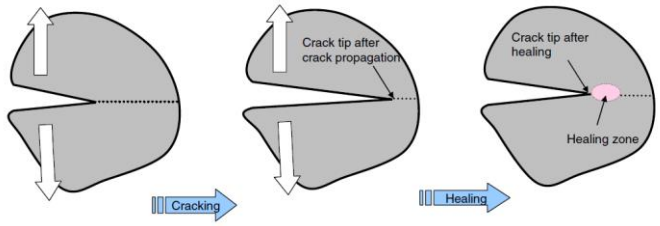

Figura 2 : Schematizzazione del processo di Cracking e successivo Self-Healing [2]

Rimanendo in ambito chimico-fisico, è molto importante tenere presente come ci possano essere altri fenomeni, come quelli tissotropici, che dovrebbero essere opportunamente distinti dal fenomeno auto riparativo. La tissotropia, infatti, è una proprietà legata alla natura di fluido non Newtoniano del bitume, il quale, mostra una riduzione della viscosità quando soggetto a un flusso, e un suo completo recupero in assenza di flusso esterno applicato [4]. Di conseguenza, questo ritorno alle proprietà originali avviene in un periodo che possiamo definire di riposo dal carico, proprio come avviene durante il fenomeno di autoriparazione.

La tissotropia inoltre è strettamente collegata alla natura colloidale del bitume, che risulta essere un sistema costituito da una dispersione di micelle solide (detti asfalteni), in un mezzo oleoso di base (malteni), costituito a sua volta da altre componenti (aromatici e saturi). Proprio con riferimento al modello colloidale, il comportamento del bitume può variare tra quello di un sistema "sol", legato alla natura Newtoniana, e quello di un "gel", non Newtoniano a carattere tissotropico e pseudoplastico. A questo proposito, è stato dimostrato come durante le fasi di carico, il bitume, a causa della tissotropia, cambi progressivamente da una natura "gel" ad una natura "sol", e viceversa durante invece i momenti di carico nullo [5].

Quando si comparano dunque questi due modelli, quello tissotropico e quello a tre step di autoriparazione, entrambi risultano performanti nello spiegare il processo di recupero delle proprietà reologiche durante i periodi di riposo. È importante sottolineare la differenza tra i due, ossia che il modello a tre fasi spiega il processo di autoriparazione preceduto necessariamente da un danneggiamento per fatica,

quindi formazione di micro e successive possibili macro-crepe, mentre il modello tissotropico risulta essere collegato ad un movimento delle molecole e ad una ricostruzione della microstruttura, ma non obbligatoriamente collegato ad una frattura.

La tissotropia del bitume è generalmente associata a un fenomeno di indurimento sterico (in inglese *Steric Hardening*), il quale risulta sicuramente significativo nei casi in cui i test effettuati di autoriparazione prevedano dei periodi di riposo molto lunghi; infatti, tale fenomeno si può realmente manifestare durante momenti di non danneggiamento della pavimentazione o anche durante periodi di stoccaggio del materiale. Il termine *Steric Hardening* fa riferimento a un incremento progressivo delle proprietà meccaniche del materiale, dovuto ad un riarrangiamento delle molecole del legante bituminoso.

In letteratura si ritrova un primo studio sull'argomento [6], in cui si è analizzato l'irrigidimento collegandolo al tempo, alla temperatura mantenuta costante e pari a quella ambiente, e in vari tipi di strati di collegamento. Ciò che è emerso è quanto tale fenomeno sia influenzato dalla tipologia di bitume analizzata: infatti anche la natura colloidale del materiale, per la precisione il comportamento "sol", influisce molto sul suddetto fenomeno.

La questione più critica riguarda proprio l'incremento della rigidezza che si ottiene alla fine dei periodi di riposo nei vari test effettuati, che può infatti essere correlabile proprio all'irrigidimento sterico, il quale sovrapponendosi al recupero dovuto invece alla proprietà di autoriparazione del bitume, conduce ad una sovrastima della reale capacità nel recuperare rigidezza del bitume stesso.

È nata quindi l'esigenza di creare un modello per scorporare il contributo dello *Steric Hardening* dalla rigidezza totale recuperata durante i momenti di carico nullo, come quanto fatto dal Dipartimento di Ingegneria dell'Ambiente, del Territorio e delle Infrastrutture (DIATI) del Politecnico di Torino, in una sperimentazione condotta nel 2012: sono state condotte prove di *Time Sweep*, con

due fasi di carico intervallate da una fase di riposo, quindi con presenza di pre-danneggiamento, e prove di *No damage,* ossia con un periodo di riposo seguito da una sola fase di carico, sotto le medesime condizioni di temperatura e tensione [7].

Nel calcolo dell'indice di autoriparazione, in termini di numero di cicli recuperato in seguito alla fase di riposo, vi è stato quindi sottratto il contributo dell'irrigidimento sterico e quindi calcolato in riferimento al numero di cicli recuperato durante il periodo di riposo in condizioni di 0% di danneggiamento. È emerso inoltre che per scorporare meglio il contributo dello *Steric Hardening* da quello di *Self-Healing*, la scelta più appropriata sia prevedere un singolo periodo di riposo tra le due fasi di carico.

Sempre rimanendo sul filone della rigidezza del legante bituminoso e di conseguenza del suo recupero durante il processo di *Self-Healing*, la proprietà di autoriparazione del materiale può essere schematizzata come un processo composto da due fasi, la prima che si manifesta con la chiusura della fessura legata al danneggiamento per fatica e la seconda con un guadagno di resistenza [1]. Riguardo il primo step, è possibile analizzare le forze che determinano questo fenomeno e sono, una legata alla temperatura (quindi ci si può immaginare un flusso di materiale), l'altra legata ad azioni meccaniche, quali il confinamento del campione e la pressione cui è sottoposto durante la prova. Come conseguenza di questo step si riscontra inoltre un aumento di modulo complesso del materiale. Riguardo invece al secondo step, con le medesime forze che guidano il processo, si ha dopo un certo tempo anche un aumento della resistenza del bitume. Nello stesso studio sono state diagrammate le due fasi, rappresentando quindi i due andamenti in un solo grafico rappresentativo, ottenendo quanto segue (Figura 3).

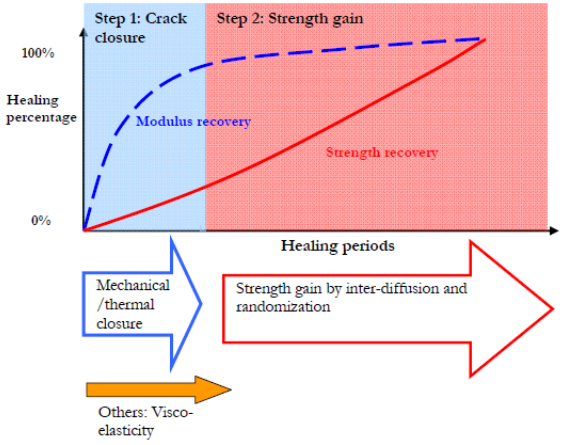

Figura 3 : Rappresentazione concettuale del processo di Self-Healing, [1]

Nel grafico, l'asse delle ascisse rappresenta il tempo, ossia la lunghezza del periodo di riposo in cui avviene proprio il processo di autoriparazione del materiale, mentre le ordinate rappresentano il recupero, in percentuale, con un massimo pari ovviamente al 100%, qualora il legante bituminoso riuscisse a recuperare pienamente le sue proprietà reologiche; è proprio in corrispondenza del completo recupero che si incontrano le due curve, la curva del guadagno di resistenza e quella relativa alla rigidezza. Le tempistiche con le quali possa avvenire il recupero massimo dipendono dalla tipologia di materiale e per tale ragione nella sperimentazione condotta e descritta in questo elaborato di tesi, si è cercato di estendere il più possibile la durata del tempo di riposo, compatibilmente coi vincoli di laboratorio.

2. STATO DELL'ARTE

2. STATO DELL'ARTE

La proprietà intrinseca di autoriparazione dei leganti bituminosi è stato un argomento molto studiato in questi ultimi anni nell'ambito dell'Ingegneria stradale, in quanto potenzialmente vantaggiosa nel contrastare il progressivo degrado nel tempo delle proprietà del materiale, attraverso il manifestarsi di crepe, che tendono poi a ingrandirsi e a portare la pavimentazione alla totale perdita di funzionalità.

La capacità di autoriparazione del legante bituminoso è dipendente da vari fattori, che possono essere divisi tra:

- Fattori interni
- Fattori esterni

Per fattori interni che influenzano il processo di *Self-Healing* si intendono, tra i principali, le proprietà fisiche, la composizione chimica, le proprietà volumetriche del bitume, e i modificatori, ossia elementi da inserire nella "ricetta" del materiale, per migliorarne talune caratteristiche.

Iniziando dalle proprietà fisiche, è noto che i bitumi vengono distinti secondo classi di penetrazione attraverso un'opportuna prova standardizzata (norma UNI EN 1426), che prevede la misura della penetrazione, in dmm, dell'ago nel bitume analizzato e permette la classificazione dello stesso all'interno di un intervallo, come ad esempio 40/60, 50/70, 70/100 etc. Molti studi hanno rilevato che un bitume più soffice, ossia con un alto grado di penetrazione, dimostri maggior capacità di autoriparazione, rispetto ad un bitume più rigido [1].

Per quanto concerne la composizione chimica dei leganti bituminosi, è stato dimostrato in numerosi studi essere correlata discretamente alla proprietà di autoriparazione: per esempio, attraverso l'utilizzo di un parametro pari al rapporto tra quantità di saturi e di aromatici (S/Ar), è stato osservato come al crescere del

suddetto indicatore, l'abilità della fase più oleosa del bitume di riparare le microfratture aumenti [8].

Parlando della natura del bitume e della sua composizione, entrano in gioco sicuramente anche i bitumi modificati, che sono ottenuti dall'unione di bitume tradizionale e di particolari composti chimici, detti agenti modificanti, nella gran parte rappresentati da materiali polimerici. È importante altresì osservare che essi costituiscono un materiale diverso da quello di origine, in quanto il modificatore determina un cambiamento chimico-fisico di tipo irreversibile, unito anche ad un miglioramento delle caratteristiche prestazionali. Gli effetti dei modificatori o additivi sono stati e sono tuttora molto indagati, perché non del tutto chiariti; è però possibile fare degli esempi trovati in letteratura, che possono dare un'idea sull'argomento. Lee et al. [9] ha mostrato che la potenzialità di autoriparazione dei bitumi può essere incrementata con l'utilizzo di alcuni modificatori, quali "Gilsonite" e "Styrene Butadiene Rubber" (SBS). Di una convinzione diametralmente opposta è per esempio Little et al. [10], che ha dimostrato in un suo articolo come l'inserimento del medesimo polimero abbia ridotto la capacità di *Self-Healing*, sostenendo che il polimero si comporti come un riempimento dei vuoti del sistema e che interrompa l'autoriparazione.

Un'altra interessante miglioria nella composizione del legante bituminoso che si ritrova in letteratura, è l'inserimento di microcapsule contenenti agenti ringiovanenti: essi hanno la capacità di ricostituire la composizione chimica dello strato di *binder* e sono composti da oli lubrificanti, contenenti un'alta percentuale di malteni [11]. L'idea alla base del funzionamento di queste microcapsule è la seguente: quando la micro-crepa si espande fino a toccare una di queste microcapsule, essa si rompe e l'agente ringiovanente entra dentro la fessura, polimerizza e la ripara (Figura 4). Ovviamente affiancato a questo tipo di studio, ce ne sono stati altri sulla progettazione del guscio di queste capsule, dovendo esso resistere ad alte temperature.

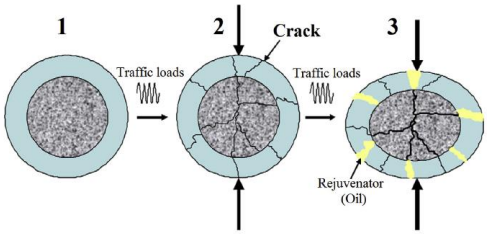

Figura 4 : Meccanismo delle microcapsule contenenti agente ringiovanente in una pavimentazione [3]

Passando ad analizzare i fattori esterni che influiscono sulla capacità di autoriparazione dei leganti bituminosi, tra i più analizzati in letteratura si trovano la lunghezza e il numero dei periodi di riposo tra un carico e l'altro, la temperatura, il livello e l'applicazione del carico, l'entità di danneggiamento, l'invecchiamento e l'umidità.

Iniziando dall'ultimo dei fattori sopracitati, l'umidità, si riscontra che abbia un effetto negativo sull'autoriparazione, in quanto agisce sui bordi di adesione delle superfici delle fratture, non permettendo un perfetto riavvicinamento delle stesse [12].

Il fenomeno di invecchiamento è relativo a un processo di alterazione fisico-chimica del legante bituminoso dovuto alle alte temperature: si possono avere due tipi di invecchiamento, uno a breve termine, che riguarda le fasi di miscelazione e costruzione della pavimentazione, e uno a lungo termine, collegato alla vita di servizio della stessa. Little [9] in proposito ha dimostrato che l'aggiunta al legante bituminoso già invecchiato di calce idrata possa migliorarne le caratteristiche meccaniche e inoltre garantisca un aumento della capacità di autoriparazione.

Per quanto concerne le condizioni di carico, occorre sottolineare che la natura del carico stesso è considerata uno dei fattori di influenza più importanti. Vari studi hanno messo in luce che un livello alto di tensioni e deformazioni abbia un impatto negativo sulla capacità di autoriparazione [13].

I leganti bituminosi manifestano, come già accennato, un comportamento meccanico molto diverso, che spazia da quello di un solido elastico se sottoposto a bassi valori di temperatura, a quello tipico di un fluido viscoso Newtoniano, per alti valori di temperatura. Queste due, che possono essere considerate configurazioni limite, prevedono tra di loro fasi intermedie di tipo visco-elastico; esse poi sono direttamente responsabili della dipendenza della risposta del materiale dal tempo, e secondo un principio di sovrapposizione tempo-temperatura, anche dalla temperatura stessa.

La temperatura quindi è un altro importante fattore esterno che influenza la proprietà di autoriparazione dei leganti bituminosi. Per loro stessa natura, ad un aumento abbastanza consistente della temperatura corrisponde un recupero molto rapido delle proprietà, in quanto il flusso del bitume favorisce il fenomeno di autoriparazione. È stato dimostrato che il legante comincia a comportarsi come un fluido Newtoniano in un range di temperatura che varia tra i 30 °C e i 70 °C, ovviamente strettamente dipendente dal tipo di bitume e dal suo stadio di invecchiamento [14].

C'è però un aspetto negativo nel sottoporre il bitume a temperature molto alte, ossia proprio la tendenza dello stesso all'invecchiamento. Occorre quindi studiare e condurre test sperimentali su ciascuna tipologia di bitume, al fine di trovare la corrispondente temperatura "ideale" per innescare il processo di autoriparazione. Così è stato fatto da Tang et al [15], il quale ha esaminato due tipologie di bitume, con grado di penetrazione differente e attraverso test effettuati tramite DSR (Dynamic Shear Rheometer), è emerso come le temperature ideali in corrispondenza delle quali si innesca il fenomeno dell'autoriparazione si avvicinino molto alle proprie temperature di rammollimento.

Gli effetti positivi della presenza dei periodi di carico nullo, ovvero periodi di riposo, nelle prove di laboratorio, sono stati ampiamenti studiati e messi in luce da vari autori in letteratura; è importante evidenziare subito come a periodi di riposo molto lunghi si associ un recupero delle proprietà reologiche del bitume più

soddisfacente. È stato dimostrato da alcuni autori [13] che la lunghezza ottimale del periodo di carico nullo debba essere approssimativamente 10 volte quella durante il quale il provino è sottoposto ad un qualunque carico.

Uno dei benefici dell'inserimento di questi periodi di riposo all'interno di prove di fatica è l'incremento della capacità di deformazione del legante bituminoso stesso, che può portare ovviamente ad ottenere un ritardo nella formazione di micro-fessure e quindi di evidenze di danneggiamento. È stato dimostrato infatti che prima del verificarsi della rottura del materiale, le deformazioni sviluppate all'interno dello stesso sono risultate più grandi nei campioni testati inserendo un periodo di riposo nella prova [16].

Focalizzando l'attenzione sulla fessurazione per fatica, uno studio che è interessante inserire in questo excursus bibliografico, è quello riportato nell'articolo pubblicato da Cassie Hintz, dell'Università del Wisconsin, [17], nel quale è stato affrontato il tema di quantificare in qualche modo la lunghezza delle fratture che si creano alla fine di una prova di fatica su di un campione di bitume, effettuata attraverso l'utilizzo del DSR. I campioni, alla fine di ogni prova di fatica, sono stati congelati a 0 °C e vi è stata applicata una vernice acrilica gialla e opaca, prodotta nello specifico dal marchio Liquitex®, che possiede la capacità di essere fluida a temperatura ambiente e quindi inserirsi nelle crepe presenti nella superficie del campione. Lo scopo di tale vernice è stato proprio quello di evidenziare il contrasto tra le zone fratturate e intatte del provino stesso. Sono stati quindi fotografati i piatti del reometro con sopra il campione ed è stata fatta un'analisi digitale delle immagini, attraverso l'utilizzo di MATLAB™. Il confronto tra i due raggi, quello misurato e quello stimato matematicamente, è risultato soddisfacente, con scarti molto bassi.

In questo panorama di letteratura, si inserisce anche l'associazione RILEM (Réunion Internationale des Laboratoires et Experts des Matérieux), la quale si compone di commissioni tecniche dedite ad affrontare specifiche tematiche. Tra esse, la commissione tecnica relativa al CHA (*Crack Healing of Asphalt*) indaga la

capacità di autoriparazione di leganti e miscele bituminose, tramite il confronto di vari protocolli di prova, tra cui quello sviluppato presso il Politecnico di Torino, che quantifica tale proprietà attraverso le caratteristiche meccaniche, variabili nel passaggio tra fasi di carico, intervallate da un periodo di carico nullo [18].

Tale protocollo presenta al suo interno due tipologie di prova: la prima per valutare l'autoriparazione e caratterizzata da due fasi in *Time Sweep*, intervallate da periodo di riposo; la seconda simile alla prima ma in assenza della prima fase di carico (per tenere in considerazione il fenomeno dello *Steric Hardening*), in quanto si vuole ottenere solamente il recupero delle proprietà meccaniche del bitume strettamente collegabile all'autoriparazione e non a fenomeni tempo-dipendenti. Entrambe le tipologie di prove sono eseguite in controllo di deformazione, ossia essa rimane costante all'interno delle varie fasi, in modo da dar luogo ad una minore dissipazione energetica per ciclo. Il parametro monitorato è l'energia dissipata durante il ciclo di carico, attraverso la quale si può mettere in luce come cambino le proprietà meccaniche del materiale all'interno degli step di carico e di riposo. L'indice di *Self-Healing* è stato valutato come il rapporto tra il numero di cicli di carico applicati tra l'inizio della seconda fase di carico e il punto in cui l'energia assume un valore pari a quello registrato alla fine della prima fase di carico (N_{rec}), e il numero totale di cicli di carico necessari a ottenere il valore residuo di energia del 20% cui poi si sottrae N_{rec} (N_f). È stata valutata anche la cinetica del recupero, come differenza tra l'energia dissipata al generico tempo t e quella relativa all'inizio della fase di riposo. Per scegliere a quale deformazione sottoporre il campione durante le fasi di carico, è stato preliminarmente effettuato un test in *Strain Amplitude Sweep,* tramite il quale infatti è possibile individuare il limite di viscoelasticità lineare.

Si omette volontariamente la descrizione approfondita delle varie prove poiché la sperimentazione descritta in questo elaborato di tesi è partita proprio da questo protocollo, cercando poi di ampliare la matrice delle prove, giocando principalmente su due parametri, ossia la durata e la temperatura delle fasi di riposo.

3. APPROCCIO SPERIMENTALE

3. APPROCCIO SPERIMENTALE

3.1 Strumenti

Il presente elaborato di tesi descrive una sperimentazione condotta all'interno del laboratorio di materiali stradali del Dipartimento di Ingegneria dell'Ambiente, del Territorio e delle Infrastrutture (DIATI) del Politecnico di Torino, e lo strumento che è stato utilizzato è il Reometro rotazionale, prodotto dall'azienda Anton Paar (Figura 5).

Figura 5: Reometro rotazionale Physica MCR 301

Il campione sottoposto alla prova riceve le azioni esterne tramite la parte superiore dello strumento: essa si compone di un motore di tipo sincrono EC, supportato da due cuscinetti d'aria, uno radiale che centra e stabilizza l'albero, e l'altro assiale, che supporta il peso delle parti rotanti, e da un encoder ottico, ad alta risoluzione, basato su una tecnologia di sovra-campionamento dei dati e che consente di misurare e controllare le deflessioni angolari, fino ad un massimo di 50 nrad. L'elevata sensibilità e la velocità di campionamento del sensore di sforzo normale, integrato nel cuscinetto ad aria, consentono di misurare la forza assiale durante prove in regime transitorio e stazionario: per misurarla infatti viene utilizzato solamente il movimento naturale già presente nel cuscinetto.

Il motore dello strumento, inoltre, si compone di un rotore e di uno statore, entrambi dotati di magneti permanenti, i quali si attraggono e producono un flusso di corrente nella bobina, che consente il movimento del motore stesso. La coppia del motore viene impostata e misurata attraverso la corrente in ingresso dalle bobine dello statore. Un grande vantaggio di questa tipologia di motore è che assicura una relazione lineare tra la coppia elettromagnetica e la corrente allo statore, infatti è proprio grazie a questo che è possibile meglio controllare la coppia.

Descrivendo la parte inferiore dello strumento, risulta alloggio per le componenti di controllo meccanico ed elettrico: è presente, tra gli altri, un segmento dedito al controllo della temperatura con controllo Peltier, che consente di raffreddare o riscaldare il sistema ed inoltre assicura che essa rimanga costante durante il corso della prova svolta dal reometro. Come protezione al suddetto segmento si trova una cappa con tecnologia Peltier. Per finire, il reometro è collegato ad un sistema di circolazione dell'acqua, con l'obiettivo di assicurare un adeguato raffreddamento.

Le geometrie generalmente più utilizzate per effettuare prove per mezzo del reometro sono 3, quella a cilindro concentrico, il sistema piatto-piatto e quello piatto-cono, e nello specifico nella sperimentazione descritta in questo elaborato di tesi è stata utilizzata solo la configurazione piatto-piatto (Figura 6).

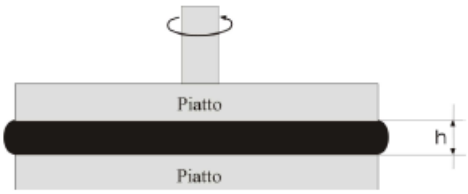

Figura 6: Configurazione piatto-piatto [5]

Essa è costituita da due piatti paralleli, posti uno sopra l'altro e si sottolinea come uno risulti fissato alla base e l'altro possa essere messo in rotazione, per gli scopi della prova. I suoi vantaggi rispetto alla configurazione piatto-cono sono una relativamente maggiore facilità nel caricamento e la possibilità di variare lo spessore del campione, ed è ideale per misure di viscoelasticità.

La scelta del tipo di sistema di misura e della dimensione dipende da una serie di fattori legati alle condizioni di prova e alla natura del materiale.

Lo spazio presente tra le piastre, in inglese *gap*, risulta costante ed è regolato dall'utente che effettua la prova, cambiando le impostazioni tramite il software dedicato al reometro e presente nel computer ad esso collegato. Nel caso in esame, è stato utilizzato un gap costante pari a 2 mm (AASHTO T315, 2010).

Per quanto riguarda i parametri che si possono misurare e le correlazioni che sussistono tra di essi, note le dimensioni del provino, ossia raggio r e altezza h, tramite le componenti del reometro, viene imposta una torsione T al piatto che può ruotare, cioè quello superiore, tenendo sempre fermo quello inferiore, e si può quindi valutare una tensione tangenziale media τ:

$$\tau = \frac{3 * T}{\pi * r^3} \tag{3.1}$$

è noto che ad essa poi corrisponda una deformazione non uniforme γ, calcolabile con la seguente espressione, dove φ è l'angolo di deflessione:

$$\gamma = \frac{\varphi * r}{h} \tag{3.2}$$

Nel caso oggetto di studio, il sistema di misura utilizzato è il sistema PP08, quindi con diametro pari a 8 mm: nelle figure che seguono si possono vedere il piatto superiore (immagine a sinistra) e il piatto inferiore (immagine a destra).

Figura 7: Piatto superiore PP8 a sinistra, Serial 8019, Piatto inferiore PP8 a destra

Il software sopra citato presente nel computer si chiama “Rheoplus” ed è sede di tutti gli input che è possibile fornire al reometro per l’impostazione delle prove.

3.2 Materiali

Le prove della sperimentazione oggetto di questo lavoro di tesi sono state effettuate su due tipologie di bitumi, aventi differenti origini e caratteristiche:

- Bitume B1, fornito dall'azienda BITUMTEC (Italia)
- Bitume B2, fornito dall'azienda LAGAN (Irlanda)

Come già esplicitato nel capitolo 2, i bitumi si possono classificare in base al loro grado di penetrazione, effettuando cioè prove di penetrazione standardizzate (norma UNI EN 1426), misurando la penetrazione dell'ago nel bitume analizzato, in dmm. Nel caso in esame, il bitume Lagan risulta avere un suddetto valore pari a 49 1/10 mm (classe 40/60), mentre l'altro pari a 80 1/10 mm (classe 70/100), e questo suggerisce come il primo sia un bitume più rigido, a differenza del secondo, più deformabile a temperatura standard.

Sui materiali sono state condotte innanzitutto analisi preliminari per estrapolarne la composizione chimica e le caratteristiche visco-elastiche, con risultati riportati nel seguito.

Il bitume, per sua natura, può essere rappresentato come un sistema colloidale costituito da una dispersione di micelle solide, detti asfalteni, in un mezzo oleoso di base, costituito da altre componenti, ossia aromatici e saturi. Attorno agli asfalteni si trovano le resine, ossia composti chimici viscosi che attraverso un meccanismo di repulsione elettrostatica svolgono un ruolo peptizzante, fungendo da agenti disperdenti degli asfalteni stessi. Seguendo questo approccio, l'analisi della composizione di un bitume si basa sull'utilizzo di opportune tecniche di frazionamento in gruppi molecolari omogenei, attraverso le quali si determina il tenore dei su citati quattro costituenti fondamentali. Questo viene fatto attraverso vari metodi, come quelli che utilizzano come principi di base per la separazione la

solubilità in diversi solventi, le differenze di peso molecolare o l'individuazione di particolari tipologie chimiche.

Tra i vari metodi sviluppati, nel caso specifico è stata utilizzata una tecnica di frazionamento cromatografica accoppiata ad un rilevatore di fiamma a idrogeno, che ha appunto permesso di classificare i due materiali bituminosi secondo le quantità di componenti (saturi, aromatici, resine e asfalteni) presenti al loro interno. Tale tecnica prevede l'utilizzo di differenti solventi che consentono di separarne le componenti a seconda della diversa polarità. Le molecole polari formano una rete e forniscono al bitume le proprietà elastiche, invece quelle non polari costituiscono un corpo continuo, disposto intorno alla rete, che conferisce al materiale le caratteristiche viscose. Per definizione, gli asfalteni sono la componente più polare del sistema, seguiti dagli aromatici e dalle resine, per finire con i saturi, che costituiscono la frazione meno polare. Di seguito, si riportano i risultati.

Binder	SATURI [%]	AROMATICI [%]	RESINE [%]	ASFALTENI [%]	Totale [%]	IC [-]
B1	6.1	44.1	22.8	26.9	100.0	0.49
B2	5.1	45.4	18.7	30.8	100.0	0.56

Tabella 1 : Analisi di frazionamento S.A.R.A.

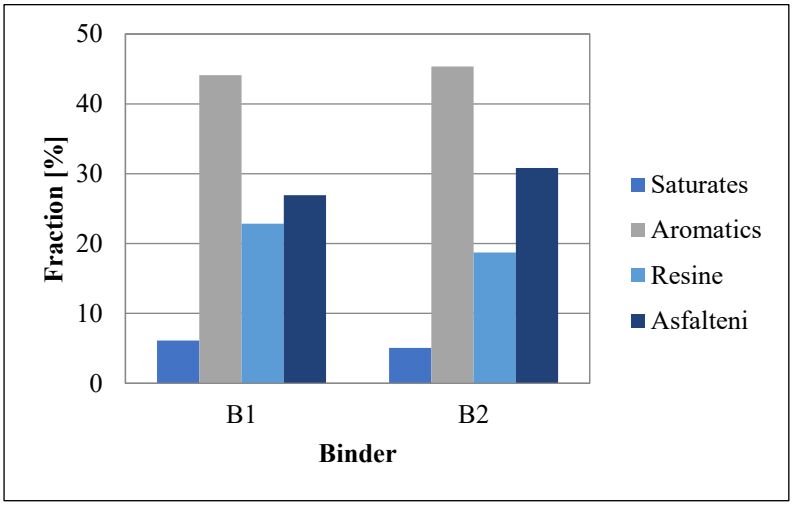

Figura 8: Analisi di frazionamento S.A.R.A.

Osservando sia il grafico a barre che la tabella si evince come il bitume B2 possieda al suo interno la più alta percentuale di Asfalteni (circa il 31%) sebbene di poco superiore a quella del bitume B1, conferendo maggior rigidezza allo stesso. Gli asfalteni, hanno un grande effetto sulle caratteristiche del legante, infatti come conseguenza diretta dell'aumento percentuale di questi all'interno del bitume si può dimostrare una diminuzione del valore di penetrazione, un incremento della viscosità ed innalzamento del punto di rammollimento.

Per quanto riguarda la caratterizzazione viscoelastica lineare, sono state condotte prove di *Frequency Sweep*, ossia a differenti frequenze di carico e differenti temperature in regime oscillatorio sinusoidale.

Una prima rappresentazione dei dati è costituita dal piano di Black o *Black Diagram*, nel quale ogni coppia δ−G* è rappresentativa di una frequenza e di una temperatura. È un piano infatti dove sulle ascisse si trovano gli angoli di fase, espressi in scala lineare, mentre sulle ordinate la norma del modulo complesso in scala logaritmica (Figura 9).

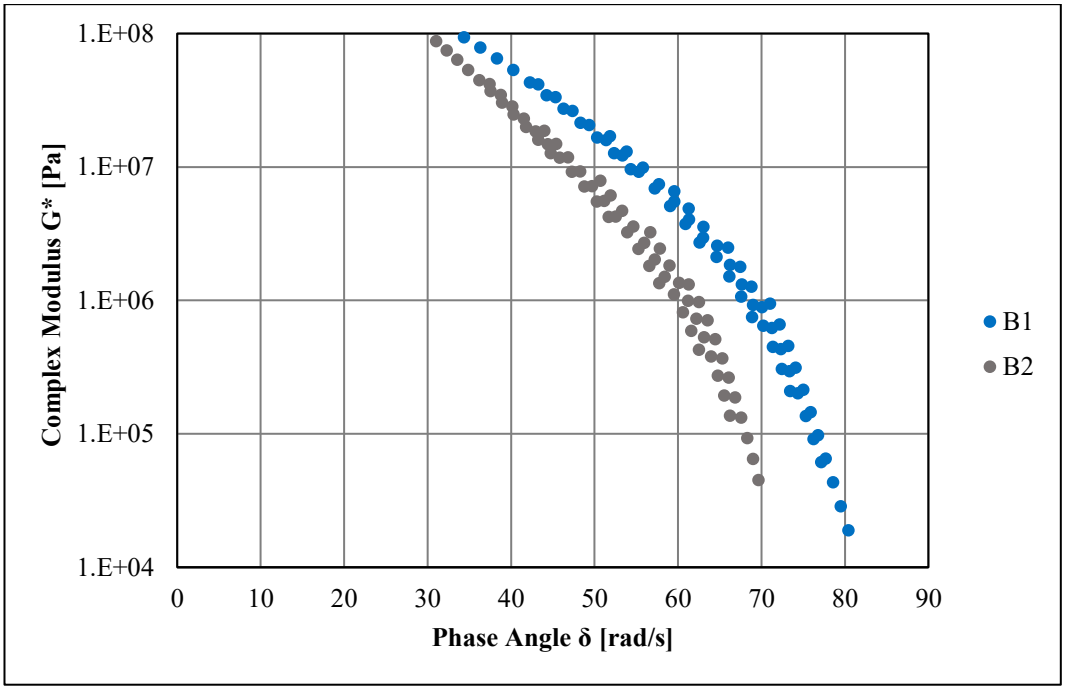

Figura 9: Piano di Black dei due materiali analizzati

Osservando il grafico, si può concludere che, lasciando costante il modulo complesso, il bitume B2 risulti avere un angolo di fase minore del bitume B1. Tale angolo può assumere valori compresi tra 0 e $\pi/2$ e misura il rapporto tra le componenti reversibili e viscose. Al valore 0 corrisponde una condizione di perfetta elasticità mentre in corrispondenza di $\delta=\pi/2$ il materiale si comporta come un fluido viscoso ideale. In questo caso quindi il primo bitume si comporta in maniera più rigida del secondo, che invece si avvicina maggiormente verso comportamento viscoso.

Un'altra importante rappresentazione è quella delle curve maestre, o *master curves*, curve ottenute dalla traslazione dei dati misurati per diverse temperature di prova, che stabiliscono l'andamento della funzione viscoelastica in esame, in un nuovo dominio, più esteso rispetto a quello delle singole curve iniziali e nel quale effetti del tempo e della temperatura coesistono. Esse possono essere così utilizzate per rappresentare il comportamento del materiale in un ampio intervallo di tempi o frequenze di carico, dove l'andamento sperimentale determinato dall'unica curva racchiude entrambi gli effetti del tempo e della temperatura.

La curva maestra presenta una forma caratterizzata dalla concavità rivolta verso il basso e risulta delimitata da una bilatera: l'asintoto orizzontale, definito vetroso, stabilisce la condizione limite elastica e si raggiunge per bassi valori del tempo di applicazione del carico e alti valori di frequenza, mentre quello obliquo a 45 °, stabilisce la condizione limite di fluido viscoso, ed è raggiunta viceversa per alti valori del tempo di applicazione del carico e bassi valori di frequenza.

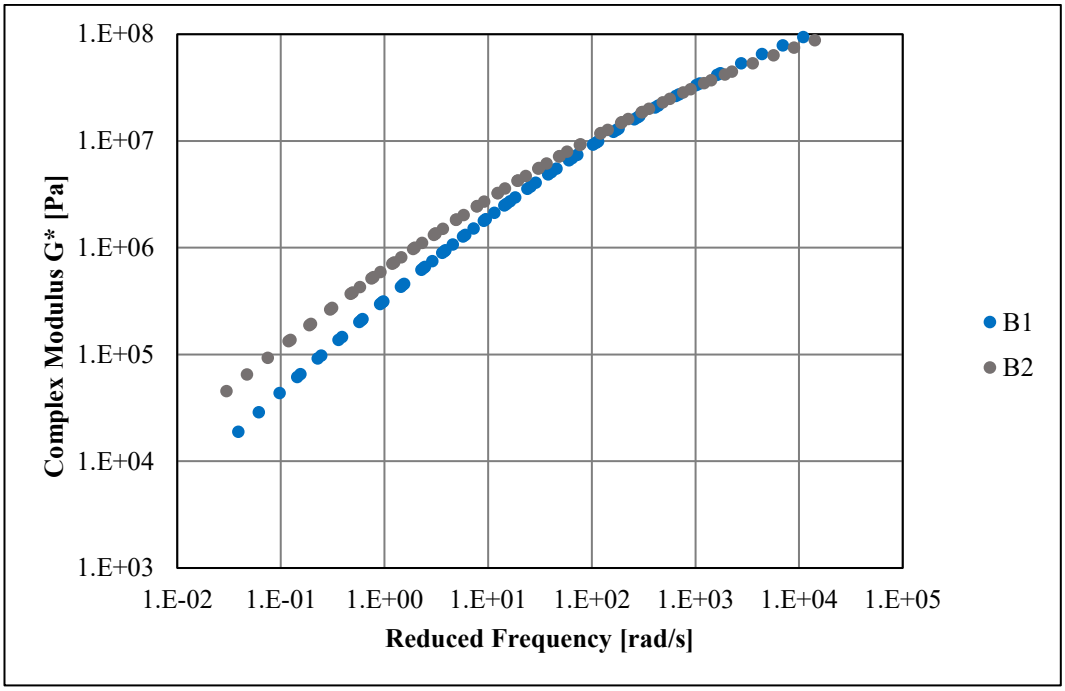

Figura 10: Curve maestre in funzione del Modulo complesso dei due materiali analizzati

Dal grafico si rende evidente come la curva del bitume B2 assuma dei valori di modulo complesso più grandi, rispetto all'altra tipologia di bitume; si può vedere infatti come il B1, alle alte temperature (e perciò basse frequenze), risulti meno rigido. D'altro canto, al crescere della frequenza, i valori di modulo dei due materiali in esame tendono a convergere e per alte frequenze, ovvero basse temperature, si osserva un'inversione di comportamento con il bitume B1 che risulta leggermente più rigido del bitume B2.

3.3 Operazioni preliminari

Il bitume utilizzato per la sperimentazione descritta in questa tesi è stato dapprima prelevato da contenitori cilindrici di latta, per mezzo di una spatola precedentemente riscaldata e poi stoccato secondo il procedimento qui riportato.

Il materiale prelevato è stato messo in forno preriscaldato a 100/130 °C (rispettivamente per il bitume B1 e B2) per 15 minuti, coperto con un foglio di alluminio per evitare fenomeni di ossidazione dovuti alle alte temperature; è stato mescolato accuratamente, con l'obiettivo di omogenizzare il più possibile il materiale e poi inserito di nuovo in forno, sotto le stesse condizioni precedenti (coperto, a T=100/130 °C e t=15'). Una volta terminato anche questo secondo ciclo di riscaldamento, il materiale è stato nuovamente mescolato e successivamente versato all'interno di casseri in silicone di forma rettangolare. Essi poi sono stati lasciati a temperatura ambiente per 5÷10 minuti e poi inseriti in congelatore per altri 5 minuti, coperti anche questa volta con un foglio di alluminio. In ultimo il materiale è stato scasserato, ottenendo delle stecche di bitume riposte in congelatore.

Per ogni test effettuato, il legante è stato prelevato in quantità pari a circa 0,200 g mediante l'utilizzo di una spatola in acciaio ben riscaldata e successivamente posizionato in un cassero di silicone di forma quadrata, con un avvallamento centrale, necessario per l'alloggio del materiale.

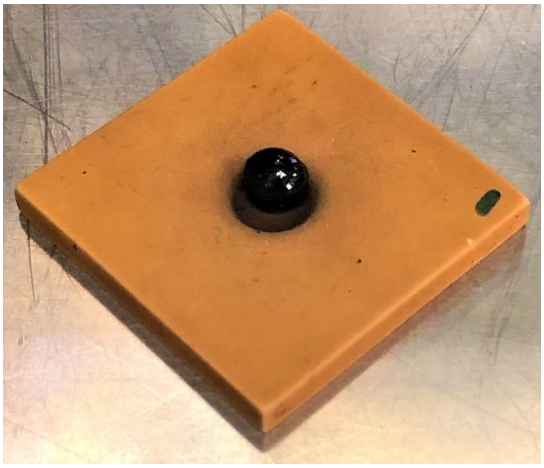

Figura 11: Cassero in silicone con materiale prelevato

Il cassero è stato inserito in forno preriscaldato alla temperatura di 130 °C, per 5 minuti, ottenendo così un provino fluido e perfettamente aderente all'avvallamento del cassero.

Figura 12: Materiale reso fluido in forno

Il provino, lasciato riposare a temperatura ambiente per altri 5 minuti è stato infine inserito in congelatore per 3 minuti, con l'obiettivo di rimuovere lo stesso dal cassero.

Il provino è stato poi appoggiato sul piatto inferiore, come si vede in figura (Figura 13), il quale è stato precedentemente riscaldato a una temperatura di 45/50 °C, per garantire adesione tra il bitume e il piatto stesso.

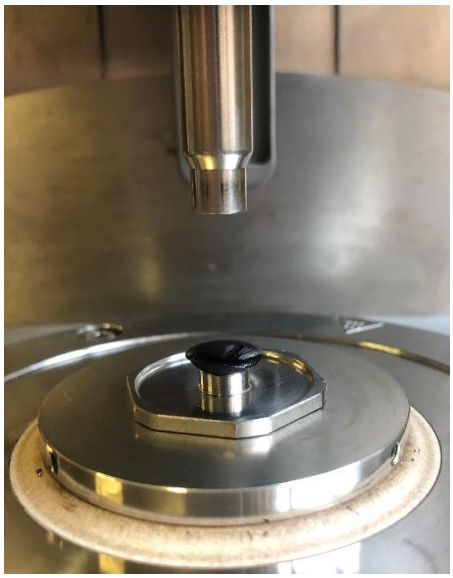

Figura 13: Campione di bitume posto sul piatto inferiore del reometro

Infine, il piatto superiore, anch'esso preriscaldato alla medesima temperatura, è stato abbassato fino a una distanza da quello inferiore di 2.1 mm, in modo tale che il provino tra essi interposto, potesse essere rasato. Tale operazione è stata effettuata attraverso una spatola in acciaio ben riscaldata, passata con cautela per tutto il perimetro, in modo da non danneggiare il campione.

Quest'ultima operazione conclude il processo di preparazione del campione, il quale può essere sottoposto al test di interesse.

3.4 Descrizione dei test

I materiali testati nella sperimentazione descritta in questo elaborato, sono stati sottoposti a differenti prove col fine ultimo di caratterizzarne la capacità autoriparativa.

La prima, propedeutica alle successive, è una prova di *Strain Amplitude Sweep* in cui, a parità di frequenza e temperatura, viene fatta variare l'ampiezza di deformazione. La proprietà di autoriparazione è stata valutata tramite prove di *Time Sweep*, in cui il materiale è stato danneggiato fino ad un livello prestabilito; tale fase è stata seguita da periodi di assenza di carico e successivamente ripresa per valutare le prestazioni finali del materiale. Per tenere in conto di fenomeni di indurimento sterico, che potrebbero manifestarsi a seguito dell'applicazione di fasi di riposo, sono state condotte prove di *Time Sweep*, caratterizzate da un'unica fase di caricamento preceduta dal periodo di riposo di lunghezza prestabilita.

Per ottenere maggiore affidabilità dei risultati, quindi per valutare la ripetibilità delle prove, sono state effettuate due ripetizioni per ciascuna tipologia di prova su ciascun bitume oggetto di studio, fatta eccezione per le prove di *Strain Amplitude Sweep*, per la quale sono state effettuate tre ripetizioni. Qui di seguito si riportano le descrizioni dettagliate di tutte le prove sopra menzionate.

3.4.1 Strain Amplitude Sweep Test

Per spiegare la motivazione per cui devono essere effettuate prove di *Strain Amplitude Sweep* prima delle altre, occorre analizzare il comportamento del legante bituminoso, in particolare la relazione che intercorre tra la norma del modulo complesso e le deformazioni: è noto infatti che il suo andamento sia lineare fino a un certo valore di deformazione, chiamato limite di viscoelasticità lineare (LVE). Superato questo limite, è riconoscibile come la risposta assuma caratteristiche di

non linearità. La definizione di tale limite è stata fatta considerando un valore arbitrario di riduzione del modulo dinamico, scelto pari a 5%.

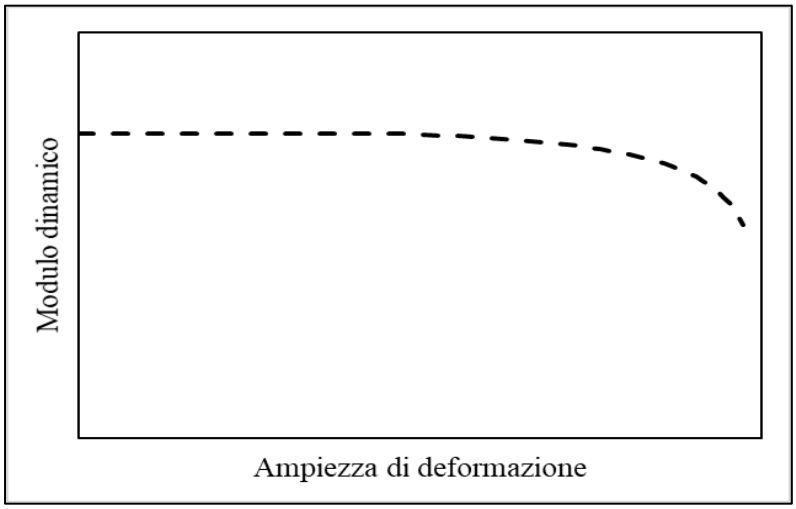

Figura 14: Grafico esplicativo della relazione modulo dinamico - deformazioni

Dalla figura si può vedere l'andamento tipico su di un piano bi-logaritmico delle deformazioni, sulle ascisse, e del modulo dinamico, sulle ordinate.

Per limitare la durata dei test, quindi per esigenze di tempistiche di laboratorio e inoltre per avere comunque un buon livello di danneggiamento del materiale, si sceglie di utilizzare un valore di deformazione superiore al limite di linearità definito precedentemente e uguale per entrambi i materiali (motivo di questa scelta la volontà di essere consistenti nei successivi confronti tra i bitumi stessi). Occorre notare come tale limite possa variare al variare della temperatura e per tale motivo al variare della temperatura adottata nella prova di *Time sweep*, corrisponda un valore di deformazione limite differente. Questo concetto verrà ripreso e approfondito nel corso del capitolo sull'analisi dei dati.

La prova di *Strain Amplitude Sweep* è stata sviluppata in due fasi come di seguito descritto:

1. Condizionamento del campione, a temperatura costante e alla frequenza di 10 Hz per 30 minuti. Durante tale fase, si monitorano le caratteristiche del

materiale applicando una deformazione piccola in campo LVE e pari a 0.1%. Questa fase garantisce condizioni di prova stazionarie.

2. Prova in controllo di deformazioni, che vengono fatte variare tra un minimo di 0,01% e un massimo di 100%, alla frequenza di 10Hz. Il tempo di elaborazione dati della macchina è libero e non imposto. Al fine di evitare il superamento dei limiti strumentali, si impone l'immediata interruzione della prova qualora si raggiunga un momento torcente superiore a 180mNm.

Attraverso i dati che sono restituiti dal reometro, ossia le deformazioni e la norma del modulo complesso, è stato quindi possibile calcolare il limite di viscoelasticità lineare per le due tipologie di bitume analizzati.

3.4.2 Time Sweep Test – Presenza di pre-danneggiamento

La prova vera e propria attraverso la quale è possibile valutare il fenomeno dell'autoriparazione, è una prova in cui sono presenti due *Time Sweep*, la prima delle quali interrotta a specifici valori di danneggiamento, intervallate da una fase di assenza di carico di durata prefissata. Ciò descrive nella maniera più veritiera possibile ciò che succede nella realtà ad una pavimentazione stradale, ossia fasi di carico intervallate da un momento di carico nullo, il cosiddetto tempo di riposo.

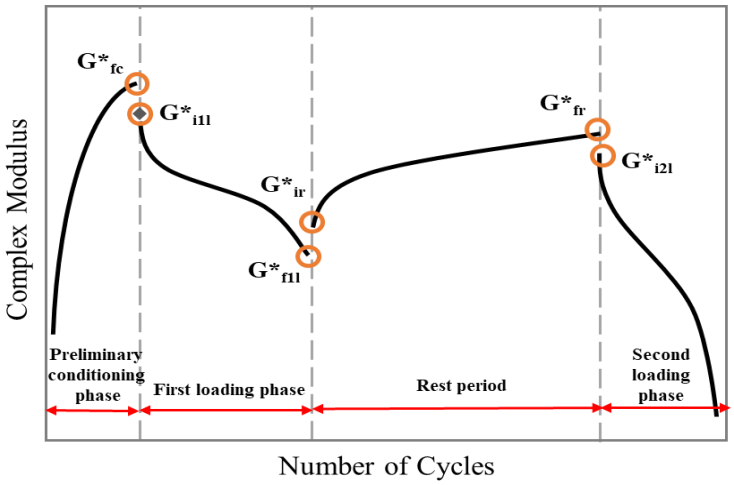

Figura 15: Andamento tipo di una prova Time Sweep in presenza di pre-danneggiamento

In figura è rappresentato l'andamento tipo di questa prova che, come si vede, è composta da una prima fase di condizionamento, avente le stesse caratteristiche di quella contenuta nella prova di *Strain Amplitude Sweep* e da tre successive fasi:

1. Prima fase di carico, condotta a temperatura, frequenza e deformazione costante: essa viene interrotta in corrispondenza di un certo valore di abbattimento del modulo dinamico, il quale viene scelto prima di effettuare la prova (in base all'obiettivo da perseguire). Si simulano infatti vari livelli di danneggiamento, per simulare condizioni differenti del materiale.
2. Unica fase di riposo, anch'essa condotta a temperatura, frequenza e deformazione costante, introducendo anche un'altra variabile fissa, ossia la durata di tale riposo: sono state scelte infatti durate variabili di questo tempo di non danneggiamento del materiale, in modo da valutarne l'influenza. Lo scopo dell'inserimento di questo step, come già detto nei capitoli precedenti, è quello di simulare ciò che avviene nella realtà e di conseguenza dare modo al legante bituminoso di autoripararsi, controllando l'evolversi delle sue proprietà meccaniche. Siccome il reometro lavora in controllo di tensione, ma qui gli viene imposto di operare in controllo di deformazione, occorre comunque fornire allo stesso un input di deformazione, seppur piccolo, come in questo caso, per monitorare e allo stesso tempo non danneggiare il materiale.
3. Seconda fase di carico, anche in questo caso a temperatura, frequenza e deformazione costante: per mezzo di questa, il campione arriva a rottura.

A tali fasi appena descritte corrispondono dei punti caratteristici evidenziati in figura (Figura 15), ossia:

- G^*_{fc} rappresenta il valore della norma del modulo complesso alla fine del condizionamento
- G^*_{i1l} rappresenta il valore della norma del modulo complesso all'inizio della prima fase di carico (*loading*)

- G^*_{f1l} rappresenta il valore della norma del modulo complesso alla fine della prima fase di carico (*loading*)
- G^*_{ir} rappresenta il valore della norma del modulo complesso all'inizio della fase di riposo
- G^*_{fr} rappresenta il valore della norma del modulo complesso alla fine della fase di riposo
- G^*_{i2l} rappresenta il valore della norma del modulo complesso all'inizio della seconda fase di carico (*loading*)

Volendo entrare nello specifico dei parametri di input utilizzati nelle varie fasi, si elencano nuovamente le fasi, con i rispettivi valori.

1. Condizionamento del campione, a temperatura costante e alla frequenza di 10 Hz per 30 minuti. Durante tale fase, si monitorano le caratteristiche del materiale applicando una deformazione piccola in campo LVE e pari a 0.1%. Questa fase garantisce condizioni di prova stazionarie. Inoltre, si impone alla macchina di prova di misurare un punto alla fine dei 30 minuti: esso è misurato a temperatura pari a quella di prova, stessa frequenza, ma ad un valore di deformazione maggiore, pari a quello delle successive fasi di carico. Lo strumento quindi acquisisce un punto restituendo il valore di *shear stress* τ_0, che si ipotizza essere privo di danneggiamento.
2. Prima fase di carico, a temperatura costante, frequenza di 10 Hz e deformazione pari a quella stabilita successivamente al calcolo della regione LVE. Non si impone al reometro un intervallo di misura di punti (*no time setting*), ma si stabilisce che questa fase termini quando sia raggiunto un certo valore di abbattimento della tensione τ_0. Nello specifico, il nuovo valore di τ^* da inserire nelle opzioni all'interno del software "RheoPlus" ("*Event control – Jump forward by x intervals*"), è pari alla τ_0 moltiplicata per il complemento all'unità della percentuale di abbattimento.
3. Fase unica di riposo, a temperatura costante, frequenza pari a 10 Hz, deformazione pari a 0.1% (uguale a quella imposta nella fase di

condizionamento) e della durata prestabilita. Si impone alla macchina di misurare un punto ogni 0.5 minuti, ottenendo così un totale di punti pari a 2 volte i minuti di durata della fase.

4. Seconda fase di carico, a temperatura costante, frequenza di 10 Hz e deformazione pari a quella stabilita successivamente al calcolo della regione LVE: essa si conclude quando si raggiunge un valore della tensione pari a una percentuale residua della tensione tangenziale τ_0. Non si impone alla macchina un intervallo di misura di punti, come nella precedente fase di carico (*no time setting*).

3.4.3 Time Sweep Test – Assenza di pre-danneggiamento

La terza tipologia di prova risulta molto importante per la caratterizzazione della proprietà dei leganti bituminosi di autoriparazione, poiché rende possibile la presa in considerazione del contributo di indurimento sterico, fenomeno intrinseco del materiale e già precedentemente descritto. La prova di *Time Sweep* in assenza di pre-danno è stata sviluppata in tre fasi come di seguito descritto:

1. Condizionamento del campione, a temperatura costante e alla frequenza di 10 Hz per 30 minuti. Durante tale fase, si monitorano le caratteristiche del materiale applicando una deformazione piccola in campo LVE e pari a 0.1%. Questa fase garantisce condizioni di prova stazionarie. Inoltre, si impone alla macchina di prova di misurare un punto alla fine dei 30 minuti: esso è misurato a temperatura pari a quella di prova, stessa frequenza, ma ad un valore di deformazione maggiore, pari a quello delle successive fasi di carico. Lo strumento quindi acquisisce un punto restituendo il valore di *shear stress* τ_0, che si ipotizza essere privo di danneggiamento.
2. Fase unica di riposo, a temperatura costante, frequenza pari a 10 Hz, deformazione pari a 0.1% (uguale a quella imposta nella fase di condizionamento) e della durata prefissata.

3. Fase unica di carico, a temperatura costante, frequenza di 10 Hz e deformazione pari a quella stabilita successivamente al calcolo della regione LVE: essa si conclude quando si raggiunge un valore della tensione pari a una percentuale residua della tensione tangenziale τ_0. Non si impone alla macchina un intervallo di misura di punti, come nella precedente fase di carico (*no time setting*).

L'andamento tipico di questa tipologia di prova è quello rappresentato nella figura che segue.

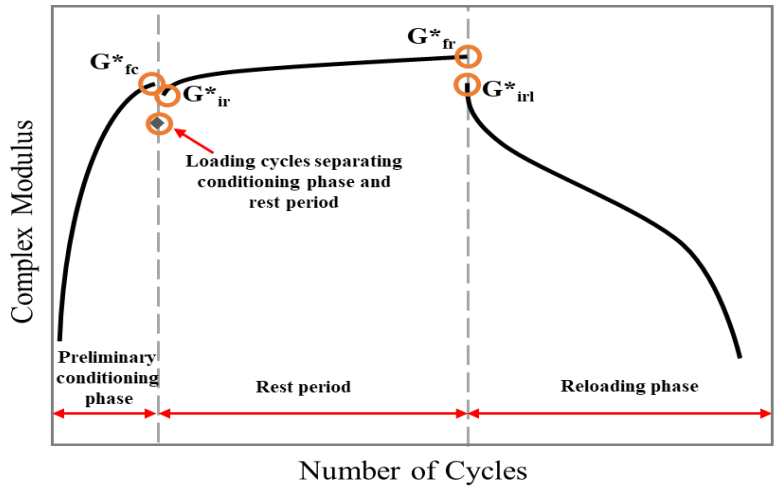

Figura 16: Andamento tipo di una prova di Time Sweep in assenza di pre-danneggiamento

In figura inoltre si evidenziano dei punti caratteristici associati alle fasi precedentemente descritte, ossia:

- G^*_{fc} rappresenta il valore della norma del modulo complesso alla fine del condizionamento
- Punto acquisito dopo la fase di condizionamento ad un valore di deformazione pari a quello della successiva fase di carico (*Loading cycles separating conditioning phase and rest period*)
- G^*_{ir} rappresenta il valore della norma del modulo complesso all'inizio della fase di riposo

- G^*_{fr} rappresenta il valore della norma del modulo complesso alla fine della fase di riposo
- G^*_{irl} rappresenta il valore della norma del modulo complesso all'inizio della fase di carico finale (*reloading*)

L'obiettivo di questo elaborato di tesi è stato quello di valutare l'influenza della variazione di due parametri all'interno delle prove effettuate: la temperatura e la durata del periodo di riposo. È già stato in precedenza sottolineato il forte legame che questi due fattori abbiano con la proprietà di autoriparazione dei leganti bituminosi, sia in termini di natura del bitume stesso (strettamente collegata alla temperatura a cui è sottoposto), sia in termini di velocità di recupero delle sue proprietà (legata alla durata del periodo di carico nullo).

Per quanto concerne la temperatura, in letteratura si ritrova come al crescere della stessa nelle varie prove effettuate, il meccanismo di rottura si trasformi da coesivo a totalmente fluido [19]. In questo studio infatti sono stati esaminati diversi campioni di bitume, sottoposti a diverse temperature di prova, partendo da una temperatura di 5 °C, passando poi a 10, 15, 25 e 35 °C (Figura 17).

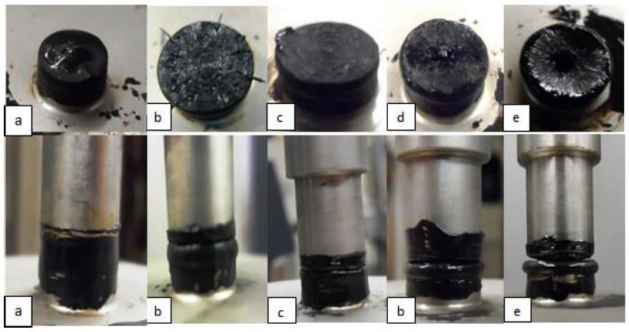

Figura 17: Campione di bitume testato a a)5°C, b)10°C, c)15°C, d)25°C e e)35°C [7]

Come si può vedere anche in figura, ad una temperatura di 5 °C, si ottiene una rottura adesiva del campione, mentre in un range di temperatura tra 10 e 30 °C, essa risulta essere coesiva con presenza di leggero flusso all'aumentare della

temperatura. Ne consegue che il valore della norma del modulo complesso G*, sia consigliabile essere nell'intervallo 10 – 50 MPa.

Prendendo spunto da questo articolo, le temperature selezionate sono state 10 °C e 20 °C costanti durante l'intera prova (tra le fasi di carico e di riposo). A fianco a questo set di prove a temperatura costante, sono state effettuate anche prove in cui essa è stata imposta pari a 10 °C per le fasi di carico in modo tale da ottenere una rottura coesiva, e aumentata durante il periodo di riposo: nello specifico imposta pari a 10, 20 e 30 °C.

Si riportano qui di seguito due tabelle riassuntive, una per ciascuna tipologia di bitume testato, in cui sono illustrate tutte le prove effettuate, le quali sono combinazione di tre parametri considerati: la temperatura delle fasi di carico di e riposo, la durata della fase di riposo e il danneggiamento cui il campione è sottoposto nella prima fase di carico.

T	B1								
	ΔG = 0%			ΔG = 35%			ΔG = 50%		
	t = 2h	t = 4h	t = 6h	t = 2h	t = 4h	t = 6h	t = 2h	t = 4h	t = 6h
T_f= 20 °C, T_r = 20 °C	✓	✓	✓	✓	✓	✓	-	-	-
T_f= 10 °C, T_r = 10 °C	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	-	-
T_f= 10 °C, T_r = 20 °C	✓	-	-	✓	-	-	✓	-	-
T_f= 10 °C, T_r = 30 °C	✓	-	-	✓	-	-	✓	-	-

Tabella 2: Prove effettuate su Bitume B1

T	B2								
	ΔG = 0%			ΔG = 35%			ΔG = 50%		
	t = 2h	t = 4h	t = 6h	t = 2h	t = 4h	t = 6h	t = 2h	t = 4h	t = 6h
T_f= 20 °C, T_r = 20 °C	✓	✓	✓	✓	✓	✓	-	-	-
T_f= 10 °C, T_r = 10 °C	✓	-	-	✓	-	-	✓	-	-
T_f= 10 °C, T_r = 20 °C	✓	-	-	✓	-	-	✓	-	-
T_f= 10 °C, T_r = 30 °C	✓	-	-	✓	-	-	✓	-	-

Tabella 3: Prove effettuate su Bitume B2

Dove:

- B1 = Bitume 70/100
- B2 = Bitume 40/60
- T_f = Temperatura adottata durante le fasi di carico [°C]
- T_r = Temperatura adottata durante la fase di riposo [°C]
- ΔG = Danneggiamento a cui il campione è sottoposto [%]
- t = durata della fase di riposo [h]

Dalle tabelle è possibile notare come non tutte le combinazioni possibili tra i vari parametri siano state adottate nelle prove effettuate in questo elaborato di tesi, si rimanda perciò ad altre sperimentazioni il compito di completare la matrice delle prove ed eventualmente ampliarla.

4. ANALISI DATI

4. ANALISI DATI

Il presente capitolo è dedicato all'analisi dei risultati, i quali sono stati maneggiati al fine di ottenere degli indici che potessero dare un'indicazione della prestazione dei materiali oggetto di studio.

4.1 Strain Amplitude Sweep Test

Come precedentemente descritto, la prova di *Strain Amplitude Sweep* consente di individuare il limite di viscoelasticità lineare (LVE), ossia il valore di deformazione, indicato con γ, che corrisponde al passaggio da un comportamento viscoelastico lineare ad uno non lineare del materiale.

Occorre notare come il limite di viscoelasticità lineare possa variare al variare della temperatura e per tale motivo a seconda della temperatura adottata nella prova di *Time sweep*, il valore di deformazione imposto sarà differente. Proprio legato a quest'ultimo concetto, ossia lo stretto legame con la temperatura, qui nel seguito verranno distinti due valori di γ, corrispondenti ad altrettanti valori di temperatura, ossia T=10 °C e T=20 °C, scelti come valori di riferimento per le successive fasi di carico nelle prove di *Time Sweep*. Sono state effettuate tre ripetizioni per ciascun tipo di bitume e infine ne è stata considerata la media dei tre valori ottenuti. Di seguito si riportano i risultati ottenuti.

- Temperatura di prova pari a 10 °C

Bitume B1				
Ripetizione	**$\|G_0^*\|$ [kPa]**	**$\|G_0^*-\Delta G^*\|$ [kPa]**	**γ [%]**	**LVE [%]**
1	37386	35516	1.25	**1.34**
2	40369	38351	1.22	
3	43682	41498	1.53	

Tabella 4 : Risultati test di Strain Amplitude Sweep Bitume B1, T=10 °C

Bitume B2				
Ripetizione	**$\|G_0^*\|$ [kPa]**	**$\|G_0^*-\Delta G^*\|$ [kPa]**	**γ [%]**	**LVE [%]**
1	35348	33580	1.26	**1.48**
2	33967	32269	1.54	
3	34412	32691	1.65	

Tabella 5: Risultati test di Strain Amplitude Sweep Bitume B2, T=10 °C

Per limitare le durate dei test, è stato scelto per le successive prove di utilizzare un valore di deformazione superiore al limite di linearità e uguale per entrambi i materiali (motivo di questa scelta la volontà di essere consistenti nei successivi confronti tra i bitumi stessi). Quindi in definitiva è stato scelto come valore di riferimento per le prove effettuate a una temperatura di prova pari a 10 °C, un valore pari a 2%, uguale per entrambe le tipologie di bitume.

Si riportano inoltre per completezza i grafici con gli andamenti delle tre ripetizioni effettuate per ciascun bitume, nei quali si trovano in ascissa i valori delle deformazioni γ, in scala logaritmica, e in ordinata quelli della norma del modulo complesso |G*|, in scala lineare.

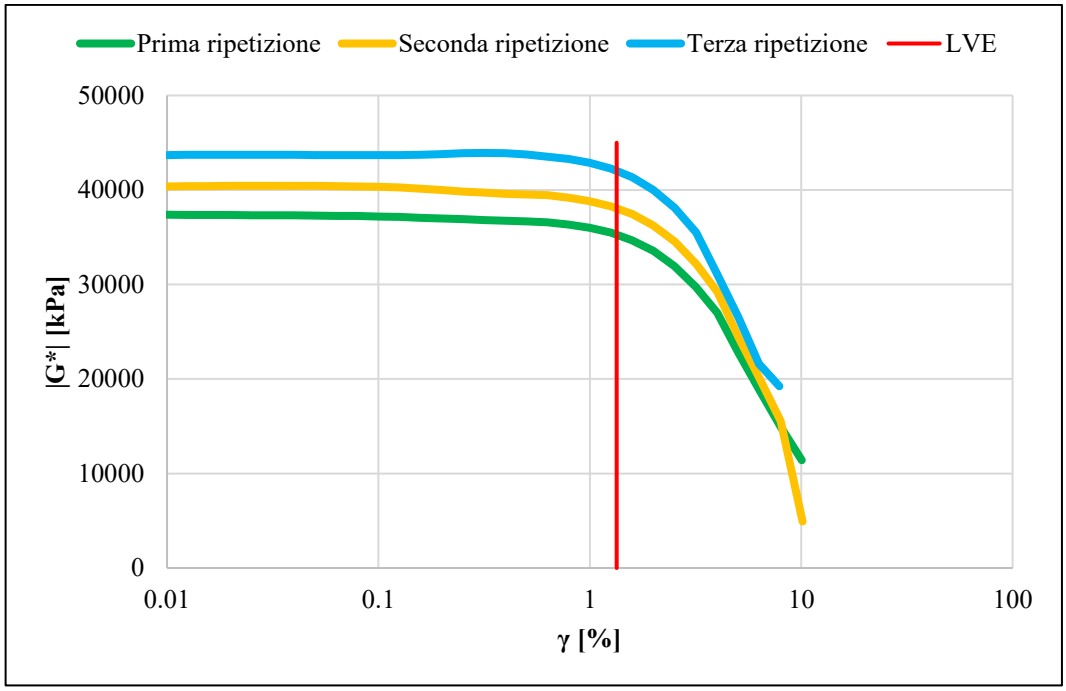

Figura 18: Andamenti prove di Strain Amplitude Sweep Bitume B1, T=10 °C

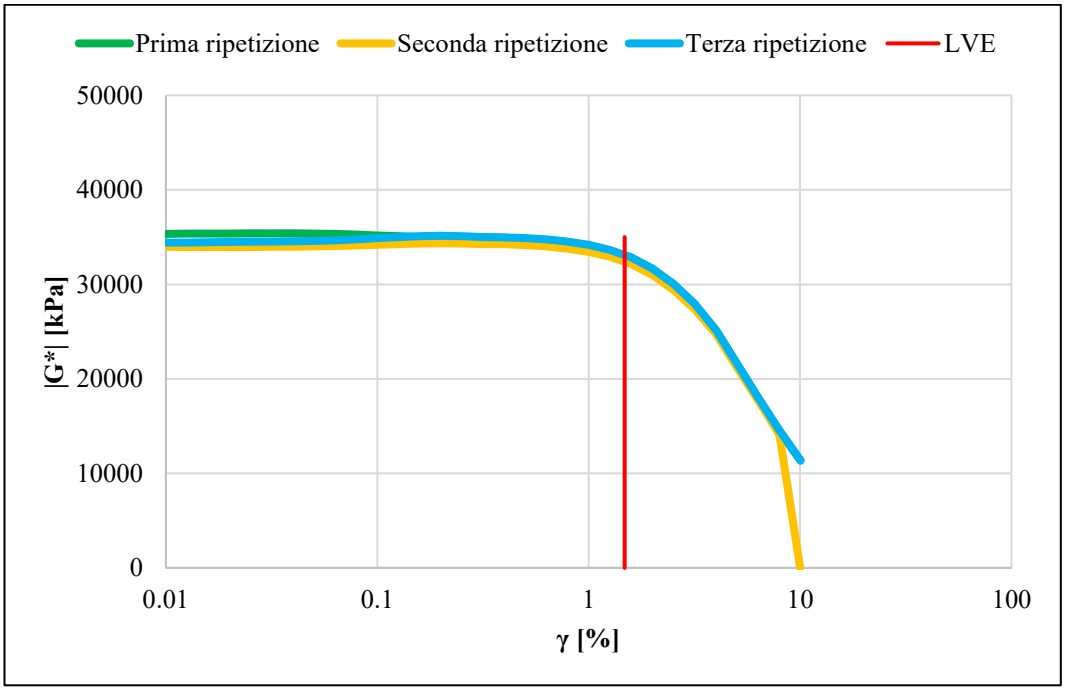

Figura 19: Andamenti prove di Strain Amplitude Sweep Bitume B2, T=10 °C

- Temperatura di prova pari a 20 °C

Bitume B1				
Ripetizione	**$\|G_0^*\|$ [kPa]**	**$\|G_0^*-\Delta G^*\|$ [kPa]**	**γ [%]**	**LVE [%]**
1	6574	6245	2.10	**2.59**
2	4905	4659	2.62	
3	6230	5919	3.06	

Tabella 6: Risultati test di Strain Amplitude Sweep Bitume B1, T=20 °C

Bitume B2				
Ripetizione	**$\|G_0^*\|$ [kPa]**	**$\|G_0^*-\Delta G^*\|$ [kPa]**	**γ [%]**	**LVE [%]**
1	8121	7715	1.66	**1.72**
2	7686	7302	1.74	
3	8187	7777	1.75	

Tabella 7: Risultati test di Strain Amplitude Sweep Bitume B2, T=20 °C

Analogamente a quanto fatto per la temperatura di 10 °C, il valore di deformazione scelto è stato incrementato rispetto ai valori ottenuti e risulta essere pari a 3%, uguale per entrambe le tipologie di bitume.

Si riportano inoltre per completezza i grafici con gli andamenti delle tre ripetizioni effettuate per ciascun bitume, nei quali si trovano in ascissa i valori delle deformazioni γ, in scala logaritmica, e in ordinata quelli della norma del modulo complesso |G*|, in scala lineare.

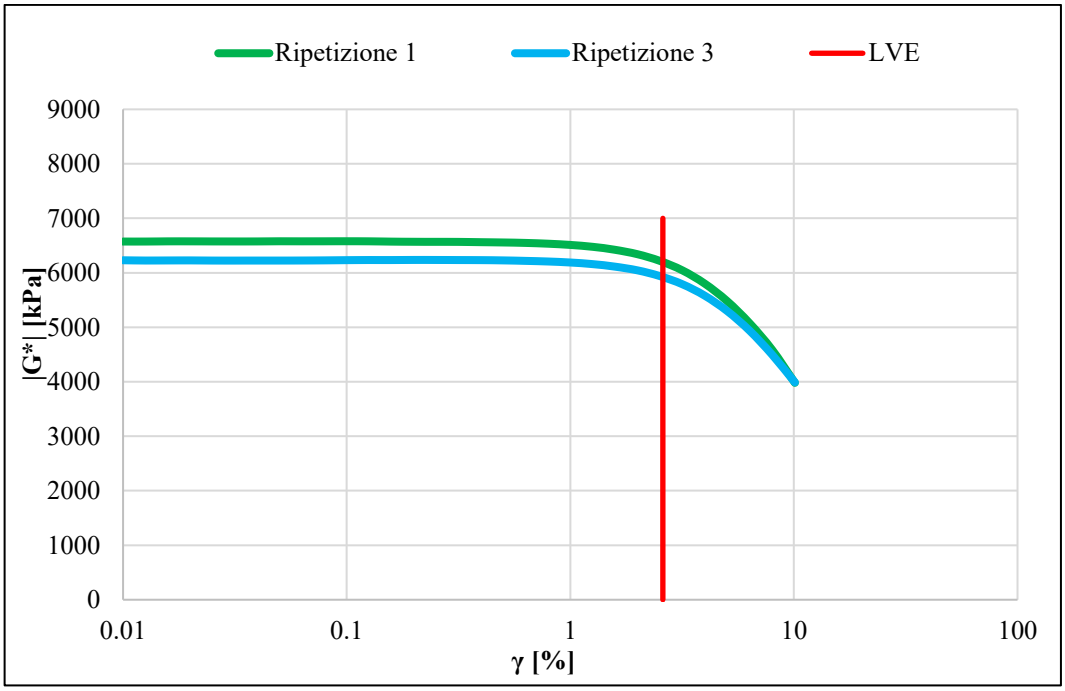

Figura 20: Andamenti prove di Strain Amplitude Sweep Bitume B1, T=20 °C

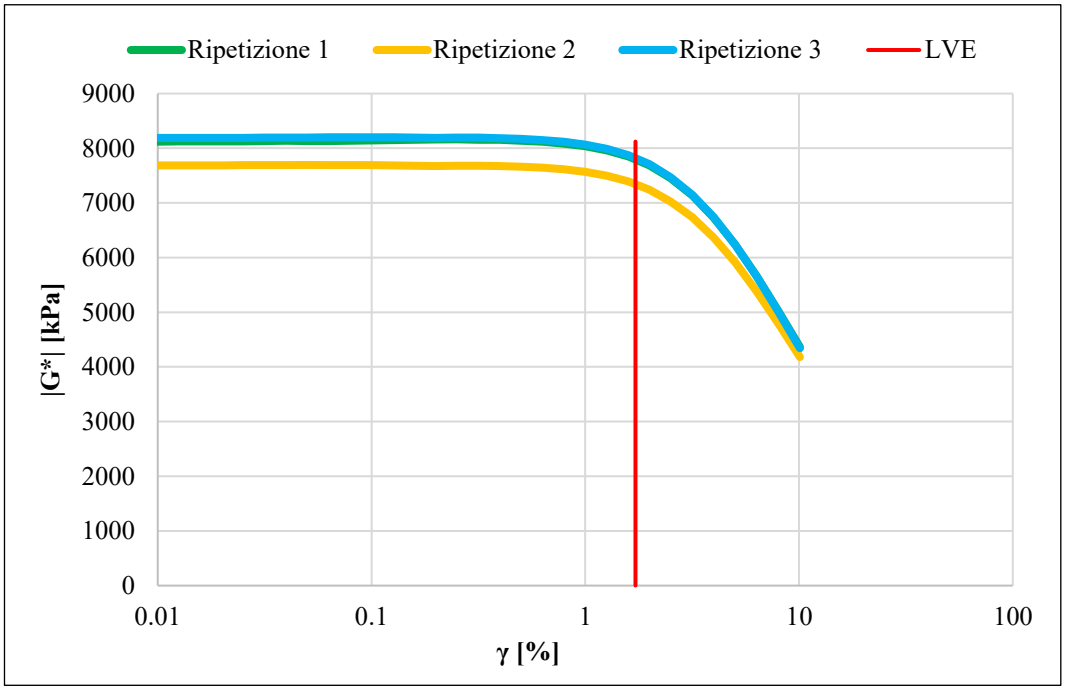

Figura 21: Andamenti prove di Strain Amplitude Sweep Bitume B2, T=20 °C

4.2 Time Sweep Test – Presenza/assenza di pre-danneggiamento

L'elaborazione dei dati di entrambe le tipologie di prove è stata effettuata attraverso la valutazione dell'andamento della norma del modulo complesso |G*| [kPa] in funzione del numero di cicli [-]. Essi si possono calcolare utilizzando i dati di tempo *t* [s] e di frequenza *f* [Hz], legati dalla seguente espressione:

$$N_{cicli} = (t_i - t_{i-1}) * f \tag{4.2.1}$$

A partire dal singolo valore poi è stato possibile calcolare il valore cumulato del numero di cicli, come qui di seguito riportato:

$$SN_{cicli} = \sum N_{cicli} \tag{4.2.2}$$

Nell'analisi ed elaborazione dei dati effettuata in questo lavoro di tesi, l'obiettivo principale è stato quello di definire e valutare un indice di *Self-Healing*, che potesse quantificare in qualche modo la capacità di autoriparazione mostrata sperimentalmente dalle due tipologie di bitume. Questo indice è stato valutato in relazione proprio al numero di cicli ed è stato calcolato attraverso il seguente rapporto:

$$HI\ (N) = \frac{N_{rec}}{N_0} \tag{4.2.3}$$

Dove N_{rec} definisce il numero di cicli di carico applicati tra l'inizio della seconda fase di carico e il punto in cui il modulo dinamico assume il valore che si registra alla fine della prima fase di carico e N_0 è stato considerato come il numero di cicli che nella prima fase di carico porta il materiale al valore di modulo dinamico fissato per misurare un determinato livello di danneggiamento. Di seguito si riporta una rappresentazione grafica per meglio comprendere il suddetto indice.

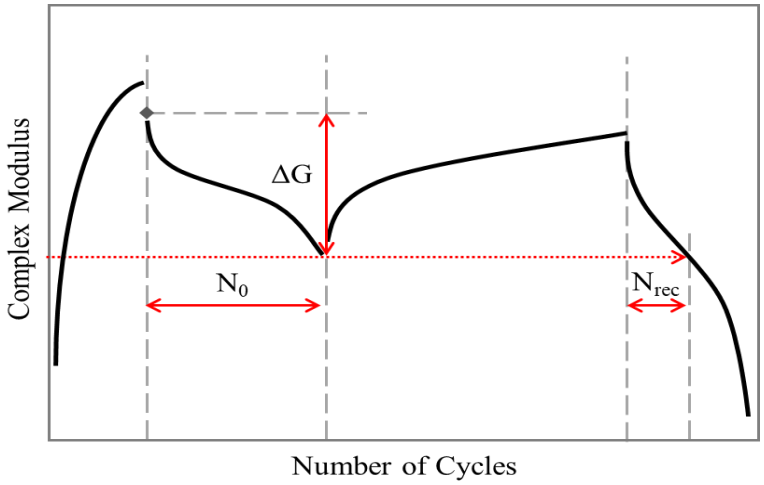

Figura 22: Rappresentazione grafica di N_{rec} e N_0

Da un punto di vista teorico, ci si aspetta che tale indice possa variare tra 0 e 1, assumendo valore 0, nel caso in cui N_{rec} sia nullo (assenza di recupero); valore pari a 1 (equivalente a 100%) nel caso in cui N_{rec} sia pari a N_0, ossia qualora il materiale sia riuscito a recuperare la totalità delle proprie caratteristiche meccaniche iniziali.

Per tenere tuttavia in considerazione il fenomeno, già descritto, dell'indurimento sterico, occorre trovare un artificio per depurare l'indice suddetto da ciò che rappresenta un recupero legato a un mero riarrangiamento delle molecole del materiale e non alle sue capacità autoriparative. Partendo sempre da una considerazione teorica, il numero di cicli recuperato N_{rec} è dato da due contributi: un recupero di cicli dovuto allo *Steric hardening* e uno dato dalla capacità del materiale di autoripararsi. D'altro canto, il numero di cicli N_0, si assume essere non affetto da indurimento sterico in quanto legato alla prima fase di carico, differentemente da N_{rec} che è legato alla seconda fase di carico, quindi successivamente all'applicazione di un periodo di riposo grazie al quale il materiale potrebbe essere soggetto a indurimento sterico. Sulla base di tali considerazioni, i due possibili modi di procedere sono stati: ridurre il valore N_{rec} per renderlo confrontabile con N_0, oppure incrementare il valore di N_0 per renderlo confrontabile

con N_{rec}. Quest'ultimo modo di procedere è stato adottato in fase sperimentale ed è stato calcolato un nuovo indice, che si crede rappresentare la vera percentuale di autoriparazione del materiale, nel modo che segue:

$$HI\ (N) = \frac{N_{rec}}{N_{SH}} \tag{4.2.4}$$

dove questa volta a denominatore si trova N_{SH}, ossia il valore del numero di cicli corrispondente ad una riduzione prestabilita del modulo dinamico, da ricercarsi nella fase di carico (unica prevista dalla prova) della prova di *Time Sweep* in assenza di pre-danneggiamento. Per meglio comprendere tale indice, si riporta di seguito una rappresentazione schematica.

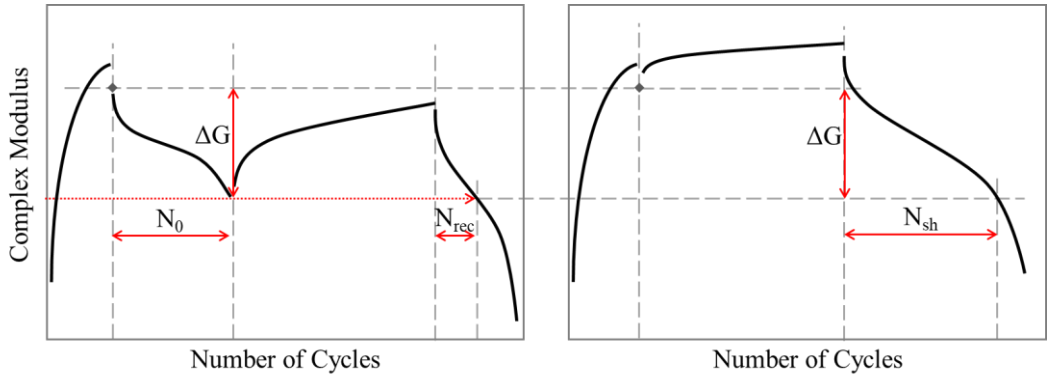

Figura 23: Rappresentazione grafica di N_{rec}, N_0 e N_{SH}

Nei paragrafi successivi, vengono presentati e argomentati i risultati, distinguendo i due filoni affrontati e relativi all'effetto della temperatura e della durata del periodo di riposo.

4.2.1 Influenza della durata del periodo di riposo

In questa sezione è stato analizzato l'effetto della durata del periodo di riposo, mantenendo costante la temperatura nelle due tipologie di fasi, carico e riposo.

Sono state infatti effettuate prove di *Time Sweep*, in condizioni di danneggiamento e non del campione e il recupero è stato valutato in termini di numero di cicli N, come esposto precedentemente, e della norma del modulo complesso G*, di cui si esporrà la trattazione nel seguito.

Al fine di rientrare entro i limiti di laboratorio, le durate del periodo di riposo prescelte sono state le seguenti:

- $t = 2h$
- $t = 4h$
- $t = 6h$

L'indice di recupero basato sulla norma del modulo complesso G*, è stato valutato come segue:

$$HI\ (G^*)_{x\%} = \frac{(\overline{G^*(t)} - \overline{G^*_{ir}})_{x\%}}{(\overline{G^*_{fc}} - \overline{G^*_{ir}})_{x\%}} \qquad (4.2.1.1)$$

Dove $\overline{G^*(t)}$ rappresenta il generico valore del modulo complesso durante la fase di riposo in funzione del tempo, $\overline{G^*_{ir}}$ rappresenta il valore del modulo complesso registrato all'inizio della fase di riposo e $\overline{G^*_{fc}}$ quello registrato alla fine della fase di condizionamento. Tutti i valori sono mediati tra le due ripetizioni effettuate. Il pedice $x\%$ indica la generica percentuale di abbattimento del modulo a cui il campione è sottoposto nelle varie prove fatte in condizioni di danneggiamento.

Analogamente a quanto fatto per l'indice valutato in termini di numero di cicli, occorre anche in questo caso tenere in considerazione il fenomeno dell'indurimento sterico. Nello specifico, dalle prove di *Time Sweep* in assenza di pre-danneggiamento è stato valutato l'incremento di modulo durante la fase di riposo che è stato sottratto all'incremento di modulo registrato nelle prove di *Time Sweep* in presenza di pre-danneggiamento, come esplicitato nel seguito. La formula seguente è analoga a quella precedente, ma il pedice in questo caso è indicato con 0%, in quanto si intende riferito a prove in assenza di pre-danneggiamento.

$$HI\ (G^*)_{0\%} = \frac{(\overline{G^*(t)} - \overline{G^*_{ir}})_{0\%}}{(\overline{G^*_{fc}} - \overline{G^*_{ir}})_{x\%}} \qquad (4.2.1.2)$$

Per far ciò, è stata effettuata una modellazione della cinetica del recupero/incremento del modulo dinamico, tramite il modello di cui l'espressione matematica generica è riportata di seguito:

$$\Delta(t) = \Delta_\infty * \left(1 - \frac{1}{\exp\,(\alpha * t)}\right)^\beta \qquad (4.2.1.3)$$

dove $\Delta(t)$ è la variazione della grandezza in esame nel tempo, α e β rappresentano parametri di regressione non lineare e descrivono la forma della curva, mentre Δ_∞ indica il valore asintotico a cui la grandezza in esame tende dopo un tempo infinito.

Per applicare correttamente il modello di cui sopra, per prima cosa è stato necessario modellare i dati provenienti dalle prove in condizioni di danneggiamento nullo, nel modo seguente:

$$\Delta G(t) = \Delta G_{\infty,SH} * \left(1 - \frac{1}{\exp(\alpha * t)}\right)^{\beta} \tag{4.2.1.4}$$

Dove, come sopra, α e β rappresentano parametri di regressione non lineare e descrivono la forma della curva e $\Delta G_{\infty,SH}$ indica il valore asintotico a cui il modulo dinamico tende dopo un tempo di riposo infinito, a causa di fenomeni di indurimento sterico. A questo punto è stata valutato l'incremento della norma del modulo complesso ottenuto dalle prove in condizioni di danneggiamento, considerato che esso stesso è dato dai due contributi, ossia l'autoriparazione e l'indurimento sterico. Per tale motivo, l'equazione utilizzata è stata la seguente:

$$\Delta G(t) = (\Delta G_{\infty,SH} + \Delta G_{\infty,x\%}) * \left(1 - \frac{1}{\exp(\alpha * t)}\right)^{\beta} \tag{4.2.1.5}$$

In questo modo la modellazione viene effettuata per stimare al solito i due coefficienti di regressione α e β, e soprattutto per definire la quota parte di valore del modulo a tempo infinito, dato dal solo fenomeno di autoriparazione $\Delta G_{\infty,x\%}$. Tale quota parte risulta essere dipendente dalla durata del periodo di riposo e dalla precedente condizione di danneggiamento del materiale, mentre il contributo di indurimento sterico $\Delta G_{\infty,SH}$ risulta essere costante e dipendente unicamente dalla lunghezza della fase di riposo. Da ultimo, si calcola il recupero del modulo dinamico relativo solamente alla vera e propria capacità di autoriparazione del materiale, tramite la seguente espressione:

$$\Delta G(t) = \Delta G_{\infty,x\%} * \left(1 - \frac{1}{\exp(\alpha * t)}\right)^{\beta} \tag{4.2.1.6}$$

Riprendendo il concetto del legame, già esplicitato nel lavoro di J. Qiu [1], tra il guadagno di resistenza e del modulo dinamico, in funzione della durata del periodo di riposo, è stato costruito numericamente il grafico contenente questi due andamenti, ottenendo una curva per il recupero di resistenza (espresso mediante il

calcolo dell'indice di *Healing* relativo al numero di cicli) e una curva per quello del modulo dinamico (espresso mediante il calcolo dell'indice di *Healing* relativo alla rigidezza). L'obiettivo è quello di confrontare alle due temperature analizzate, 10 e 20 °C, il legame tra i due sopracitati recuperi.

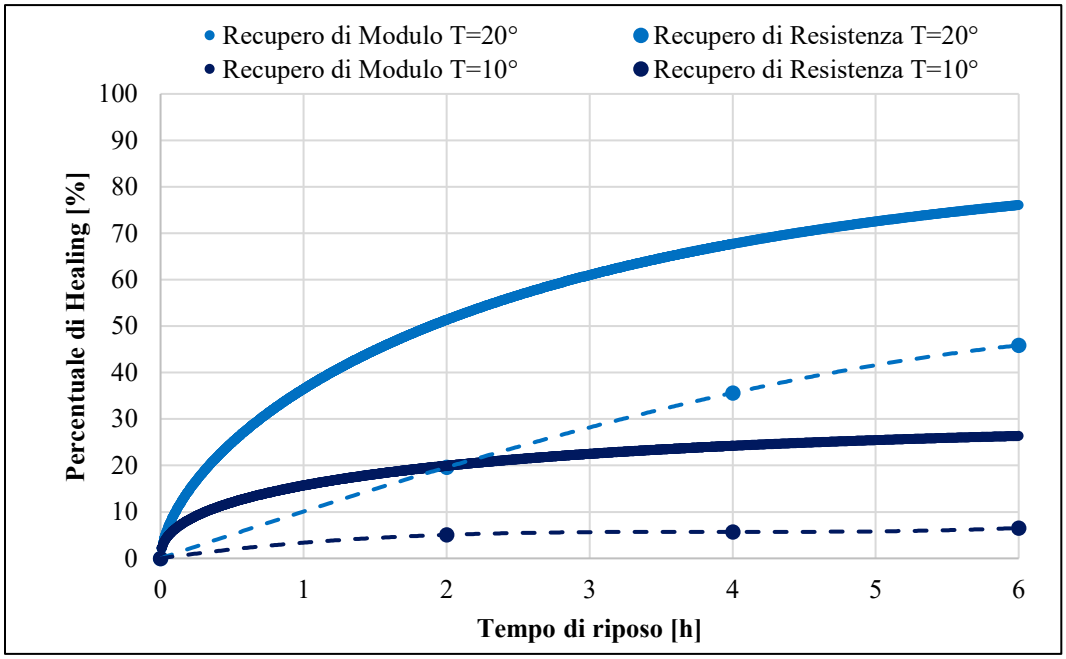

Figura 24: Bitume B1, ΔG=35%, T_f =10,20 °C, Tr = 10,20 °C, Tempi di riposo = 2,4,6 h

T_f °C	T_r °C	t [h]	HI [%]	
20	20	2	HI (N)	19.6
		4		35.6
		6		45.9
		2	HI (G*)	51.4
		4		67.7
		6		76.1
10	10	2	HI (N)	5.1
		4		5.7
		6		6.6
		2	HI (G*)	19.9
		4		24.2
		6		26.3

Tabella 8: Bitume B1, ΔG=35%, T_f =10,20 °C, Tr = 10,20 °C, Tempi di riposo = 2,4,6 h

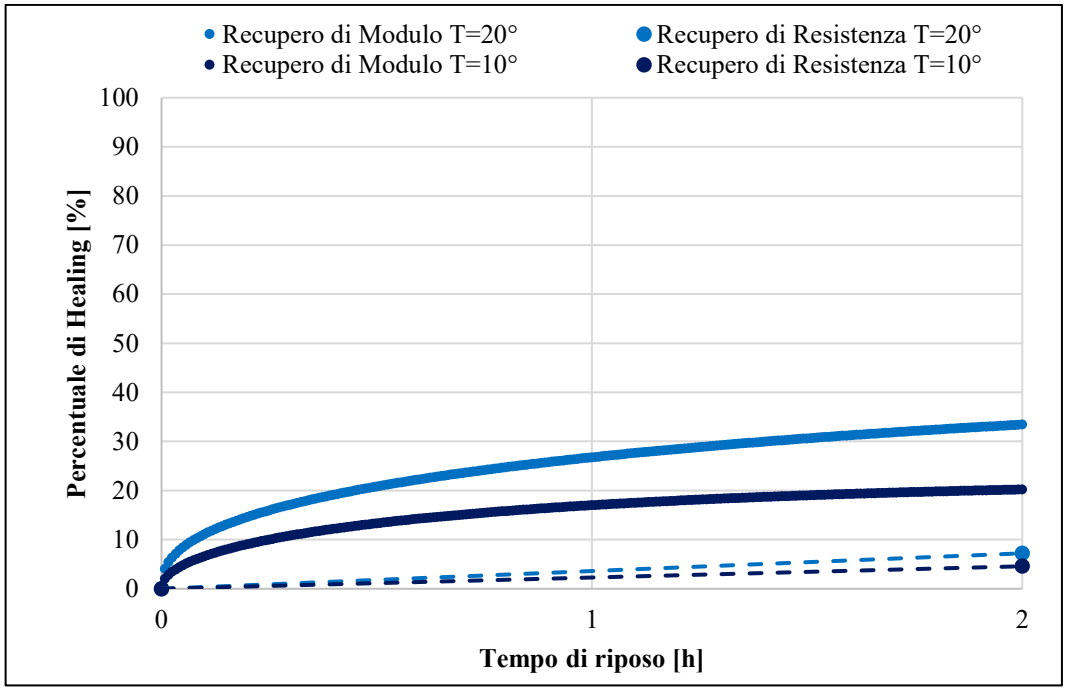

Figura 25: Bitume B2, ΔG=35%, T_f =10,20 °C, Tr = 10,20 °C, Tempo di riposo = 2 h

T_f °C	T_r °C	t [h]	HI [%]	
20	**20**	2	**HI (N)**	7.2
		2	**HI (G*)**	33.4
10	**10**	2	**HI (N)**	4.6
		2	**HI (G*)**	20.2

Tabella 9: Bitume B2, ΔG=35%, T_f =10,20 °C, Tr = 10,20 °C, Tempo di riposo = 2 h

È necessario sottolineare che per motivi legati a tempistiche di laboratorio, non sono state effettuate per il bitume B2 prove con periodo di riposo pari a 4 e a 6 ore. Perciò il confronto tra le due tipologie di bitume è stato effettuato a parità di abbattimento, a parità di temperatura e con durata del tempo di riposo pari a 2 ore.

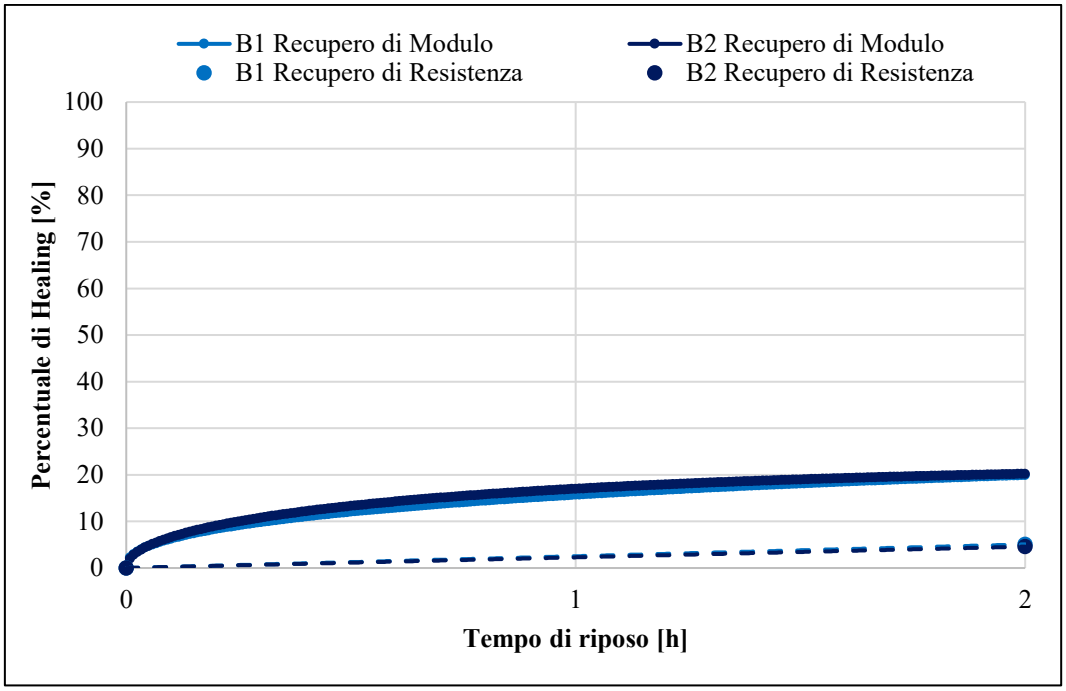

Figura 26: Confronto Bitumi B1 e B2, ΔG=35%, T_f =10 °C, Tr = 10 °C, Tempo di riposo = 2 h

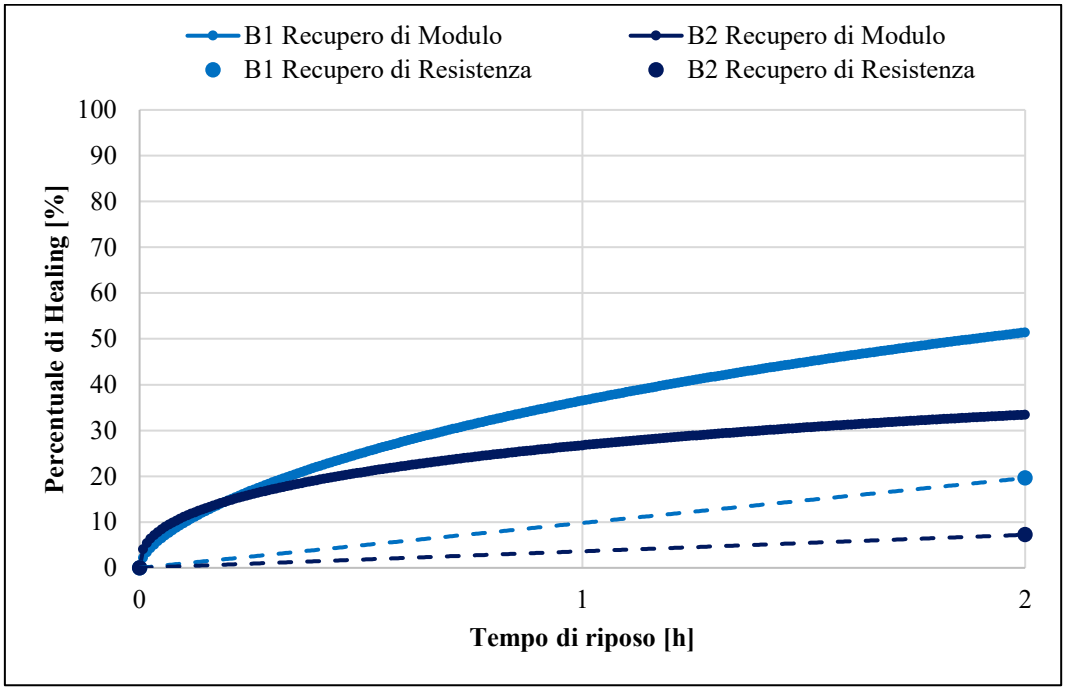

Figura 27: Confronto Bitumi B1 e B2, ΔG=35%, T_f =20 °C, Tr = 20 °C, Tempo di riposo = 2 h

Dal confronto effettuato a temperatura pari a 10 °C, è risultato come i due bitumi mostrino una percentuale di recupero molto simile, sia in termini di numero di cicli che di modulo complesso. Questo può essere collegato al fatto che alle basse temperature le due tipologie di bitume hanno valori di modulo complesso confrontabili, come già espresso nella trattazione delle curve maestre (capitolo 3). D'altro canto, effettuando il confronto a temperatura pari a 20 °C, il bitume B1 mostra una percentuale di autoriparazione maggiore, sia in termini di numero di cicli che di modulo complesso e questo può essere dovuto al fatto che tale bitume essendo meno rigido, fluisca maggiormente a più alte temperature rispetto al B2.

Un secondo rimaneggiamento dei risultati ha riguardato lo *shift* dei dati ottenuti dalle prove condotte a 20°C rispetto a quelli ricavati dalle prove a 10°C. Alla base di tale approccio, vi è il principio di sovrapposizione tempo di riposo-temperatura, analogamente a quanto fatto per le curve maestre, per le quali (come affrontato nel capitolo 3) i dati ricavati da prove di *frequency sweep* a differenti temperature vengono traslati, rispetto ad una temperatura di riferimento, tramite la definizione di *shift factor*. Nel caso in esame, prendendo come temperatura di riferimento 10 °C per il solo bitume B1 è stato applicato tale approccio sui valori percentuali di indice di *Healing* in termini di numero di cicli e di modulo complesso. Gli *shift factor* sono stati calcolati attraverso l'espressione matematica (4.2.1.3), dove $\Delta_{\infty,x\%}$ rappresenta da un lato il valore del modulo e dall'altro il valore del numero di cicli, entrambi a tempo infinito, dati dal solo fenomeno di autoriparazione. Attraverso l'utilizzo del Risolutore, componente aggiuntivo di Excel, inserendo come variabili oltre ai parametri di regressione α e β, proprio gli *shift factor* a(t), sono stati ottenuti i risultati di seguito riportati.

$$\Delta G(t) = \Delta G_{\infty,x\%} * \left(1 - \frac{1}{\exp\left(\alpha_G * a_G(t) * t\right)}\right)^{\beta_G} \tag{4.2.1.7}$$

$$\Delta N(t) = \Delta N_{\infty,x\%} * \left(1 - \frac{1}{\exp\left(\alpha_N * a_N(t) * t\right)}\right)^{\beta_N} \tag{4.2.1.8}$$

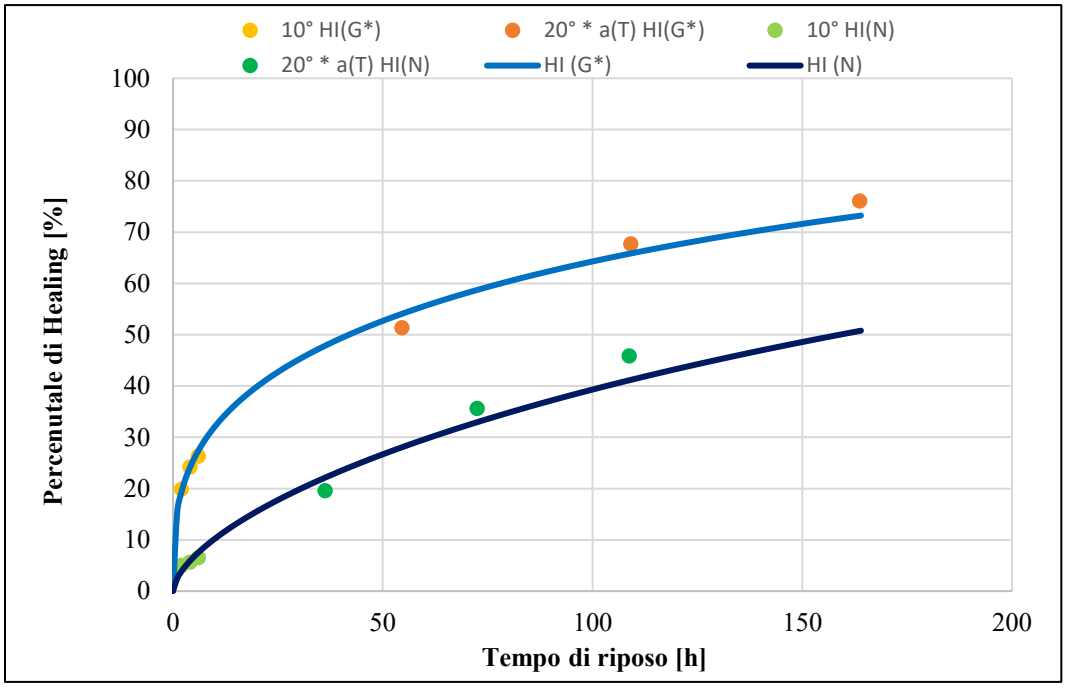

Figura 28: Bitume B1, ΔG=35%, T_f =10,20 °C, Tr = 10,20 °C, Tempi di riposo = 2,4,6 h

t [h]	t* a(t) [h]	HI (G*) [%]	$a_G(t)$
0	0	0	
2	2	19.3	**1**
4	4	24.1	**1**
6	6	27.3	**1**
2	55	54.1	**27.3**
4	109	65.8	**27.3**
6	164	73.2	**27.3**

t [h]	t* a(t) [h]	HI (N) [%]	$a_N(t)$
0	0	0	
2	2	3.8	**1**
4	4	5.9	**1**
6	6	7.5	**1**
2	36	22.1	**18.1**
4	72	32.9	**18.1**
6	109	41.1	**18.1**

Tabella 10: Risultati shift factor per HI(G) a sinistra e per HI(N) a destra*

Nelle tabelle sopra riportate si trovano i valori puntuali delle percentuali di recupero, mentre per costruire le due curve sono state utilizzate le espressioni (4.2.1.7) e (4.2.1.8), scegliendo come tempo massimo per entrambe 164 ore, ossia quello corrispondente ai valori di HI(G*).

È possibile anche diagrammare le differenze in valore assoluto dei due indici di *Healing*, in funzione del tempo, ottenendo quanto segue.

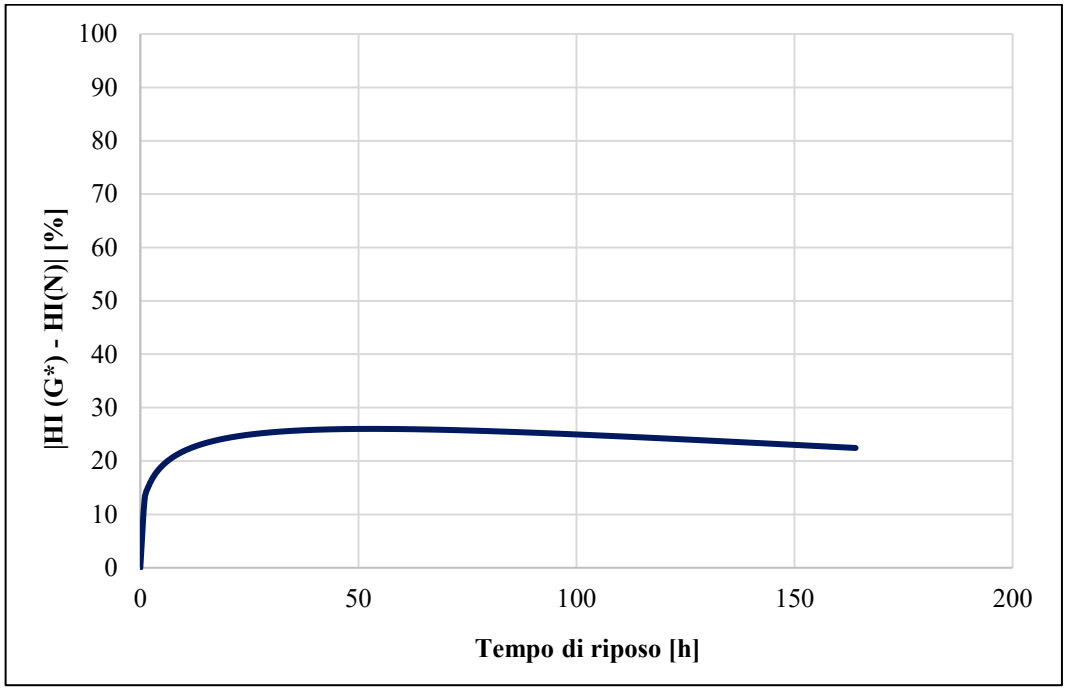

Figura 29: Bitume B1, ΔG=35%, |HI (G) - HI(N)| in funzione del tempo*

Dal grafico si evince come se in un primo momento la differenza in valore assoluto dei due indici aumenti, poiché i due andamenti si discostano tra di loro, successivamente decresca seppur lentamente, indice del fatto che le due curve tendano ad avvinarsi.

Un altro interessante grafico che è possibile costruire con i dati a disposizione è un *mapping plot* che lega gli indici di *Healing* in termini di numero di cicli e di modulo complesso. È possibile notare come la bisettrice del grafico (linea rossa tratteggiata in Figura 30), rappresenti i punti per i quali i due indici assumono medesimo valore, e di conseguenza rappresenti una retta limite, in quanto per le ipotesi fatte sul modello di autoriparazione, l'indice percentuale di recupero in termini di modulo complesso sarà sempre maggiore o al più uguale a quello in termini di numero cicli in quanto il primo correlato al fenomeno di *wetting*, il secondo al fenomeno di *randomization*.

È altresì interessante sottolineare come il grafico venga diviso in quattro parti da rette corrispondenti ad un recupero percentuale del 50% (linee verdi Figura 30).

I. È la zona in cui entrambi gli indici risultano minimizzati, quindi è la zona dove non si sono riusciti ad attivare completamente il fenomeno di *wetting* e quindi il successivo fenomeno di *randomization*.
II. Questa zona rappresenta il caso in cui il materiale recupera molto di più in termini di modulo complesso, ossia, con riferimento al modello di autoriparazione, la *randomization* delle molecole non ha avuto modo di innescarsi rispetto all'adesione delle superfici della frattura.
III. È la zona in cui entrambi gli indici risultano massimizzati, quindi è la zona ideale dove i punti dovrebbero trovarsi per massimizzare la capacità di autoriparazione dei bitumi.
IV. Per le ipotesi fatte sul modello di autoriparazione questa zona non esiste, in quanto l'indice di recupero in termini di numero di cicli non può mai essere maggiore di quello in termini di modulo complesso.

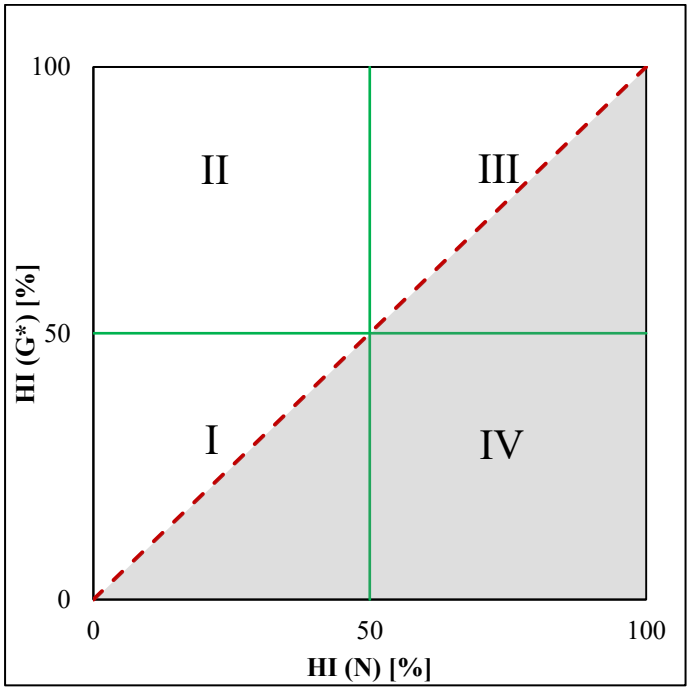

Figura 30: Grafico esplicativo del legame HI(G) - HI(N)*

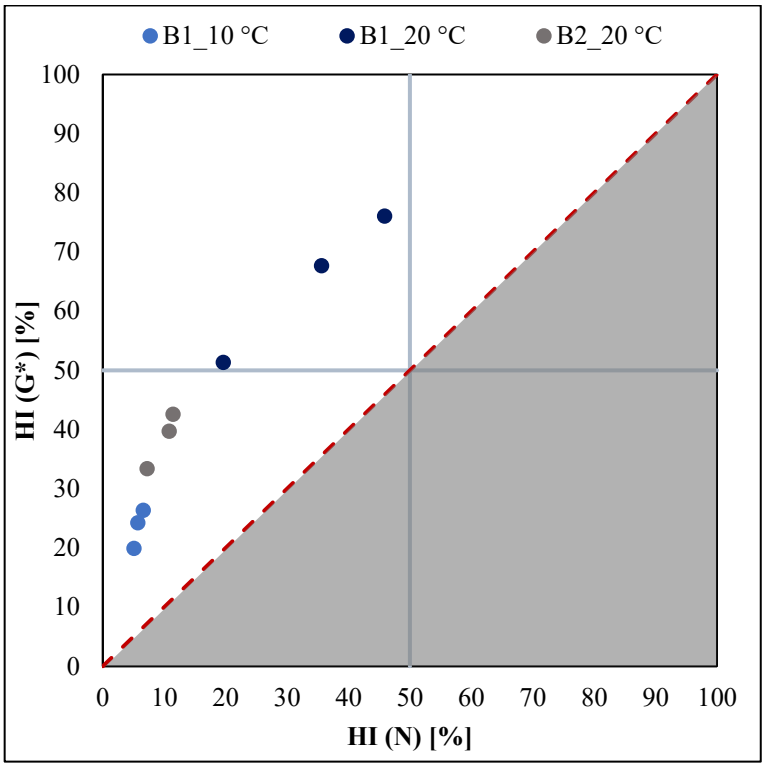

Figura 31: Confronto Bitumi B1 e B2, ΔG=35%, T_f =10,20 °C, Tr = 10,20 °C, Tempi di riposo = 2,4,6 h

Dal grafico è possibile notare come nessuno dei casi rappresentati ricada nella zona di massimizzazione dei fenomeni di autoriparazione, ma si posizionino sul primo e secondo quadrante: nel caso del materiale B1, se a temperatura di 10 °C risultano non essere attivi i fenomeni di *wetting* e *randomization*, a 20° C invece il primo prevale sul secondo. D'altro canto, il bitume B2 a temperatura pari a 20° (a 10 °C non ci sono dati per le 4 e le 6h) risulta attestarsi nel primo quadrante, quindi si ipotizza che la temperatura non sia stata sufficiente ad attivare i meccanismi di *wetting* e *randomization*.

4.2.2 Influenza della temperatura del periodo di riposo

In questa sezione è stata analizzata l'influenza della temperatura del periodo di riposo, mantenendone costante la durata (scelta pari a 2 ore), per i due materiali oggetto di studio. Sono state effettuate prove di *Time Sweep*, a temperatura costante pari a 10 °C per le sole fasi di carico, nelle due configurazioni di prova – presenza e assenza di pre-danneggiamento, mentre durante il periodo di riposo la temperatura è stata modificata per valutarne l'effetto sul recupero in termini di numero di cicli N e di modulo complesso G*.

Nello specifico i valore prescelti di temperatura per le fasi di carico e di riposo sono riportati di seguito:

- $T_f = 10\ °C, T_r = 10\ °C$
- $T_f = 10\ °C, T_r = 20\ °C$
- $T_f = 10\ °C, T_r = 30\ °C$

È importante sottolineare che nel caso delle ultime due temperature, rispetto alla procedura descritta precedentemente, la fase di riposo è stata suddivisa in due sotto fasi per permettere al campione di poter passare dalla temperatura prevista nella fase di riposo, quindi 20 o 30 °C, a quella adottata nella fase di carico, ossia 10 °C. Questo perché risulta fondamentale assicurarsi che il materiale sia pienamente condizionato a tale temperatura. Si riporta a tal proposito lo schema della fase di riposo, comune alle due tipologie di prove in assenza o presenza di pre-danneggiamento:

<u>Fase unica di riposo</u>, frequenza pari a 10 Hz, deformazione pari a 0.1% (uguale a quella imposta nella fase di condizionamento) e così suddivisa:

- Sotto fase di durata pari a 90 minuti, in cui la temperatura è mantenuta costante e pari a 20 o 30 °C, a seconda dei casi.

- Sotto fase di durata pari a 30 minuti, in cui la temperatura viene impostata pari a quella della fase di fatica, ossia 10 °C.

Si evidenzia come, attraverso l'inserimento di queste due sotto fasi, l'andamento della norma del modulo complesso G* cambi durante l'intera fase di riposo, rispetto al periodo di riposo in cui la temperatura è stata mantenuta costante per tutta la sua durata. La figura che segue (Figura 32) è esemplificativa di quanto detto; si osserva un brusco calo di |G*| all'inizio del periodo di riposo, dovuto all'incremento di temperatura per poi successivamente ricrescere (una volta condizionato il materiale a quella data T); infine si manifesta una crescita più importante poiché il materiale subisce un nuovo condizionamento a una temperatura più bassa e pari alla T adottata nella fase di caricamento.

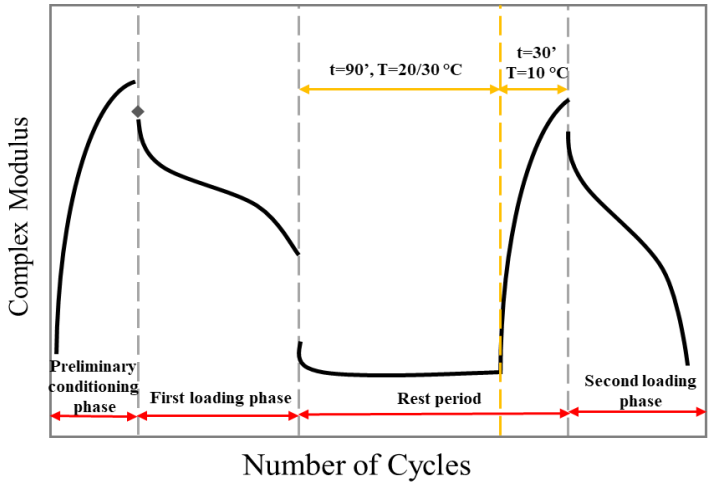

Figura 32: Andamento tipo di una prova di Time Sweep in presenza di pre-danneggiamento con T di riposo variabile

Proprio questo andamento ha reso impossibile l'applicazione della modellazione dell'evoluzione del modulo dinamico adottata per tipologie di prova a T costante. A questo proposito, è stato valutato un indice diverso da quello utilizzato in precedenza, sempre in termini di modulo complesso. Innanzitutto, è stato calcolato il parametro α, ossia il rapporto tra il valore finale della fase di riposo G^*_{fr} e quello finale della fase di condizionamento G^*_{fc}.

$$\alpha = \frac{G^*_{fr}(0\%)}{G^*_{fc}(0\%)} \tag{4.2.2.1}$$

In seguito, è stata utilizzata la seguente espressione per il calcolo dell'indice:

$$HI(G^*) = \frac{G^*_{fr}(x\%)}{\alpha * G^*_{fc}(x\%)} * 100 \tag{4.2.2.2}$$

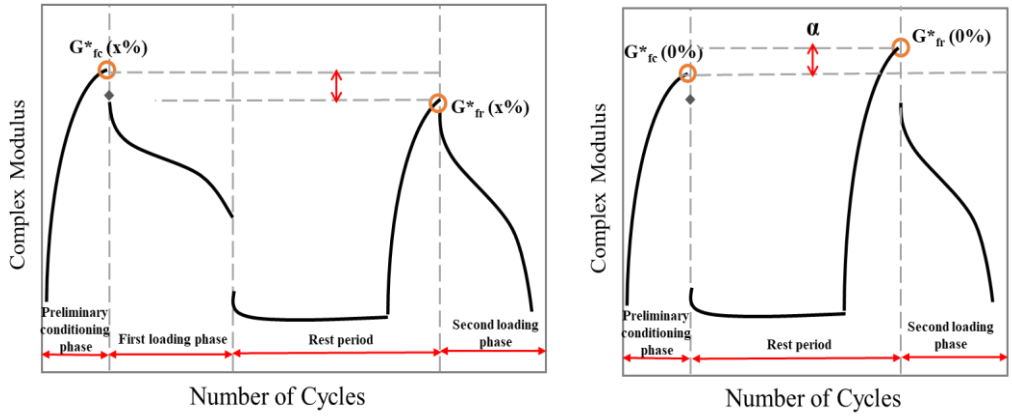

Figura 33: Rappresentazione grafica dei parametri utilizzati

Questo indice, assieme a quello ottenuto in termini di numero di cicli, è stato calcolato in due condizioni di danneggiamento, 35 e 50%, e alle temperature sopra citate. Di seguito sono riportati i risultati numerici ottenuti e la loro rappresentazione in termini di *mapping plot*.

ΔG=35%	**T_f [°C]**	**T_r [°C]**	**B1**	**B2**
HI (N)	**10**	**10**	5.1	5.0
	10	**20**	33.5	13.4
	10	**30**	100.0	56.9
HI (G*)	**10**	**10**	75.9	74.9
	10	**20**	92.2	90.1
	10	**30**	100.0	94.2

Tabella 11: Confronto Bitumi B1 e B2, ΔG=35 %, T_f =10 °C, Tr = 10,20,30 °C, Tempo di riposo = 2 h

ΔG=50%	T_f [°C]	T_r [°C]	B1	B2
HI (N)	10	10	3.4	3.3
	10	20	32.4	12.8
	10	30	96.9	53.1
HI (G*)	10	10	60.2	58.8
	10	20	89.4	81.8
	10	30	100.0	92.6

Tabella 12: Confronto Bitumi B1 e B2, ΔG=50 %, T_f =10 °C, Tr = 10,20,30 °C, Tempo di riposo = 2 h

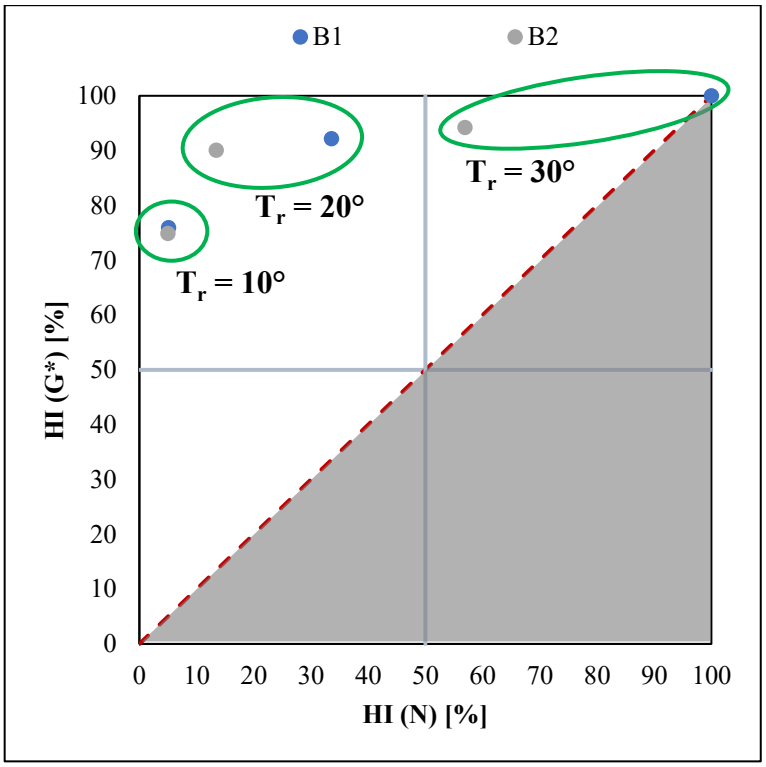

Figura 34: Confronto Bitumi B1 e B2, ΔG=35 %, T_f =10 °C, Tr = 10,20,30 °C, Tempo di riposo = 2 h

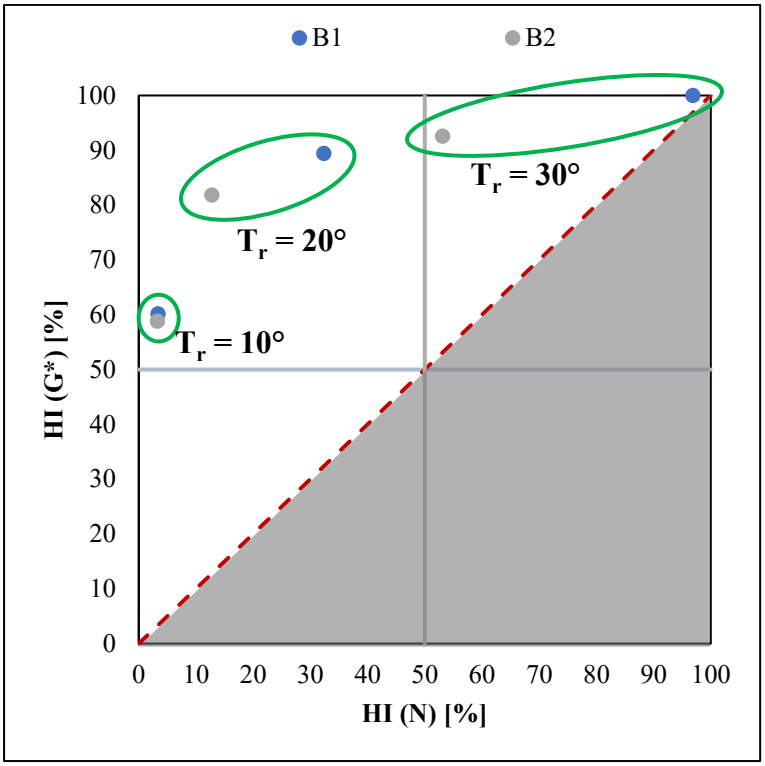

Figura 35: Confronto Bitumi B1 e B2, ΔG=50%, T_f =10 °C, Tr = 10,20,30 °C, Tempo di riposo = 2 h

Dai due grafici è possibile notare come, a parità di danneggiamento (35% e 50%), nel caso di temperatura pari a 10 e 20 °C i dati di entrambi i bitumi ricadano nel secondo quadrante, quindi con prevalenza di recupero del modulo complesso, mentre nel caso di temperatura pari a 30 °C, sia il bitume B1 che il B2 manifestino un recupero massimizzato sia in termini di modulo che di numero di cicli, rientrando così nel terzo quadrante.

Evidenziando invece il confronto tra i due materiali, emerge come in tutte le condizioni di temperatura il bitume B1 manifesti una percentuale maggiore di autoriparazione rispetto al B2, per entrambi gli indici, e ciò rispecchia la natura più deformabile del bitume 70/100, che di conseguenza fluisce di più alle alte temperature, generando una maggior adesione delle superfici create da una frattura (*wetting*) e un maggior recupero delle proprietà meccaniche dovuto alla riaggregazione casuale delle molecole (*randomization*).

Un altro interessante aspetto da evidenziare è il legame che intercorre tra l'indice di *Healing*, sia in termini di numero di cicli che di modulo complesso, e la temperatura, che in questo caso come già esplicitato è stata fatta variare tra le fasi di carico e di riposo, per simulare un cambiamento di temperatura che nella realtà avviene per esempio tra giorno e notte. Con l'obiettivo di costruire un grafico con ascisse pari alle temperature e con ordinate le due tipologie di indici (Figura 36), si può in esso innanzitutto identificare una retta limite, ossia quella pari ad una completa autoriparazione del legante bituminoso in esame, infatti esso non potrà recuperare più di quello che ha perso durante il danneggiamento, sia in termini di rigidezza (modulo complesso) che di resistenza (numero di cicli). Questa retta è rappresentata da valori costanti dell'indice, pari a 100%, al variare della temperatura. Si possono altresì individuare nella rappresentazione due punti notevoli: un punto individuato dalla temperatura di rammollimento o di Palla-Anello (*Ring and Ball* in inglese) $T_{r\&b}$ e un punto alla temperatura di transizione vetrosa (*Glass transition* in inglese) T_g.

- Si definisce punto di rammollimento il valore di temperatura in corrispondenza del quale il bitume inizia a perdere le sue caratteristiche di plasticità per entrare nello stato di fluido newtoniano. Tuttavia, in una definizione più rigorosa, non si definisce un valore di soglia, ma si considera un intervallo di temperatura all'interno del quale il bitume inizia progressivamente a perdere consistenza ed a fluidificare. Il metodo di prova più utilizzato per determinare il punto di rammollimento è quello della Palla - Anello, descritto dalla norma UNI EN 1427.
- La temperatura di transizione vetrosa rappresenta il valore di temperatura al di sotto della quale un materiale amorfo si comporta da solido vetroso. Il comportamento termico del bitume assume diversi caratteri comuni a quello dei polimeri amorfi ed è conseguentemente definito dalla presenza di tale temperatura, solitamente variabile tra -10÷-30 °C, in corrispondenza della quale si ha il passaggio da uno stato vetroso a quello visco-fluido.

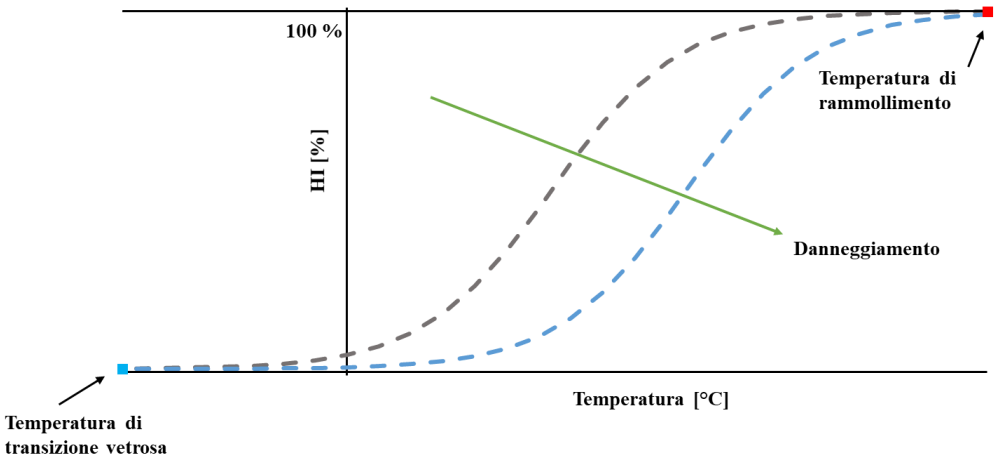

Figura 36: Grafico esplicativo legame HI [%] e Temperatura [°C]

Per quanto concerne l'andamento del recupero al variare della temperatura, è possibile notare come esso sia rappresentabile all'interno dei limiti sopracitati attraverso una funzione sigmoidale, ossia con andamento "ad s", la quale tende ai due asintoti orizzontali corrispondenti al recupero nullo e recupero massimo in prossimità rispettivamente del punto di transizione vetrosa e del punto di rammollimento. L'andamento della curva tende ad abbassarsi all'aumentare della percentuale di danneggiamento, aspetto che emerge anche dai grafici di seguito riportati e riguardanti le prove effettuate. Le due tipologie di bitume infatti sono state testate in due condizioni di danneggiamento, 35 e 50%, con un periodo di riposo della durata di 2 ore e indagando tre temperature differenti, 10, 20 e 30 °C.

Bitume	$T_{r\&b}$ [°C]	T_g [°C]
B1	45.8	-17.5
B2	53.6	-22.0

Tabella 13: Temperature di rammollimento e di transizione vetrosa dei bitumi B1 e B2

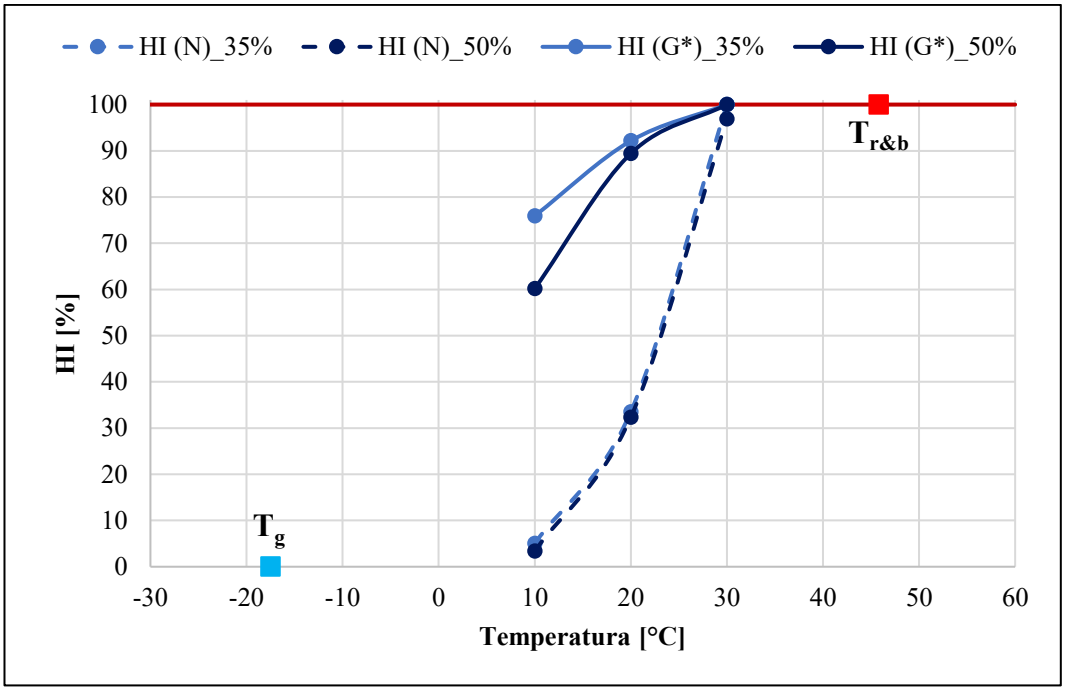

Figura 37: Bitume B1, ΔG=35,50 %, T_f =10 °C, Tr = 10,20,30 °C, Tempo di riposo = 2 h

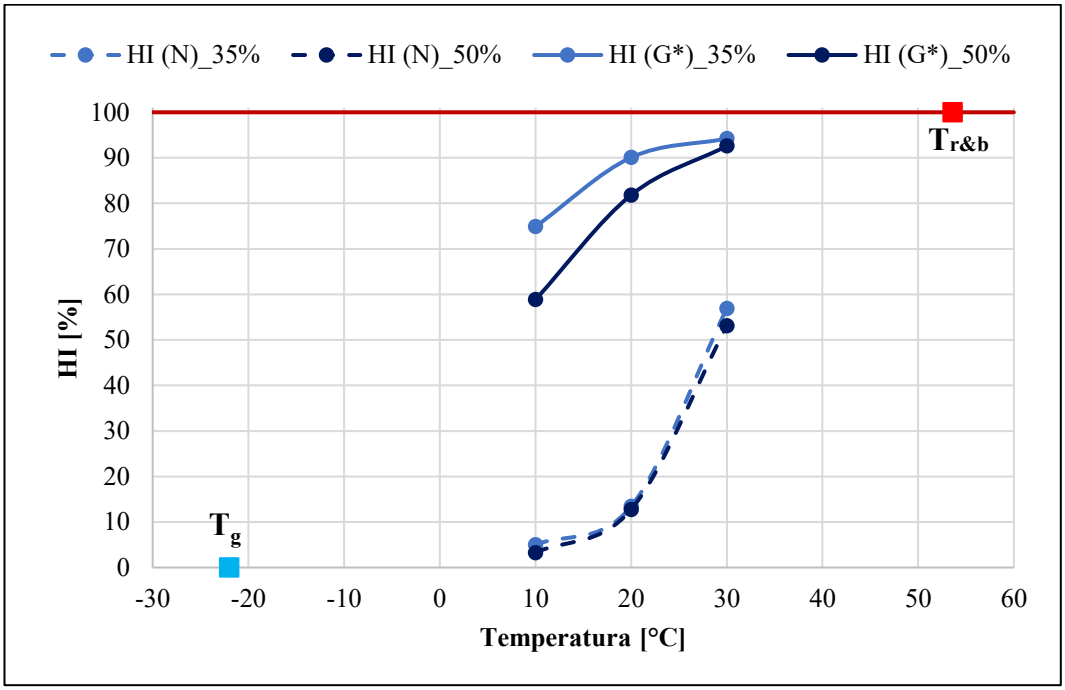

Figura 38: Bitume B2, ΔG=35,50 %, T_f =10 °C, Tr = 10,20,30 °C, Tempo di riposo = 2 h

Dal grafico relativo a prove effettuate sul bitume B1, è interessante notare come i due indici valutati sotto entrambe le condizioni di danneggiamento raggiungano il valore massimo di autoriparazione, ossia 100% (nello specifico il valore di HI(N) per danneggiamento pari a 50% è circa 97%) in corrispondenza di prove con temperatura del periodo di riposo pari a 30 °C, e questo potrebbe essere spiegato attraverso la natura del bitume stesso, che risulta avere una temperatura di rammollimento inferiore. In corrispondenza delle altre due temperature emerge una crescita da 10 a 20 °C di entrambi gli indici e per entrambe le condizioni di carico. Riguardo invece il grafico relativo al bitume B2 non si ha raggiungimento del valore massimo di autoriparazione in nessuno dei due indici e a nessuna delle due percentuali di danneggiamento e questo potrebbe essere legato alla natura più rigida di questo materiale che presenta una temperatura di rammollimento superiore. Anche in questo caso sono emersi, come da aspettative, valori maggiori di percentuale di recupero in corrispondenza della temperatura più alta e pari a 30 °C.

Per quanto concerne invece i singoli andamenti relativi alle due percentuali di danneggiamento analizzate, emerge da entrambi i grafici come gli indici relativi al 35% risultino più alti di quelli relativi al 50% e questo è conseguenza del fatto che tanto più il campione è danneggiato durante la fase di fatica, meno lo stesso riuscirà a recuperare le proprietà di resistenza e di rigidezza.

È possibile anche diagrammare le differenze in valore assoluto dei due indici di *Healing*, in funzione delle temperature analizzate, ottenendo quanto segue.

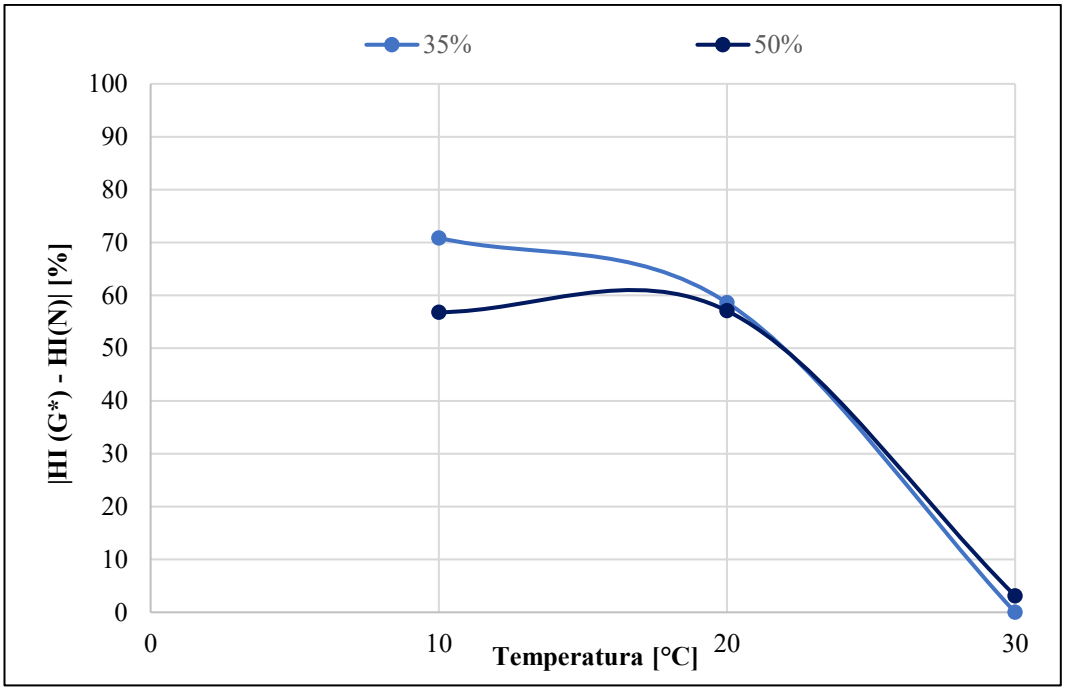

Figura 39: Bitume B1, ΔG=35,50 %, |HI (G) - HI(N)| in funzione della temperatura*

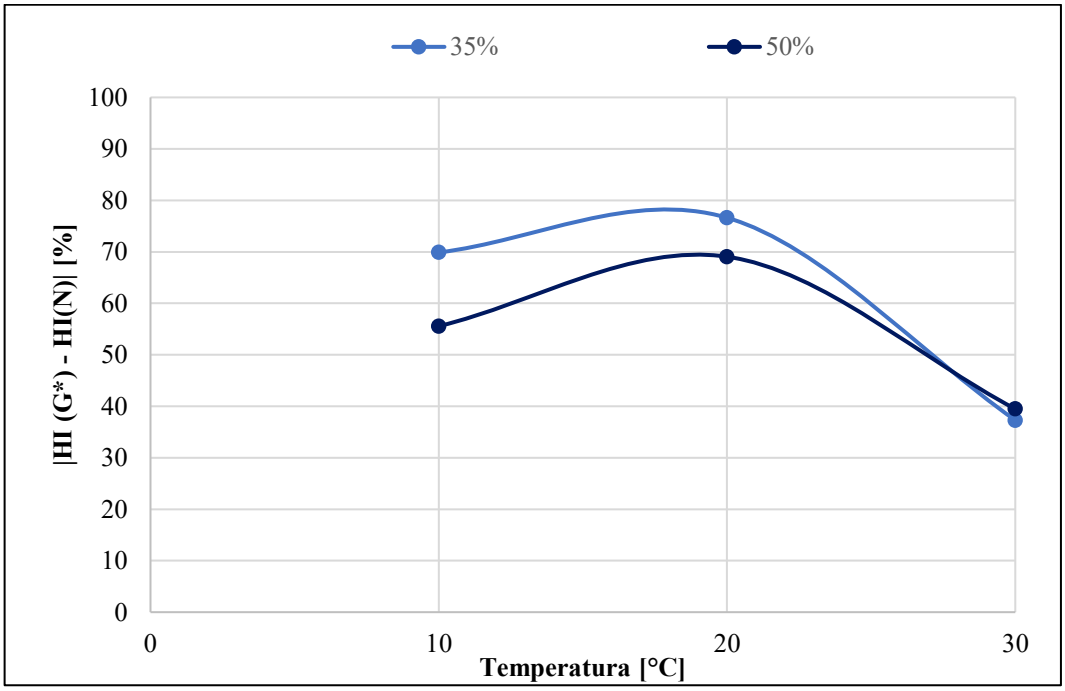

Figura 40: Bitume B2, ΔG=35,50 %, |HI (G) - HI(N)| in funzione della temperatura*

Dai grafici sopra riportati è possibile notare come le differenze tra i due indici in generale dapprima crescano, quindi ciò significa che le rispettive curve inizialmente si discostino tra di loro e ciò avviene fino alla temperatura intermedia (20 °C), mentre successivamente si abbia una decrescita, in quanto a 30 °C le curve si avvicinano e risultano avere differenze tendenti a zero nel caso del bitume B1, e maggiori di zero ma comunque basse nel caso del bitume B2.

Per quanto concerne invece i singoli andamenti relativi alle due percentuali di danneggiamento analizzate, anche in questo caso si nota come le differenze relative alla percentuale di danneggiamento più bassa siano maggiori di quelle relative all'altro livello di danneggiamento e questo chiaramente è legato ai valori percentuali di recupero più alti nel caso del 35% rispetto al 50%.

5. CONCLUSIONI

5. CONCLUSIONI

L'obiettivo del presente elaborato di tesi è stato quello di valutare le caratteristiche di autoriparazione di leganti bituminosi studiando, a seguito di un danneggiamento, il recupero delle proprietà originali del materiale in termini di resistenza e rigidezza. In particolare, è stata indagata l'influenza di due parametri, il tempo e la temperatura del periodo di riposo.

L'analisi dei risultati, esposta al capitolo precedente, ha condotto alle conclusioni che seguono.

- Come atteso, ad un aumento della durata del periodo di riposo emerge come sia associato un aumento della percentuale di recupero, sia in termini di numero di cicli che di modulo complesso. Questo è coerente con il modello ipotizzato riguardo il legame guadagno di resistenza – guadagno di rigidezza, in quanto è stato supposto che entrambi gli andamenti siano crescenti al crescere del tempo di riposo.
- In corrispondenza del tempo massimo di riposo adottato, non è stata raggiunta la percentuale massima di autoriparazione, né in termini di modulo complesso né in termini di numero di cicli, e questo può essere legato alle tempistiche di laboratorio, che non consentono di effettuare prove con tempo di riposo molto elevato.
- Dall'analisi delle due temperature indagate per i due bitumi è emerso che, per quanto concerne la temperatura minore, i due bitumi mostrino una percentuale di recupero molto simile. Questo potrebbe essere collegato al fatto che a tale temperatura, le due tipologie di bitume risultino avere valori di rigidezza confrontabili e di conseguenza le fasi di *wetting* in entrambi i materiali si siano innescate con modalità e tempistiche similari; in corrispondenza della temperatura più alta, i due materiali mostrano recupero

delle caratteristiche che porta a classificare il bitume B1 come maggiormente autoriparante del bitume B2.

- Per quanto concerne il solo bitume B1, tramite l'analisi dei risultati e l'applicazione del principio di sovrapposizione tempo di riposo-temperatura, è stato ipotizzato come i risultati di prove effettuate a temperatura più alta equivalgano a risultati di prove effettuate a temperatura inferiore, ma con tempo di riposo più esteso. Anche in questo caso gli andamenti dei valori di recupero di rigidezza e di resistenza seguono andamenti crescenti con la durata del periodo di riposo.
- Per quanto concerne entrambe le tipologie di bitume, dalle prove effettuate variando la temperatura del periodo di riposo, è risultato evidente come all'aumentare della stessa, si manifesti una crescita delle percentuali di autoriparazione, sia in termini di modulo complesso che di numero di cicli. Questo potrebbe essere legato ad un potenziamento delle fasi di *wetting* e di *randomization* via via maggiore al crescere della temperatura imposta.
- Analizzando il legame tra l'indice di autoriparazione e la temperatura, è emerso come tale andamento sia schematizzabile con una funzione sigmoidale, con punti limite in corrispondenza delle temperature di rammollimento e di transizione vetrosa del legante bituminoso. L'andamento della curva tende ad abbassarsi all'aumentare della percentuale di danneggiamento, aspetto che emerge anche dai risultati, infatti ad un livello di danneggiamento minore corrispondono percentuali di autoriparazione maggiore, per entrambe le tipologie di bitume.

  Per quanto riguarda il materiale B1, emerge che gli indici di autoriparazione, sotto entrambi i livelli di danneggiamento indagati, raggiungano valore massimo in corrispondenza della temperatura più alta adottata, mentre nel caso del bitume B2 non si abbia il raggiungimento del valore massimo di autoriparazione in nessuno caso.
- Da un confronto tra i due materiali, emerge come in tutte le condizioni di temperatura, il bitume B1 manifesti una percentuale maggiore di autoriparazione rispetto al B2, per entrambi gli indici, e ciò può essere

dovuto al fatto che il primo abbia un punto di rammollimento inferiore e che di conseguenza fluisca di più alle alte temperature, generando una maggior adesione tra le superfici generate da una frattura (*wetting*) e un maggior recupero delle proprietà meccaniche dovuto alla riaggregazione casuale delle molecole (*randomization*).

Sulla base di quanto sopra evidenziato, possibili sviluppi potrebbero riguardare lo studio di tempi di riposo maggiori di quelli indagati, anche se come già detto questa considerazione si scontra con le tempistiche di laboratorio. Per quanto riguarda l'aspetto della temperatura costante adottata all'interno delle prove, sarebbe interessante validare il principio di sovrapposizione tempo di riposo – temperatura indagando ulteriori valori della stessa.

Parallelamente, per quanto concerne le temperature adottate nel periodo di riposo, un possibile sviluppo futuro potrebbe riguardare lo studio aggiuntivo di livelli di danneggiamento e valori di temperatura ulteriori al fine di indagare maggiormente l'andamento degli indici di autoriparazione al variare della temperatura.

Per implementare ulteriormente il database di prove, si potrebbe inoltre aumentare il numero di bitumi indagati, contemplando la possibilità di indagare il comportamento di bitumi modificati, data la presenza in letteratura di studi discordanti sulla loro capacità di autoriparazione in confronto a quella dei materiali tradizionali.

BIBLIOGRAFIA

1. Qiu J., “Self-Healing of Asphalt Mixtures,Towards a Better Understanding of the Mechanism”, 2012
2. Ashouri E., Morteza R.Z.H., “Modeling Microdamage Healing in Asphalt Pavements Using Continuum Damage Theory”, 2014
3. Kim Y.R., Little D.N., Benson F.C., “Chemical and mechanical evaluation on healing mechanism of asphalt concrete”, Journal of the Association of Asphalt Paving Technologists Volume 59, Pages 240-275, 1990
4. Canestrari F., Virgili A., Graziani A., Stimilli A.,”Modeling and assessment of self-healing and thixotropy properties for modified binders”, International Journal of Fatigue 70 351–360, 2015
5. Gaskin, J., “On bitumen microstructure and the effects of crack healing”, PhD thesis, University of Nottingham, 2013
6. Traxler R.N.,Coombs C.E., “The colloidal nature of asphalt as shown by its flow properties”, The Journal of Physical Chemistry 40:1133-47, 1935
7. Santagata E., Baglieri O., Tsantilis L., Dalmazzo D, “Evaluation of self-healing properties of bituminous binders taking into account steric hardening effects”, Construction and Building Materials 41 60–67, 2013
8. Santagata E., Baglieri O., Dalmazzo D., et al., “Rheological and chemical investigation on the damage and healing properties of bituminous binders”, J. Assoc. Asphalt Paving Technol. 78 567–595, 2009
9. Lee, H.J., Daniel, J.S., Kim, Y.R., “Laboratory performance evaluation of modified asphalt mixtures for inchon airport pavements”, Int. J. Pavement Eng. 1,151 e 169, 2000
10. Little, D.N., Lytton, R.L., Williams, D.A., Kim, Y.R., “An analysis of the mechanism of microdamage healing based on the application of micromechanics first principles of fracture and healing”, J. Assoc. Asphalt Paving Technol. 68, 501 e 542, 1999

11. Su J., Schlangen E., Wang Y., “Investigation the self-healing mechanism of aged bitumen using microcapsules containing rejuvenator”, Construction and Building Materials 85 49–56, 2015
12. Hefer A., Little D.N., “Adhesion in Bitumen-aggregate Systems and Quantification of the Effects of Water on the Adhesive Bond” (Research report ICAR-505-1), Texas Transportation Institute, Texas A&M University, College Station, Texas, USA, 2015
13. Castro M., Sanchez J.A., “Fatigue and healing of asphalt mixtures: discriminate analysis of fatigue curves”, J. Transp. Eng. 132, 168e174, 2006
14. Sybilski D., “Non-Newtonian viscosity of polymer-modified bitumens”, Mater.Struct. 26 15–23., 1993
15. Tang J., Liu Q., Wu S., Ye Q., Sun Y., Schlangen E., “Investigation of the optimal self-healing temperatures and healing time of asphalt binders”, 2016
16. Ayar P., Moreno-Navarro F., Sol-Sanchez M., Rubio-Gamez M.C., “Exploring the recovery of fatigue damage in bituminous mixtures: the role of rest periods”, Materials and Structures, 2018
17. Hintz C., “Understanding Mechanisms Leading to Asphalt Binder Fatigue”, 2012
18. Baglieri O., Tsantilis L., “Polito protocol for the Assessment of self-healing of bituminous binder”
19. Safaei F., Hintz C., “Investigation of the Effect of Temperature on Asphalt Binder Fatigue”, 2014