

POLITECNICO DI TORINO

Corso di Laurea Magistrale in Ingegneria Civile A.a. 2020/2021 Tesi di Laurea Magistrale

Indagine sperimentale sulle proprietà di autoriparazione di leganti bituminosi attraverso prove in scansione lineare di deformazione

Relatori: Prof. Orazio BAGLIERI Ing. Lucia TSANTILIS Ing. Fabrizio MIGLIETTA

> Candidato: Sebastiano Giuseppe GEMELLI

Abstract 🛝

Il termine *self-healing* fa riferimento alla capacità di autoriparazione di alcuni materiali, i quali sono in grado di recuperare le proprie caratteristiche deteriorate in seguito a danneggiamento.

Questo fenomeno interessa in natura vari tipi di materiali, tra cui i leganti bituminosi, ed è influenzato sia da caratteristiche intrinseche ai leganti stessi, che a fattori esterni quali temperatura, tempo e ampiezza del carico applicato.

Numerosi sono stati gli studi e le metodologie sviluppate negli anni al fine di caratterizzare e quantificare la capacità di autoriparazione dei leganti bituminosi. Tuttavia, ancora oggi non esiste un metodo di prova standardizzato. Tra le differenti tipologie di protocolli proposti, nell'ambito del presente lavoro sperimentale è stato adottato la metodologia basata su prove di fatica, denominate LAS.

Nello specifico, la prova LAS (*Linear Amplitude Sweep*) è condotta in regime oscillatorio e permette la caratterizzazione della resistenza del materiale sottoposto a danneggiamento. Tale procedura è stata successivamente modificata per valutare la capacità di autoriparazione nei leganti bituminosi, denominata con l'acronimo LASH (*Linear Amplitude Sweep-based Healing*).

In questo contesto si inserisce il presente elaborato, con l'obiettivo di proporre modifiche migliorative alla procedura LASH al fine di superare complicanze di tipo operativo e analitico.

I materiali oggetto di studio sono due bitumi vergini, caratterizzati da un grado di penetrazione pari a 50/70 e 70/100, rispettivamente. Le prove LASH proposte con le specifiche modifiche, sono state sviluppate tramite il reometro rotazionale a taglio, DSR (*Dynamic Shear Rheometer*).

I risultati ottenuti, opportunamente modellati, hanno evidenziato la validità delle modifiche apportate alla procedura di prova, sottolineando, altresì l'importanza dei periodi di riposo dalle cui caratteristiche dipende direttamente la capacità di autoriparazione.

Abstract 跳

Self-healing refers to the capability of materials, which are capable of restoring their characteristics after being subjected to damage.

This phenomenon occurs in various types of materials, including bituminous binders, and it is influenced both by the intrinsic characteristics of the binder and by external factors such as temperature, time and loading.

Several studies have been developed in order to characterize and quantify the self-healing capability of bituminous binders. However, self-healing still lacks a standardized test method. Among the different types of protocols proposed by the scientific community, the protocol used in this experimental investigation was based on the linear amplitude sweep test (LAS).

LAS test allows the characterization of the resistance of material to damage by imposing linearly increasing sinusoidal loading. This procedure has been recently modified to evaluate the self-healing capability of bituminous binders, named with the acronym LASH (Linear Amplitude Sweep-based Healing).

In this context, the present experimental study aims at improving the LASH procedure in order to avoid possible drawbacks occurring while testing and during the analytical process.

Two traditional bitumens, characterized by different penetration grades, were tested by means of the Dynamic Shear Rheometer.

Obtained results were properly analysed by adopting two different approaches. Corresponding outcomes were found to be coherent with the expectations and provide a good tool to discriminate the healing response of considered binders.

Indice

INTRODUZIONE				
1. STATO DELL'ARTE				
2. APPROCCI SPERIMENTALI				
2.1 Strumentazione 25				
2.2 Materiali e Metodi 27				
2.3 Preparazione dei campioni				
2.4 Prove sperimentali				
2.4.1 Caratterizzazione in campo viscoelastico lineare				
2.4.2 Caratterizzazione in campo viscoelastico non lineare				
2.4.3 Resistenza a fatica (LAS)				
2.4.4 Valutazione dell'autoriparazione				
2.4.4.1 Autoriparazione (LASH)				
2.4.4.2 Indurimento sterico (LAS-SH) 40				
3. ANALISI DATI 45				
3.1 Caratterizzazione in campo viscoelastico lineare				
3.2 Resistenza a fatica (LAS) 50				
3.3 Osservazioni sperimentali 53				
3.3.1 Danneggiamento a γ = 50% $\gamma(\tau_{peak})$				
3.3.2 Danneggiamento a $\gamma = \gamma(\tau_{peak})$				
3.3.3 Confronto prove LASH57				
3.3.4 Indurimento sterico (LAS-SH)60				
3.3.5 Andamento di G* durante il periodo di riposo62				

3.4	4 App	proccio analitico	. 64
	3.4.1	Approccio energetico	. 64
	3.4.2	Approccio mediante il modello S-VECD	. 72
	3.4.2.	1 Modello S-VECD considerando l'effetto della non linearità	. 85
4. CC	ONCLUSI	ONI	. 94

Indice delle figure

Figura 1: Stato tensionale indotto dal passaggio sulla pavimentazione stradale.	15
Figura 2: Rottura a pelle di coccodrillo (Riviera, 2016-2017)	16
Figura 3: Modello self-healing a tre step [6]	17
Figura 4: Reometro Physica MCR 301	25
Figura 5: Piatto superiore ed inferiore PP08	26
Figura 6: Gap tra il piatto superiore e inferiore	27
Figura 7: Riscaldamento della latta in forno prima del prelievo	28
Figura 8: Cassero e campione dopo riscaldamento in forno	29
Figura 9: Campione inserito tra i piatti prima della rasatura	29
Figura 10: Rasatura campione con spatolina preriscaldata	30
Figura 11: Campione a rasatura ultimata	30
Figura 12: Schema prova MSS (Underwood, 2015)	34
Figura 13: Grafico schematizzazione prova LAS	36
Figura 14: Grafico schematizzazione prova LASH I configurazione	39
Figura 15: Grafico schematizzazione prova LASH II configurazione	40
Figura 16: Grafico schematizzazione prova LAS-SH I configurazione	42
Figura 17: Grafico schematizzazione prova LAS-SH II configurazione	42
Figura 18: Curva maestra in regime oscillatorio	46
Figura 19: Costruzione curva maestra (Riviera, 2016-2017)	47
Figura 20: Grafico curve maestre in termini di modulo complesso	49
Figura 21: Grafico curve maestre in termini dell'angolo di fase	50
Figura 22: Curva tensione-deformazione prove LAS, bitume 50/70	51
Figura 23: Curva tensione-deformazione prova LAS, bitume 50/70 con	
valutazione di $\gamma(\tau_{peak})$	51
Figura 24: Prova LASH con periodo di riposo di 0 minuti al 50% $\gamma(\tau_{peak})$, bitume	
70/100	54

Figura 25: Prova LASH con periodo di riposo di 120 minuti al 50% $\gamma(\tau_{peak})$, bitume
70/100
Figura 26: Prova LASH con periodo di riposo di 0 minuti a $\gamma(\tau_{peak})$, bitume 70/100
Figura 27: Prova LASH con periodo di riposo di 120 minuti a $\gamma(\tau_{peak})$, bitume
70/100
Figura 28: Grafico tipo di prove LASH a 50% $\gamma(\tau_{peak})$, bitume 50/70 58
Figura 29: Grafico tipo di prove LASH a 50% $\gamma(\tau_{peak})$, bitume 70/100 58
Figura 30: Grafico tipo di prove LASH a $\gamma(\tau_{peak})$, bitume 50/70
Figura 31: Grafico tipo di prove LASH a $\gamma(\tau_{peak})$, bitume 70/100
Figura 32: Grafico tipo prove LAS-SH, bitume 50/70
Figura 33: Grafico tipo prove LAS-SH, bitume 70/100
Figura 34: Andamento del modulo complesso nel periodo di riposo di 30 minuti,
bitume 50/70
Figura 25: Andamanta dal madula complessa nal pariada di rinasa di 120 minuti
rigura 33. Andamento del modulo complesso nel periodo di riposo di 120 minuti,
bitume 70/100
bitume 70/100
bitume 70/100
Figura 33: Andamento del modulo complesso nel penodo di nposo di 120 minuti,bitume 70/100Figura 36: Rappresentazione grafica dell'area considerata in una prova LAS 65Figura 37: Grafico variazione percentuale aree, bitume 50/70
Figura 33: Andamento del modulo complesso nel periodo di nposo di 120 minuti,bitume 70/100Figura 36: Rappresentazione grafica dell'area considerata in una prova LAS 65Figura 37: Grafico variazione percentuale aree, bitume 50/70
Figura 33: Andamento del modulo complesso nel periodo di nposo di 120 minuti,bitume 70/100Figura 36: Rappresentazione grafica dell'area considerata in una prova LAS65Figura 37: Grafico variazione percentuale aree, bitume 50/7070Figura 38: Grafico variazione percentuale aree, bitume 70/10070Figura 39: Confronto variazione HI nei due materiali71Figura 40: Rappresentazione grafica del parametro m, bitume 50/70
Figura 33: Andamento del modulo complesso nel penodo di nposo di 120 minuti,bitume 70/100Figura 36: Rappresentazione grafica dell'area considerata in una prova LAS65Figura 37: Grafico variazione percentuale aree, bitume 50/7070Figura 38: Grafico variazione percentuale aree, bitume 70/10070Figura 39: Confronto variazione HI nei due materiali71Figura 40: Rappresentazione grafica del parametro m, bitume 50/7075Figura 41: Rappresentazione grafica del parametro m, bitume 70/100
Figura 35: Andamento der modulo complesso her periodo di riposo di 120 minuti,bitume 70/10063Figura 36: Rappresentazione grafica dell'area considerata in una prova LAS65Figura 37: Grafico variazione percentuale aree, bitume 50/7070Figura 38: Grafico variazione percentuale aree, bitume 70/10070Figura 39: Confronto variazione HI nei due materiali71Figura 40: Rappresentazione grafica del parametro m, bitume 50/7075Figura 41: Rappresentazione grafica del parametro m, bitume 70/10075Figura 42: DCC di una prova LAS relativa al bitume 50/7076
Figura 33: Andamento del modulo complesso nel periodo di riposo di 120 minuti,bitume 70/10063Figura 36: Rappresentazione grafica dell'area considerata in una prova LAS65Figura 37: Grafico variazione percentuale aree, bitume 50/7070Figura 38: Grafico variazione percentuale aree, bitume 70/10070Figura 39: Confronto variazione HI nei due materiali71Figura 40: Rappresentazione grafica del parametro m, bitume 50/7075Figura 41: Rappresentazione grafica del parametro m, bitume 70/10075Figura 42: DCC di una prova LAS relativa al bitume 50/7076Figura 43: DCC di una prova LASH con periodo di riposo pari ai 120 minuti,
Figura 33: Andamento der modulo complesso ner periodo di riposo di 120 minuti,bitume 70/10063Figura 36: Rappresentazione grafica dell'area considerata in una prova LAS
Figura 33: Andamento del modulo complesso nel periodo di riposo di 120 minuti,bitume 70/10063Figura 36: Rappresentazione grafica dell'area considerata in una prova LAS 65Figura 37: Grafico variazione percentuale aree, bitume 50/70
Figura 33: Andamento der modulo complesso ner periodo di riposo di 120 minuti,bitume 70/100Figura 36: Rappresentazione grafica dell'area considerata in una prova LAS
Figura 33: Andamento der modulo complesso ner periodo di riposo di 120 minuti,bitume 70/100Figura 36: Rappresentazione grafica dell'area considerata in una prova LAS65Figura 37: Grafico variazione percentuale aree, bitume 50/70
Figura 33: Andamento der modulo complesso ner periodo di riposo di 120 minuti,bitume 70/10063Figura 36: Rappresentazione grafica dell'area considerata in una prova LAS

Figura 49: Confronto HI_C dei due materiali	3
Figura 50: Confronto HI _s dei due materiali8	\$4
Figura 51: DCC di una prova LASH, bitume 50/708	6
Figura 52: DCC NLVE di una prova LASH, bitume 50/70 8	\$7
Figura 53: DCC di una prova LASH con periodo di riposo di 24 ore, sul bitume	
50/70	8
Figura 54: DCC NLVE di una prova LASH con periodo di riposo di 24 ore, sul	
bitume 50/70	8
Figura 55: Andamento tipo delle curve DCC NLVE, bitume 50/70 8	9
Figura 56: Confronto della variazione del HI _C tra l'analisi LVE e NLVE, bitume	
50/70	0
Figura 57: Confronto della variazione del HI _s tra l'analisi LVE e NLVE, bitume	
50/70)1
Figura 58: DCC NLVE di una prova LASH con periodo di riposo di 30 minuti,	
bitume 70/100	12
Figura 59: DCC NLVE di una prova LASH con periodo di riposo di 120 minuti,	
bitume 70/100	12

Indice delle tabelle

Tabella 1: Prove eseguite su Bitume 50/70	. 43
Tabella 2: Prove eseguite su Bitume 70/100	. 44
Tabella 3: Parametri delle curve maestre	. 48
Tabella 4: Modulo complesso in campo viscoelastico lineare	. 49
Tabella 5: Valutazione $\gamma(\tau_{peak})$ per i due materiali	. 52
Tabella 6: Deformazioni analizzate	. 52
Tabella 7: Aree delle singole prove, bitume 50/70	. 66
Tabella 8: Aree delle singole prove, bitume 70/100	. 67
Tabella 9: Correzioni percentuali aree	. 68
Tabella 10: Aree depurate, bitume 50/70	. 69
Tabella 11: Aree depurate, bitume 70/100	. 69
Tabella 12: Parametro m nei due materiali	. 75
Tabella 13: Valori del parametro di steric hardening	. 79
Tabella 14: Valori HI _c	. 82
Tabella 15: Valori indici di autoriparazione	. 84
Tabella 16: Confronto HI _c analisi LVE-NLVE bitume 50/70	. 90
Tabella 17: Confronto HIs analisi LVE-NLVE bitume 50/70	. 90

INTRODUZIONE

Negli ultimi decenni, in seguito allo sviluppo tecnologico, si è assistito ad un incremento del traffico veicolare che ha portato alla necessità di avere a disposizione un quantitativo maggiore di infrastrutture, riducendone il più possibile gli interventi di manutenzione. Per tali motivi, è nata l'esigenza di avere a disposizione materiali sempre più performanti che consentano alla pavimentazione stradale una vita utile sempre più lunga. In particolare, durante la progettazione della pavimentazione stradale, è importante che vengano tenuti in conto i diversi degradi a cui questa è soggetta, in quanto questi, se non adeguatamente considerati, possono indurne il decadimento sia a livello strutturale che in termini di comfort e sicurezza.

Tali fenomeni di degrado sono molteplici e, nel caso specifico di una pavimentazione flessibile, sono principalmente le fessurazioni di origine termica, l'accumulo di deformazioni permanenti o ormaiamento e la rottura per fatica.

In particolare, la rottura per fatica, indotta dalle ripetute sollecitazioni prodotte dal traffico veicolare, è una delle principali cause di deterioramento, che porta alla rottura anche per livelli tensionali inferiori all'effettiva resistenza del materiale. Questa è caratterizzata dalla formazione di micro-fessure che, con il susseguirsi dei cicli di carico, che si propagano portando ad una riduzione di resistenza e rigidezza del materiale fino a rottura.

Appare chiaro come questo fenomeno di degrado abbia un'incisività critica sulla vita della pavimentazione e sia necessario comprenderlo appieno al fine di assicurare un'adeguata progettazione.

A tale scopo, numerose sono state le osservazioni in campo e gli studi in laboratorio che hanno permesso di mettere in evidenza come, nei leganti bituminosi soggetti a danneggiamento, nei periodi di riposo che si interpongono tra il passaggio di un veicolo e l'altro, si sviluppi un fenomeno che induca un parziale recupero in termini di rigidezza e resistenza.

Tale fenomeno viene chiamato autoriparazione (*self-healing* in inglese) ed influenzato sia da caratteristiche intrinseche al materiale stesso, che da fattori esterni, tra i quali temperatura, tempo e ampiezza del carico applicato. È inoltre una risorsa fondamentale da tenere in considerazione durante la progettazione di una pavimentazione stradale, in quanto tale capacità può aumentarne notevolmente la vita utile.

Diversi sono stati gli studi e le metodologie sviluppate negli anni al fine di caratterizzare e quantificare la capacità di autoriparazione nei leganti bituminosi, tuttavia ancora oggi non esiste una prova standardizzata.

Tra le diverse tipologie di protocolli proposti, basati su prove a fatica, la prova LAS (*Linear Amplitude Sweep*), condotta in regime oscillatorio, rappresenta uno standard per la caratterizzazione della resistenza del materiale sottoposto a danneggiamento. Tale procedura è stata successivamente modificata per valutare la capacità di autoriparazione nei leganti bituminosi, denominata con l'acronimo LASH (*Linear Amplitude Sweep-based Healing*).

In questo contesto si inserisce il presente elaborato, frutto di una sperimentazione condotta presso il laboratorio di materiali stradali del Dipartimento di Ingegneria dell'Ambiente, del Territorio e delle Infrastrutture (DIATI) del Politecnico di Torino, mediante l'uso del DSR (*Dynamic Shear Reometer*), con l'obiettivo di applicare la procedura LASH e proporre modifiche al fine di superare difficoltà di tipo operativo e analitico.

Di seguito, si riporta una breve descrizione del lavoro svolto.

Il primo capitolo è dedicato allo stato dell'arte, comprendente una panoramica degli studi condotti fino ad oggi sul fenomeno dell'autoriparazione e sui protocolli per caratterizzarne la capacità nei leganti bituminosi.

Nel secondo capitolo, viene introdotta la sperimentazione eseguita, descrivendo dettagliatamente la strumentazione usata, i materiali analizzati, la procedura per la preparazione dei campioni, nonché la descrizione degli approcci sperimentali e delle procedure di prova utilizzate.

Il terzo capitolo riporta i risultati ottenuti mediante l'analisi delle prove svolte, con particolare attenzione alla descrizione delle modellazioni analitiche utilizzate.

Infine, l'ultimo capitolo riporta le conclusioni tratte dalla presente sperimentazione.

1. STATO DELL'ARTE

Negli ultimi decenni, molti studi sono stati fatti riguardo il fenomeno del *selfhealing* dei materiali bituminosi.

Numerose sono state le definizioni date negli anni a questo fenomeno. Secondo Little et al. [1], l'autoriparazione dei leganti bituminosi può essere definita come un parziale ripristino della loro struttura intrinseca che avviene attraverso le superfici delle fessure adiacenti.

In termini generali, il fenomeno del *self-healing* viene definito come la capacità di un materiale di recuperare, almeno in parte, le proprie caratteristiche meccaniche in termini di rigidezza e resistenza a seguito di un danneggiamento.

Sono molti in natura i materiali che possiedono questa capacità, come ad esempio i metalli, il vetro, il cemento ed i polimeri. Essendo il bitume di natura polimerica, è in grado di esibire tale capacità e queste devono essere tenute in conto in quanto entrano in gioco nella determinazione della sua resistenza a fatica. A tale scopo è importante capire a pieno questo fenomeno e riuscire a quantificarlo nella maniera corretta.

Gli studi hanno riconosciuto che, per il progetto di una pavimentazione stradale, la capacità di autoriparazione dei materiali bituminosi è una risorsa importante da non trascurare, in quanto questa permette di considerare la reale vita di servizio, spesso sottostimata. Ne consegue una riduzione degli interventi di manutenzione, ovvero i costi, nonché una riduzione dell'impatto ambientale in termini di emissione di gas serra [2].

Nonostante i numerosi studi, tuttavia, ancora oggi non esiste un unico parametro per la quantificazione di tale capacità, in quanto dal confronto di questi, eseguiti sia in laboratorio che in sito, si evincono delle differenze nei risultati.

Per trovare una soluzione a questo problema, numerosi approcci e metodi di analisi sono stati usati negli anni con lo scopo di confrontare la risposta dei vari materiali a determinate condizioni di carico, sia in presenza che in assenza di periodi di riposo. Uno dei gruppi di ricerca impegnato su tale fronte, è il RILEM (*Réunion Internationale des Laboratoires et Experts des Matériaux*), dedito alla continua ricerca e sviluppo di materiali da costruzione. In particolare, tra le tante commissioni tecniche che ve ne fanno parte, vi è il CHA (*Crack Healing of Asphalt pavement materials*) il quale si propone come obbiettivo quello di definire linee guida per la definizione di un unico protocollo relativo allo studio della capacità di autoriparazione dei leganti bituminosi.

Il fenomeno dell'autoriparazione, per definizione, esiste in quanto sussiste un danneggiamento. Diversi sono i fenomeni di degrado cui è soggetta la pavimentazione stradale durante la sua vita utile. Con riferimento alle pavimentazioni flessibili, i fenomeni di degrado si traducono in una riduzione delle prestazioni in servizio. In seguito a ciò nascono fenomeni di decadimento strutturale, del livello di comfort e della sicurezza. I dissesti caratteristici cui sono soggette queste pavimentazioni sono principalmente tre:

- Rottura per fatica;
- Rottura di origine termica;
- Accumulo di deformazioni permanenti (ormaiamento).

Il fenomeno dell'autoriparazione si esplica nei confronti della fessurazione per fatica e durante la vita utile della pavimentazione, tali fenomeni si sviluppano in maniera antitetica La fessurazione per fatica si manifesta a causa delle tensioni indotte dal susseguirsi di numerosi cicli di carico e scarico nel tempo. Il processo inizia con la formazione di micro-fessure che successivamente si propagano generando macro-fessurazioni. Al fine di comprendere meglio cosa succede, possiamo schematizzare la sovrastruttura come un bistrato composto da una sommità in legante bituminoso poggiante su un supporto. Durante il passaggio del traffico veicolare, si vengono a generare delle sollecitazioni e, la parte legata, sotto il carico, si inflette e assume una configurazione deformata tale da individuare diverse condizioni di sollecitazione caratteristiche. In particolare durante il passaggio dello pneumatico si crea la seguente disposizione di tensioni (Figura 1): subito sotto il pneumatico, le fibre superficiali sono compresse mentre quelle più in profondità sono tese, viceversa, nell'area subito posta d'avanti e dietro lo pneumatico, la situazione è opposta, ovvero questa è caratterizzata da una tensione di trazione nella parte superficiale e compressione nell'altra.



Figura 1: Stato tensionale indotto dal passaggio sulla pavimentazione stradale

Dalla figura appare chiaro che in seguito al flusso veicolare, un generico punto della pavimentazione in superficie si troverà soggetto continuamente a stati tensionali ciclici di trazione-compressione, mentre un altro punto sulla stessa verticale ma più in profondità si troverà soggetto a tensioni duali. In seguito a ciò, i punti degli strati legati, al passaggio dei veicoli, sono soggetti ad una tensione ciclica con cambio di segno della sollecitazione e all'interno del materiale nascono degli spostamenti relativi che portano all'apertura di micro-fessure (*crack initiation*) che con il susseguirsi dei cicli tendono a propagarsi (*crack propagation*), producendo un ulteriore perdita di rigidezza e resistenza nel materiale (come è possibile anche vedere in Figura 3 in riferimento alla fatica). Con l'applicazione ripetuta di questi cicli di sollecitazioni di segno opposto, si raggiunge la condizione limite di rottura (*fatigue failure*) anche se gli stati di sollecitazione applicati sono inferiori alle condizioni di rottura statica.

La rottura per fatica è caratterizzata da una fessurazione diffusa sulla superficie della pavimentazione, denominata rottura a pelle di coccodrillo (Figura 2) in quanto questa non ha una direzione preferenziale ed è molto interconnessa.



Figura 2: Rottura a pelle di coccodrillo (Riviera, 2016-2017)

Considerando, inoltre, che questa tipologia di degrado non può esser evitata, appare chiaro che nella progettazione delle pavimentazioni stradali, vanno usati dei materiali dotati di una buona resistenza fatica che facciano sì che la rottura non avvenga prima di un prefissato numero di cicli di carico.

L'autoriparazione, d'altro canto, si contrappone costantemente alla fessurazione per fatica, durante il periodo di tempo tra il passaggio di un veicolo e l'altro, ovvero quando il carico viene rimosso, attraverso un progressivo recupero delle proprietà meccaniche.

Il processo dell'autoriparazione può essere schematizzato mediante il modello di Phillips [3] che si compone di tre fasi:

Inizialmente, si ha un flusso che permette l'avvicinamento delle superfici fessurate, fase propedeutica alla chiusura delle macro-fessure;

Successivamente, vi è il fenomeno dell'adesione e della bagnatura delle superfici fessurate, in contatto tra di loro. Questo fenomeno dipende dal tipo di bitume e dalle sue caratteristiche, in particolare bitumi con più alta energia superficiale possiedono una più alta velocità di adesione [4].

L'ultimo step consiste nel recupero delle proprietà meccaniche attraverso fenomeni di diffusione e randomizzazione delle molecole del bitume all'interfaccia della fessura. Tali fenomeni dipendono direttamente alla mobilità delle molecole di bitume [5].

Si ritiene che il primo step, caratterizzato da un recupero di rigidezza, avvenga più velocemente rispetto agli altri due che, invece, inducono un recupero della resistenza del materiale ma richiedono tempi prolungati.



Figura 3: Modello self-healing a tre step [6]

Il fenomeno dell'autoriparazione nei leganti bituminosi è dipendente da molti i fattori [7] distinguibili in:

- Fattori interni
- Fattori esterni

Fattori interni

I fattori interni influenzano la capacità di autoriparazione sia a livello di macroscala che di microscala. Per quanto riguarda la prima, i bitumi sono solitamente distinti secondo classi di penetrazione, temperatura di rammollimento, viscosità e modulo di rigidezza. A tal riguardo, molti studi hanno appurato che bitumi meno rigidi, ovvero con maggiore grado di penetrazione e minore temperatura di rammollimento, hanno una più elevata capacità di autoriparazione. Inoltre, la viscosità è un fattore molto importante ai fini della capacità di autoriparazione, in quanto bitumi con minore viscosità, fluiscono più facilmente all'interno delle fessure esibendo una maggiore capacità di autoriparazione [11,12].

Riguardo la microscala, invece, dagli studi effettuati è emerso che i fattori che influenzano in maniera rilevante la capacità di autoriparazione riguardano la composizione chimica, la microstruttura e la mobilità molecolare.

Per quanto riguarda la composizione chimica, Williams et al. [8], studiando la capacità di autoriparazione di cinque bitumi con diversa percentuale aromatici, anfoteri e contenuto di cera, hanno dimostrato che la capacità di autoriparazione è maggiore con bassi contenuti anfoteri e alti contenuti aromatici. Hanno inoltre osservato che il contenuto di eteroatomi favorisce l'autoriparazione poiché azoto, ossigeno e zolfo promuovono la polarità del bitume. Santagata et al. [9] conducendo uno studio su sei tipi di bitume 70/100, mediante *Thin-Layer Chromatography* e *Flame Ionization* *Detection*, hanno appurato che bitumi contenenti elevate frazioni a più basso peso molecolare hanno una migliore capacità di autoriparazione.

Per quanto riguarda la microstruttura e la mobilità molecolare, Kim et al. [5] hanno proposto due parametri per relazionare la struttura molecolare del bitume con la sua capacità di autoriparazione. In particolare hanno osservato che più la struttura molecolare tende ad essere lunga e sottile (con meno catene ramificate), più facilmente le molecole di bitume riescono a migrare tra le facce della fessura (maggiore mobilità molecolare), favorendone la capacità di autoriparazione. Questi risultati sono stati avvalorati da Sun et al. [10] che, analizzando quattro tipi di bitume con diversi gradi di penetrazione, hanno riscontrato che quello con un maggiore rapporto tra il contenuto di molecole piccole e quelle grandi, ha maggiore capacità di autoriparazione. Gli stessi hanno anche confermato come bitumi con catene meno ramificate e con maggiore contenuto di molecole lunghe e sottili esibiscano una maggiore capacità di autoriparazione.

La capacità di autoriparazione, oltre che dai fattori già menzionati, è anche influenzata dalla presenza modificatori o additivi aggiunti all'interno del bitume. Con riferimento agli additivi di natura polimerica, nonostante i numerosi studi eseguiti, ad oggi non è del tutto chiaro il loro effetto sulla capacità di autoriparazione. Lee et al. [13] hanno studiato il potenziale di autoriparazione di bitumi modificati con diversi modificatori come stirenebutadiene-stirene (SBS), e gilsonite, identificando nel bitume modificato con SBS il materiale con migliore capacità autoriparativa. Carpentiere e Shen [14], nei loro studi, hanno osservato che la velocità di autoriparazione dei leganti modificati con polimeri è maggiore rispetto a quelli vergini. Anche Sun et al. [15] hanno concluso che bitumi modificati con SBS mostrano una migliore efficienza dell'autoriparazione rispetto ad altri bitumi tradizionali con diverso grado di penetrazione analizzati. Questo è stato associato al fatto che le lunghe catene meno ramificate dell'SBS promuovono una maggiore velocità di diffusione tra le facce della fessura. Little et al. [1], invece, hanno dimostrato che la modifica con SBS e polietilene a bassa densità (LDPE) riducono la capacità di autoriparazione in quanto agiscono come un sistema di riempimento che limita il potenziale contatto. Questo, secondo gli autori, potrebbe essere dovuto alle reti polimeriche che assorbono le componenti a basso peso molecolare del bitume, con aumento delle componenti asfalteniche che genera una ridotta capacità di fluire, provocando quindi una riduzione del potenziale di autoriparazione.

Fattori esterni

Come i fattori interni, anche quelli esterni possono portare effetti positivi e negativi sulla capacità di autoriparazione dei leganti bituminosi. Quelli che influiscono maggiormente sono: periodo di riposo, temperatura, condizione di carico, livello di danno, invecchiamento e umidità.

La temperatura è un fattore importante in quanto è ampiamente dimostrato che a temperature sufficientemente elevate, il fenomeno dell'autoriparazione avviene a velocità maggiori [1]. Riguardo l'andamento dell'incremento della capacità di autoriparazione con la temperatura, questo non è lineare come dimostrato da Kim et al. [16]. Affinché si ottenga una capacità di autoriparazione ottimale, molti studiosi sostengono che la temperatura debba essere compresa in un range che varia tra 30 °C e 70 °C, in funzione del tipo di bitume e del suo livello di invecchiamento [17,12,18]. Se la temperatura è troppo bassa, la fessura rischia di rimanere aperta [19], ma se questa è troppo alta si rischia che la capacità di autoriparazione venga ridotta dall'eccessivo drenaggio del bitume sotto gravita [18]. Temperature troppo elevate potrebbero essere deleterie in quanto possono accelerare l'invecchiamento. In base a ciò, per ogni materiale bisognerebbe fissare una propria temperatura ottimale, che dipende anche dalle proprietà reologiche [18]. Riguardo le condizioni di carico, è stato osservato che queste influenzano la capacità di autoriparazione, in particolare, la risposta del bitume in questi termini cambia in base alla modalità di applicazione (a controllo di deformazione o di tensione), al tipo (intermittente o interrotto), ai livelli ed alle frequenze con cui il carico viene applicato. In particolare alti livelli di sollecitazione o deformazione da hanno un effetto negativo sulla capacità di autoriparazione [20].

Il livello di danno influisce sull'autoriparazione, in quanto questa risulta essere minima per alti livelli di danno.

L'invecchiamento è un altro fattore da cui dipende la capacità di autoriparazione. Van den Bergh et al. [21] hanno mostrato che le capacità di autoriparazione di un campione invecchiato in laboratorio risultava superiore rispetto ad un campione invecchiato sul campo. Recentemente, Canestrari et al. [22] hanno concluso che l'invecchiamento a lungo termine in laboratorio potrebbe migliorare la capacità di autoriparazione di bitumi modificati con SBS.

Per quanto riguarda l'umidità, ricerche passate hanno rilevato che questa ha un effetto negativo sulla capacità di autoriparazione. Tuttavia, Zollinger et al. [23] hanno mostrato che l'umidità potrebbe promuovere la capacità di autoriparazione a lungo termine dei bitumi.

L'autoriparazione si esplica se esiste un periodo di riposo applicato. La lunghezza del periodo di riposo, affinché si possa sviluppare un adeguato grado di autoriparazione, dipende sia dalle caratteristiche del legante che dalle condizioni di carico [24]. È generalmente accettato come valore ottimale del periodo di riposo circa una quantità pari a dieci volte il tempo di caricamento [25].

In base a quanto discusso è evidente che un metodo efficace per incrementare l'autoriparazione possa essere quello di promuovere l'utilizzo di temperature più alte o allungare i tempi di riposo per dare possibilità al materiale di sviluppare il fenomeno. A tal riguardo un metodo pratico è quello del riscaldamento della pavimentazione tramite induzione, usato come approccio di manutenzione preventiva [26]. Altro metodo potrebbe essere l'aggiunta di micro capsule contenenti degli agenti autoriparanti che rompendosi in seguito alla fessurazione, permettano una più rapida autoriparazione [27].

È doveroso notare, tuttavia, che durante il periodo di riposo, non avviene solo il fenomeno dell'autoriparazione, ma avvengono anche dei fenomeni estranei a essa che contribuiscono al recupero delle caratteristiche del materiale, come la tissotropia. È quindi importante conoscere questi altri fenomeni concomitanti al fine di non sovrastimare l'effettiva capacità autoriparativa del materiale.

La tissotropia è una proprietà del bitume legata alla sua natura di fluido non Newtoniano, che permette una riduzione della viscosità quando il materiale è soggetto ad un flusso, permettendone poi un recupero in seguito alla rimozione del carico [22]. Questa quindi, dipende dal tempo ed agisce sia durante l'applicazione del carico che durante il periodo di riposo. È legata alla natura colloidale del materiale, che fa sì che questo possa cambiare il proprio comportamento passando da un sistema "sol" del modello colloidale, legato al comportamento di un fluido Newtoniano, a quello "gel" di un fluido non Newtoniano a carattere tissotropico. In particolare, è stato dimostrato che in seguito all'applicazione di un carico, il bitume passa progressivamente da un comportamento "gel" ad uno "sol" per effetto della tissotropia, mentre alla rimozione del carico cioè durante i periodi di riposo, il processo si inverte [28]. Essendo che questo fenomeno di recupero avviene durante il tempo di riposo, esso agisce in concomitanza con quello dell'autoriparazione e quindi se non tenuto in conto può portare ad una sovrastima di questo. Va notato, tuttavia, che mentre per il fenomeno dell'autoriparazione è necessario un danno, per la tissotropia no.

Analogamente al fenomeno tissotropico, l'indurimento sterico è un fenomeno termicamente reversibile e dipendente dal tempo, e consiste in un progressivo aumento delle proprietà meccaniche del materiale (rigidezza e resistenza), in seguito ad un riarrangiamento delle molecole che si verifica durante i periodi di riposo.

Risulta chiaro quanto sia importante riuscire a depurare dai risultati delle prove i vari contributi esterni al fine di riuscire a valutare l'effettiva capacità di autoriparazione del legante.

Ad oggi, diversi protocolli sono stati elaborati al fine della valutazione dell'effettiva capacità di autoriparazione dei bitumi [29]. Un primo protocollo, sviluppato da alcuni studiosi del Politecnico di Torino [30], prevede prove di *Time sweep*. In particolare, sono state proposte due tipologie di prova. Una prima, con materiale in condizioni pre-danneggiate, ovvero sottoposto a due fasi di carico intervallate da un periodo di riposo, nel quale si sviluppava sia il fenomeno dell'autoriparazione che dell'indurimento sterico. La seconda, invece, prevedeva lo studio del comportamento del materiale sottoposto ad un periodo di riposo e successivamente ad una fase di carico, il tutto condotto alla medesima temperatura e tempo di riposo della prima prova. In questa, non essendo presente il pre-danneggiamento, si sviluppava solamente l'indurimento sterico. Tramite le due prove è stato possibile valutare un indice di autoriparazione epurato dall'effetto dell'indurimento sterico.

L'Università Politecnica delle Marche ha proposto prove di *Time sweep* mediante l'inserimento di periodi di riposo intermittenti. L'approccio analitico ha reso possibile lo studio dell'autoriparazione distinguendo una componente legata all'autoriparazione stessa e una componente relativa alla tissotropia.

Un altro protocollo si basa sul test LAS (*Linear Amplitude Sweep*) [31] e sull'analisi tramite il modello S-VECD (*Simplified Viscoelastic Continuum Damage*) [32]. Per quanto riguarda la prova LAS, normata dalla AASHTO TP101-14 [33], è una prova sviluppata specificatamente per la valutazione della resistenza a fatica dei leganti bituminosi ed è condotta in regime oscillatorio. Inizialmente Johnson et al. [34] proposero la procedura per la fase di carico iniziale che successivamente venne semplificata da Hintz et al. [35].

Recentemente, Wang et al. [36] hanno proposto una modifica a tale prova per valutare la capacità di autoriparazione nei leganti bituminosi, denominata con l'acronimo LASH (*Linear Amplitude Sweep-based Healing*). In questa, inizialmente, viene definito un parametro di danno critico Sf, rappresentante il valore di danno alla rottura per fatica. Vengono poi condotte delle prove in cui il materiale è sottoposto a differenti livelli di danno pari 25%, 50%, 75% e 125% di Sf, e successivamente soggetto a un periodo di riposo di differente lunghezza pari a 60, 300, 900 e 1800 secondi. Successivamente i risultati vengono analizzati con il modello S-VECD ottenendo delle DCC (*Damage Characteristic Curve*). Tuttavia, questa procedura presenta ancora alcune complicanze di tipo operativo ed analitico, cui è oggetto il presente lavoro di tesi. A tale scopo, la procedura LASH è stata modificata e applicata per valutare la capacità di autoriparazione di due bitumi vergini di diverso grado di penetrazione.

2. APPROCCI SPERIMENTALI

Nel seguente capitolo viene dettagliato il programma sperimentale svolto nel laboratorio di materiali stradali del Dipartimento di Ingegneria dell'Ambiente, del Territorio e delle Infrastrutture (DIATI) del Politecnico di Torino. Si descrivono, in particolare, la strumentazione utilizzata, il materiale analizzato e le procedure adottate in merito alla preparazione dei campioni per l'analisi. Vengono riportate infine le procedure dettagliate impiegate per lo svolgimento delle prove.

2.1 Strumentazione

Ai fini dello svolgimento di questo elaborato, lo strumento utilizzato è stato un Reometro Rotazionale (*Dynamic Shear Rheometer*). Questo genere di strumento consente di sottoporre il campione ad una sollecitazione di taglio mediante l'applicazione di momenti torcenti. Lo strumento utilizzato nello specifico è il Physica MCR 301, prodotto dalla casa *Anton Paar* (Figura 4).



Figura 4: Reometro Physica MCR 301

Lo strumento è in grado di applicare al campione dei momenti torcenti, mediante l'uso di diversi sistemi di misura, in base al tipo di materiale da testare e della prova da eseguire. Il sistema di misura è costituito principalmente da due parti, un piatto superiore ed uno inferiore.

Il sistema di misura inferiore è fisso ed è solidale alla base dello strumento, dove è presente un elemento per il controllo della temperatura. Ciò è coadiuvato dalla presenza di una cappa superiore che conferisce un'ambiente a temperatura costante.

Il sistema di misura superiore, invece, è mobile ed è in grado di creare una coppia torcente mediante rotazione e oscillazione. In base al settaggio, è possibile condurre sia prove a controllo di tensione che di deformazione, riuscendo a determinare le proprietà reologiche del materiale.

Nella presente sperimentazione è stato usato un sistema di riferimento *PP08* della *Anton Paar*, composto da due Piatti Paralleli del diametro di 8 mm (Figura 5).



Figura 5: Piatto superiore ed inferiore PP08

Questi piatti sono disposti con un gap (distanza tra i piatti) pari a 2 mm come previsto dalla norma (AASHTO T315, 2010) ottenendo la configurazione di Figura 6 che mostra il gap tra i due piatti nella configurazione di prova usata, tra i quali viene interposto il campione di materiale da testare.



Figura 6: Gap tra il piatto superiore e inferiore

Questa configurazione è caratterizzata da un campione di raggio R e altezza h a cui viene applicata una torsione M generata dal movimento del piatto superiore rispetto quello inferiore che invece rimane fermo. L'applicazione di un momento torcente M genera nel campione una tensione tangenziale media τ valutabile mediante la seguente espressione:

$$\tau = \frac{2 M}{\pi R^3}$$

A questa tensione τ corrisponde una deformazione γ massima pari a:

$$\gamma = \frac{\varphi R}{h}$$

Dove φ è l'angolo di deflessione.

2.2 Materiali e Metodi

I materiali sottoposti a sperimentazione sono due bitumi vergini, denominati rispetto al loro grado di penetrazione (bitume 50/70 e bitume 70/100), entrambi forniti dall'azienda *TOTAL*.

Per la caratterizzazione dei due bitumi oggetto di studio dal punto di vista della viscoelasticità lineare, sono state condotte delle prove in regime oscillatorio in scansione in frequenza (*Frequency Sweep test*).

2.3 Preparazione dei campioni

In questo paragrafo vengono descritte dettagliatamente le fasi che hanno condotto alla preparazione dei campioni soggetti all'analisi.

La fase iniziale è stata il prelievo del bitume precedentemente stoccato in un contenitore più grande, il quale è stato scaldato in forno a 150°C e mescolato al fine di omogeneizzarne il contenuto il più possibile (Figura 7).



Figura 7: Riscaldamento della latta in forno prima del prelievo

Successivamente, il materiale è stato prelevato dalla latta grande e colato all'interno di casseri in silicone e lasciato riposare a temperatura ambiente per un periodo di almeno 5 minuti. Infine, il materiale è stato stoccato a basse temperature, per prevenire fenomeni di indurimento sterico.

Per ogni prova eseguita, una quantità di bitume compresa tra 0,230 e 0,250 grammi materiale è stata prelevato mediante l'ausilio di una spatolina ben riscaldata.

Successivamente, il materiale è stato posizionato in cassero e inserito in forno preriscaldato a 130°C per un tempo pari a 5 minuti, al fine di preformare il

campione. Trascorso questo tempo il cassero viene estratto dal forno ed ulteriormente mescolato con un tondino metallico del diametro di 1 mm al fine di renderlo omogeneo (Figura 8).



Figura 8: Cassero e campione dopo riscaldamento in forno

Il campione così ottenuti viene tenuto per almeno 10 minuti a temperatura ambiente e successivamente introdotto in congelatore per un periodo di 5 minuti allo scopo di facilitarne lo scassero per l'inserimento tra i piatti del reometro. Durante questo tempo, sullo strumento viene impostata una temperatura dei piatti pari a quella di adesione al fine di garantire questa tra piatti e provino. In particolare nel caso di questa sperimentazione per il bitume 50/70 è stata usata temperatura di 48°C, mentre per il 70/100 di 46,5°C.

Trascorsi i 5 minuti il cassero viene estratto dal congelatore ed inserito tra i piatti del sistema di misura (Figura 9), ad una distanza di 2,1 mm.



Figura 9: Campione inserito tra i piatti prima della rasatura

Ciò consente la rasatura del provino mediante una spatolina adeguatamente riscaldata (Figura 10).



Figura 10: Rasatura campione con spatolina preriscaldata

Infine, si procede ad un ulteriore abbassamento del piatto superiore di 0,1 mm portando il gap a 2 mm (Figura 11).



Figura 11: Campione a rasatura ultimata

Le fasi precedentemente descritte sono le medesime per tutte le tipologie di prova trattate in questa sperimentazione.

2.4 Prove sperimentali

Al fine di caratterizzare al meglio l'effettiva capacità di autoriparazione dei due materiali analizzati, sono state eseguite differenti tipologie di prova.

Prove preliminari sono state eseguite al fine di valutare il comportamento del materiale in campo viscoelastico lineare e non lineare. Il comportamento in campo viscoelastico lineare è stato determinato attraverso prove di *frequency*

sweep, mentre la caratterizzazione della componente viscoelastica non lineare del materiale è stata condotta con prove denominate *Multiple Strain Sweep* (MSS).

Successivamente, sono state eseguite delle prove Linear Amplitude Sweep con lo scopo di indagare la resistenza del materiale al danneggiamento in assenza di autoriparazione.

Quest'ultima invece è stata valutata attraverso prove denominate LASH (*Linear Amplitude Sweep based Healing*), affiancate da prove LAS-SH (Linear Amplitude Sweep with Steric Hardening) al fine di quantificare l'effetto dell'indurimento sterico.

La descrizione delle specifiche prove è riportata nei sottoparagrafi seguenti. Si specifica che per ogni tipologia di prova sono state condotte almeno due ripetizioni e ognuna di esse ha previsto una fase di condizionamento pari a 30 minuti alla temperatura di prova.

2.4.1 Caratterizzazione in campo viscoelastico lineare

La caratterizzazione del materiale in campo viscoelastico lineare (LVE), è stata effettuata tramite prove di *Frequency Sweep (FS)*. Queste prove permettono di analizzare la risposta del materiale non danneggiato, in campo viscoelastico lineare, al variare della temperatura e della frequenza dell'ampiezza di oscillazione applicata. La temperatura di prova varia tra 34 e 4°C con intervalli regolari di 6°C e frequenza angolare (ω) tra 1 e 100 rad/s.

Queste prove si compongono delle seguenti fasi:

- 1. Condizionamento campione a T=34°C per 30 minuti;
- 2. Prova in scansione di frequenze, facendo variare queste tra 1 e 100 rad/s ad una temperatura T=34 °C ed ampiezza di deformazione che varia da γ =0,5 % per ω =1 rad/s a γ =0,2 % per ω =100 rad/s;
- 3. Condizionamento della durata di 15 minuti a T=28°C;

- Prova in scansione di frequenze, facendo variare queste tra 1 e 100 rad/s ad una temperatura T=28°C ed ampiezza di deformazione che varia da γ=0,35 % per ω=1 rad/s a γ=0,15 % per ω=100 rad/s;
- 5. Condizionamento della durata di 15 minuti a T=22°C;
- Prova in scansione di frequenze, facendo variare queste tra 1 e 100 rad/s ad una temperatura T=22 °C ed ampiezza di deformazione che varia da γ=0,25 % per ω=1 rad/s a γ=0,1 % per ω=100 rad/s;
- 7. Condizionamento della durata di 15 minuti a T=16°C;
- Prova in scansione di frequenze, facendo variare queste tra 1 e 100 rad/s ad una temperatura T=16 °C ed ampiezza di deformazione che varia da γ=0,2 % per ω=1 rad/s a γ=0,1 % per ω=100 rad/s;
- 9. Condizionamento della durata di 15 minuti a T=10°C;
- 10. Prova in scansione di frequenze, facendo variare queste tra 1 e 100 rad/s ad una temperatura T=10 °C ed ampiezza di deformazione che varia da γ =0,15 % per ω =1 rad/s a γ =0,1 % per ω =100 rad/s;
- 11. Condizionamento della durata di 15 minuti a T=4°C;
- 12. Prova in scansione di frequenze, facendo variare queste tra 1 e 100 rad/s ad una temperatura T=4 °C ed ampiezza di deformazione che varia da γ =0,1% per ω =1 rad/s a γ =0,05 % per ω =100 rad/s;

2.4.2 Caratterizzazione in campo viscoelastico non lineare

Per la caratterizzazione in campo viscoelastico non lineare, ai fini di separare gli effetti della componente reversibile, dovuta alla non linearità da quella irreversibile, dovuta ai fenomeni di danneggiamento, sono state effettuate delle prove di *Multiple Strain Sweep* (MSS). Queste, condotte a scansione di deformazione, permettono di valutare la norma del modulo complesso in funzione della deformazione, ottenuta in seguito all'applicazione di un'oscillazione crescente. La prova si compone di una serie di gruppi, è il

valore minimo della deformazione, mentre il valore massimo varia a seconda dei gruppi. In particolare, nel primo gruppo viene impostato un valore limite per la deformazione massima sufficientemente basso, in modo tale da essere sicuri di ricadere in campo viscoelastico lineare, in assenza di danno. Nei gruppi successivi invece il limite di deformazione viene man mano incrementato, passando così dal campo viscoelastico lineare a quello non lineare e riuscendo a indagare i fenomeni di non linearità e danneggiamento. A differenza della prova Frequency Sweep, utilizzata per la caratterizzazione in campo viscoelastico lineare, condotta a temperature variabili, la prova MSS è stata condotta ad un'unica temperatura.

In questa sperimentazione, la temperatura è stata fissata a T=20°C (temperatura a cui sono state eseguite le successive prove MSS, LAS, LASH e LAS-SH). Sono stati usati 3 gruppi composti ognuno da 3 blocchi.

- I° Gruppo: costituito da 3 blocchi in cui l'ampiezza di deformazione viene fatta variare con andamento logaritmico da 0.05% a 0,5% e frequenza di 10 Hz;

 - II° Gruppo: costituito da 3 blocchi in cui l'ampiezza di deformazione viene fatta variare con andamento logaritmico da 0.05% a 5% e frequenza di 10 Hz;

- III° Gruppo: costituito anche questo da 3 blocchi in cui l'ampiezza di deformazione viene fatta variare con andamento logaritmico da 0.05% al valore di deformazione massima (considerato pari a quello ottenuto dalle prove LAS per i due materiali, ovvero 11,6% per il 50/70 e 10,9% per il 70/100) e frequenza costante pari a 10 Hz;



La Figura 12 mostra una schematizzazione della prova.

Figura 12: Schema prova MSS (Underwood, 2015)

2.4.3 Resistenza a fatica (LAS)

Ai fini della valutazione della deformazione a cui si assume che avvenga la rottura del materiale, è stata utilizzata la prova di *Linear Amplitude Sweep* (*LAS*). Questa, normata dalla AASHTO TP101-14, è una prova in regime oscillatorio che consente di valutare la risposta del materiale in termini di tensione tangenziale, in seguito all'applicazione di un'ampiezza di deformazione γ che cresce linearmente tra 0.1 e 30%, in un intervallo temporale pari a 5 minuti alla frequenza di 10 Hz.

Con riferimento alla normativa, questa impone di applicare 3100 cicli di carico, quindi, applicando una frequenza di 10 Hz ed acquisendo 1 punto al secondo, vengono registrati 310 punti. I primi 10 punti, corrispondenti ai primi 100 cicli di carico, vengono acquisiti ad un'ampiezza di deformazione costante pari a γ =0.1%; mentre gli altri 300 punti, ovvero gli altri 3000 cicli, vengono acquisiti con un'ampiezza di deformazione γ che cresce linearmente tra 0.1 e 30%, con incrementi regolari di 0.1%, in un intervallo temporale pari a 5 minuti.

In particolare, la procedura si è composta dalle seguenti fasi:

- Condizionamento del campione per 30 minuti alla temperatura di 20°C;
- 2. Frequency Sweep alla temperatura T=20°C ed ampiezza di deformazione γ =0.1%, in cui vengono acquisiti 12 punti nella seguente maniera:
 - Acquisizione di 5 punti in corrispondenza delle frequenze di 0,2-0,4-0,6-0,8-1Hz;
 - Acquisizione di 5 punti in corrispondenza delle frequenze di 2-4-6-8-10Hz;
 - Acquisizione di 2 punti in corrispondenza delle frequenze di 20 e 30Hz;
- 3. *FingerPrint*, fase della durata di 10 secondi ad una temperatura T=20°C in cui viene applicata un'ampiezza di deformazione γ =0.1% ad una frequenza di 10Hz. In questa fase vengono misurati 10 punti, uno al secondo;
- Load, Prova LAS della durata di 5 minuti, condotta ad una temperatura di 20°C e ad una frequenza costante di 10Hz, dove, l'ampiezza di deformazione γ viene fatta variare linearmente da 0,1 a 30% con incrementi di 0,1% acquisendo un punto per ogni incremento.

In Figura 13 viene riportato schematicamente l'andamento delle deformazioni nel tempo della prova LAS. In particolare nei primi 30 minuti avviene il condizionamento (parte non rappresentata nel grafico in quanto non vengono acquisiti punti), successivamente avviene la *Frequency Sweep* (FS) e il *FingerPrint* (FP). Infine è possibile osservare la variazione lineare dalla deformazione dal 0,1 al 30% nei 5 minuti (LOAD).



Figura 13: Grafico schematizzazione prova LAS

2.4.4 Valutazione dell'autoriparazione

La valutazione del potenziale di autoriparazione è stata effettuata con prove LASH. Tale protocollo è stato affiancato con prove denominate LAS-SH al fine di epurare i risultati complessivi da fenomeni di indurimento sterico, ottenendo così, l'effettiva capacità di autoriparazione del materiale.

2.4.4.1 Autoriparazione (LASH)

Nel 2017, Wang et al. [36] hanno proposto una modifica alla prova LAS (*Linear Amplitude Sweep*) al fine di riuscire a valutare la capacità di autoriparazione nei leganti bituminosi, ottenendo una prova denominata con l'acronimo LASH (*Linear Amplitude Sweep based Healing*).

La LASH si differenzia dalla classica LAS in quanto in questa vengono applicate due fasi di carico, anziché una e, tra una fase e l'altra, è presente un periodo di riposo. Inizialmente, viene definito un parametro di danno critico Sf, rappresentante il valore di danno alla rottura per fatica. Vengono poi condotte delle prove pre-danneggiando il materiale al 25%, 50%, 75% e 125% Sf, fissando un periodo di riposo di 60, 300, 900 e 1800 secondi.

Riassumendo la procedura standard della LASH è la seguente:
- 1) Condizionamento del campione;
- Prima fase di carico (*I load*), in cui l'ampiezza di deformazione varia da 0.1% fino al valore che produce il 25%, 50%, 75% o il 125% Sf;
- Periodo di riposo (*rest period*), di 60, 300, 900 o 1800 secondi, durante il quale si sviluppa il fenomeno dell'autoriparazione;
- Seconda fase di carico (II load), in cui viene ripresa la sequenza di carico dalla deformazione applicata prima dell'inizio del periodo di riposo, fino alla deformazione del 30%.

Nello specifico del presente elaborato, la procedura LASH appena descritta è stata ulteriormente modificata. In particolare:

- La prima fase di carico (I load), viene fermata in funzione dell'ampiezza di deformazione $\gamma(\tau_{peak})$, ottenuto dalla LAS (vedi capitolo Analisi Dati);
- La seconda fase di carico (II load), viene fatta partire da una deformazione pari a 0,1% e successivamente portata al 30% in 5 minuti come nel caso delle LAS;
- Durante il periodo di riposo, vengono acquisiti dei punti in modo da poter monitorare il recupero del materiale durante il periodo di riposo.

Per quanto riguarda l'ampiezza di deformazione a cui è stata interrotta la prima fase di carico, sono stati usati due valori:

- $\gamma(\tau_{\text{peak}});$
- 50% $\gamma(\tau_{peak});$

dove γ (τ_{peak}) è stata valutata mediante le LAS (vedi capitolo Analisi Dati) e τ_{peak} è la tensione tangenziale di picco osservata nelle prove LAS.

Riguardo invece il periodo di riposo, sono stati considerati i seguenti valori:

- 5 minuti;
- 30 minuti;
- 120 minuti;
- 24 ore.

Per quanto riguarda l'acquisizione dei punti, nel tempo di riposo sono stati usate due diverse configurazioni. A questi periodi di riposo, è stata aggiunta una prova LASH in assenza del periodo di riposo.

I Configurazione

La prima configurazione si caratterizza per un'acquisizione pressoché continua, ovvero viene misurato un punto ogni 30 secondi durante il periodo di riposo nel quale viene applicata un'ampiezza di deformazione γ =0.1% con frequenza f=10Hz.

La procedura è composta dalle seguenti fasi:

- Condizionamento del campione per 30 minuti alla temperatura di 20°C;
- 2. Frequency Sweep alla temperatura T=20°C ed ampiezza di deformazione γ =0.1%, in cui vengono acquisiti 12 punti nella seguente maniera:
 - Acquisizione di 5 punti in corrispondenza delle frequenze di 0,2-0,4-0,6-0,8-1Hz;
 - Acquisizione di 5 punti in corrispondenza delle frequenze di 2-4-6-8-10Hz;
 - Acquisizione di 2 punti in corrispondenza delle frequenze di 20 e 30Hz;
- 3. *FingerPrint*, fase della durata di 10 secondi ad una temperatura $T=20^{\circ}C$ in cui viene applicata un'ampiezza di deformazione $\gamma=0.1\%$

ad una frequenza di 10Hz. In questa fase vengono misurati 10 punti, uno al secondo;

- 4. *I Load*: prova LAS, condotta ad una temperatura di 20°C e ad una frequenza costante di 10Hz, dove, l'ampiezza di deformazione γ viene fatta variare linearmente da 0,1 a $\gamma(\tau_{peak})$ o 50% $\gamma(\tau_{peak})$, con incrementi di 0,1%, misurando un punto per ognuno di questi.
- 5. Periodo di riposo (*rest period*), di durata variabile, condotto ad una temperatura T=20°C, frequenza costante di 10Hz e ampiezza di deformazione γ =0.1%. In questa fase viene acquisito un punto ogni 30 secondi;
- 6. II Load: prova LAS, della durata di 5 minuti, condotta ad una temperatura di 20°C e ad una frequenza costante di 10Hz, dove, l'ampiezza di deformazione γ viene fatta variare linearmente da 0,1 a 30% con incrementi di 0,1% acquisendo un punto per ogni incremento per un totale di 300 punti.

Una rappresentazione schematica di tale procedura, in questa configurazione è rappresentata nella Figura 14.



Figura 14: Grafico schematizzazione prova LASH I configurazione

II Configurazione

Questa seconda configurazione, (identificata con *) e rappresentata schematicamente in Figura 15, è stata eseguita per entrambe le ampiezze di deformazione e per i periodi di riposo di 30 e 120 minuti.

In essa, durante il periodo di riposo, ogni 5 minuti si ripete la seguente procedura:

- per i primi 4,75 minuti (285 secondi) di riposo (γ =0 e f=0), ovvero il reometro rimane fermo;

- acquisizione di 2 punti, rispettivamente a 292,5s e 300s con γ =0.1% e f=10Hz.



Figura 15: Grafico schematizzazione prova LASH II configurazione

2.4.4.2 Indurimento sterico (LAS-SH)

In queste prove viene osservato l'effetto dovuto all'irrigidimento sterico del materiale con lo scopo di quantificarlo e riuscire ad epurare i valori delle prove LASH. Per questo motivo, queste prove vengono condotte in assenza di pre-danneggiamento del materiale.

In questa sperimentazione sono state fatte diverse prove considerando come lunghezze del periodo di riposo i valori pari a 30 minuti, 120 minuti e 24 ore. Come per le LASH, anche queste prove sono state condotte nelle due differenti configurazioni di acquisizione dei punti durante il periodo di riposo prima descritti.

La procedura è composta dalle seguenti fasi:

- Condizionamento del campione per 30 minuti alla temperatura di 20°C;
- 2. Frequency Sweep alla temperatura T=20°C ed ampiezza di deformazione γ =0.1%, in cui vengono acquisiti 12 punti nella seguente maniera:
 - Acquisizione di 5 punti in corrispondenza delle frequenze di 0,2-0,4-0,6-0,8-1Hz;
 - Acquisizione di 5 punti in corrispondenza delle frequenze di 2-4-6-8-10Hz;
 - Acquisizione di 2 punti in corrispondenza delle frequenze di 20 e 30Hz;
- Periodo di riposo (*rest period*), di durata variabile, condotto ad una temperatura T=20°C, con numero di punti acquisito variabile in base alla configurazione di acquisizione usata;
- 4. *FingerPrint*, fase della durata di 10 secondi ad una temperatura T=20°C in cui viene applicata un'ampiezza di deformazione γ =0.1% ad una frequenza di 10Hz. In questa fase vengono misurati 10 punti, uno al secondo;
- 5. Load: prova LAS, della durata di 5 minuti, condotta ad una temperatura di 20°C e ad una frequenza costante di 10Hz, dove, l'ampiezza di deformazione γ viene fatta variare linearmente da 0,1 a 30% con incrementi di 0,1% acquisendo un punto per ogni incremento per un totale di 300 punti.

In base alla configurazione di acquisizione nel periodo di risposo, si ottengono rispettivamente le Figure 16 e 17.



Figura 16: Grafico schematizzazione prova LAS-SH I configurazione



Figura 17: Grafico schematizzazione prova LAS-SH II configurazione

Nelle Tabelle 1 e 2 vengono riportate tutte le prove svolte sui due materiali oggetto di analisi. Le prove sono state effettuate secondo le procedure descritte precedentemente in questo capitolo. Va tuttavia precisato che, quelle riportanti il simbolo " * " sono state condotte usando la seconda configurazione di acquisizione precedentemente descritta.

Materiale	Prova	Temperatura	Def. limite	Tempo riposo	Ripetizione
		4 10 10			1 Rip.
	FS	4-10-16- 22-28-34 °C	-	-	2 Rip.
		22 20 34 0			3 Rip.
					1 Rip.
	LAS	20 °C	-	-	2 Rip.
					3 Rip.
				0 min	1 Rip.
				5 min	1 Rip.
				511111	2 Rip.
			50% γ(τ _{peak})		1 Rip.
			(5 <i>,</i> 8%)	30 min	2 Rip.
					3 Rip.*
	LASH	20 °C		120 min	1 Rip.
					2 Rip.
BITUME				0 min 2 Ri 3 Ri 5 min 1 Ri	1 Rip.
50/70					2 Rip.
					3 Rip.
					1 Rip.
			$\gamma(\mathbf{r}, \mathbf{r})$		2 Rip.
			γ(tpeak) (11.6%)	1	1 Rip.
			(,,,,,,	30 min	2 Rip.
					3 Rip.*
				120 min	1 Rip.
					2 Rip.
				24 h	1 Rip
					1 Rip.
				30 min	2 Rip.
	LAS-SH	20 °C	-		3 Rip.*
				120 min	1 Rip.
				24 h	1 Rip.

Tabella 1: Prove eseguite su Bitume 50/70

Materiale	Prova	Temperatura	Def. limite	Tempo riposo	Ripetizione
	EC	4-10-16-		_	1 Rip.
	15	22-28-34 °C	-	-	2 Rip.
					1 Rip.
	LAS	20 °C	-	-	2 Rip.
					3 Rip.
				0 min	1 Rip.
				5 min	1 Rip.
				5 11111	$ 5 \min \frac{1 \text{ Rip.}}{2 \text{ Rip.}} \\ 30 \min \frac{1 \text{ Rip.}}{2 \text{ Rip.}} \\ 1 2 \text{ Rip.} \\ 2 \text{ Rip.} \\ 1 20 \min \frac{1 \text{ Rip.}}{2 \text{ Rip.}} \\ 3 \text{ Rip.} \\ 0 \min \frac{1 \text{ Rip.}}{2 \text{ Rip.}} \\ 2 \text{ Rip.} $
			50% γ(τ _{peak})	30 min	1 Rip.*
			(5 <i>,</i> 5%)	30 11111	2 Rip.*
			120 min	1 Rip.	
	LASH	20 °C		120 min	2 Rip.*
					3 Rip.*
70/100			0 min 5 min $\gamma(\tau_{\text{peak}})$ 20 min	0 min	1 Rip.
, 0, 100					2 Rip.
				5 min	1 Rip.
				2 Rip.	
				30 min	1 Rip.*
			(10,9%)	30 1111	2 Rip.*
					1 Rip.
				120 min	2 Rip.*
					3 Rip.
				24 h	1 Rip
				30 min	1 Rip.*
	1 A C_CH	20 °C	_	30 11111	2 Rip.*
	เสว-วที	20 C	-	120 min	1 Rip.*
				24 h	1 Rip.

Tabella 2: Prove eseguite su Bitume 70/100

3. ANALISI DATI

Nel presente capitolo vengono presentate le analisi eseguite sulle prove sperimentali, nonché i risultati ottenuti. In una prima parte viene analizzata la risposta dei materiali in campo viscoelastico lineare. Successivamente vengono presentate le prove LAS al fine di comprenderne l'andamento, esponendo delle osservazioni a riguardo. Nel paragrafo quattro invece vengono eseguite due tipologie di analisi al fine di caratterizzare la capacità di autoriparazione due leganti bituminosi. In particolare, nella prima viene usato un approccio energetico, mentre nella seconda vien applicato il modello VECD.

3.1 Caratterizzazione in campo viscoelastico lineare

Ai fini della caratterizzazione del materiale in campo viscoelastico lineare (LVE), le prove eseguite sono state le *Frequency Sweep (FS)*. In particolare, queste hanno permesso di analizzare la risposta del materiale non danneggiato, ovvero in campo viscoelastico lineare, in termini di norma del modulo complesso $|G^*|$ e dell'angolo di fase δ al variare della temperatura di prova e della frequenza dell'ampiezza di oscillazione applicata. Mediante queste è possibile ottenere la curva maestra del legante bituminoso in un piano bi-logaritmico (Figura 18).



Figura 18: Curva maestra in regime oscillatorio

In particolare, i parametri di posizione e forma che definiscono la curva maestra sono:

- Il modulo vetroso Gg: valore del modulo complesso tendente ad un asintoto orizzontale per alte frequenze e basse temperature e rappresenta la rigidezza corrispondente al comportamento idealmente elastico;
- *Frequenza di crossover* ω_c : frequenza data dall'intersezione tra l'asintoto viscoso e quello vetroso, in cui il passa da un comportamento prevalentemente elastico ad uno viscoso.
- *Indice reologico R*: differenza che si ha tra il modulo vetroso ed il modulo complesso alla frequenza di crossover.

Dalla curva e dai parametri si coglie la tempo-dipendenza dei materiali bituminosi. Tuttavia, la strumentazione non consente di indagare tutte le frequenze in gioco; per ovviare a ciò e costruire l'intera curva maestra, viene sfruttato il Principio di equivalenza tempo-temperatura.

Sfruttando tale principio, la risposta reologica, corrispondente ad una variazione della frequenza di carico, si può ottenere anche a seguito della variazione della temperatura di prova. A tal proposito, viene fissata una temperatura di riferimento T_{ref} alla quale verrà valutata una porzione della

curva. Effettuando prove a temperature maggiori o minore della T_{ref} , otterremo rispettivamente curve più basse o più alte. Una volta ottenute queste porzioni di curve, si procede alla costruzione della curva maestra mediante la traslazione orizzontale delle curve ottenute a temperature diverse dalla T_{ref} , mediante l'uso di opportuni *shift factors* dipendenti dalla temperatura. In particolare, le curve ottenute ad una temperatura maggiore di quella di riferimento, verranno traslate verso sinistra (Figura 19).

A livello operativo il principio di equivalenza è trasposto nel metodo delle variabili ridotte, dove quando si trasla la curva, l'informazione è traslata solo con riferimento alla sua frequenza, cioè non varia l'ordinata ma sono la frequenza.



Frequenza ridotta, logϖ

Figura 19: Costruzione curva maestra	(Riviera,	2016-2017)
--------------------------------------	-----------	------------

In particolare, per la costruzione viene utilizzata una frequenza ridotta ω_r , cioè quella della prova (ω_s) ricondotta alla temperatura d'interesse mediante un coefficiente di traslazione o *shift factor* $\alpha(T)$:

$$\omega_r = \omega_s \cdot \alpha(T)$$

Riscrivendo tale equazione in termini logaritmici si ha:

$$log\omega_r = log\omega_s + log\alpha(T)$$

Sebastiano G. Gemelli

Dall'equazione risulta chiaro che si esegue una traslazione pari proprio al valore del log $\alpha(T)$. Diverse sono le formulazioni analitiche sviluppate nel tempo per lo *shift factor*, la più usata è l'equazione di Williams-Landel-Ferry:

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

dove C_1 e C_2 sono due costanti che dipendono dalla natura del materiale, T è la temperatura di prove e T_{ref} è quella di riferimento.

A seguito dell'operazione di *shifting*, i dati sono stati modellati con l'equazione matematica proposta da Christensen-Anderson-Marasteanu, anche denominato *CAM model*:

$$G^*(\omega_r) = G_g \left[1 + \left(\frac{\omega_c}{\omega_r}\right)^{\frac{\log 2}{R}} \right]^{-\frac{mR}{\log 2}}$$
$$\delta(\omega_r) = \frac{90 m}{\left[1 + \left(\frac{\omega_r}{\omega_c}\right)^{\frac{\log 2}{R}} \right]}$$

dove: G_g è il modulo vetroso, ω_r è la frequenza ridotta, ω_c è la frequenza di crossover, R l'indice reologico ed m è un parametro del modello.

I risultati ottenuti attraverso le formulazioni appena introdotte sono riportati in Tabella 3.

	BITUME 50/70	BITUME 70/100
T_{ref}	20	20
C ₁	17,8	14,2
C2	146,6	127,9
log(G _g)	2,89	2,86
log(ω _c)	2,24	3,26
R	1,66	1,29
m	1,04	0,98

Tabella 3: Parametri delle curve maestre

Dall'applicazione di questi è stato possibile ottenere i grafici delle curve maestre in termini di modulo complesso al variare della frequenza ridotta (Figura 20).



Figura 20: Grafico curve maestre in termini di modulo complesso

Dall'andamento delle curve si nota come il bitume 50/70 abbia a parità di frequenza ridotta, moduli complessi maggiori rispetto al 70/100. Questa differenza è molto più evidente per basse frequenze ridotte, ovvero ad alte temperature.

L'analisi delle curve maestre è stata propedeutica per le successive analisi per la determinazione del modulo complesso in campo viscoelastico lineare $|G^*|_{LVE}$, valutato a una frequenza di 10 Hz e una temperatura di 20°C (Tabella 4).

BITUME	Т	f	f	log(a⊤)	f _R	G* LVE
	[°C]	[Hz]	[rad/s]	[-]	[rad/s]	[MPa]
50/70	20	10	62,83	1,0	62,83	8,23
70/100	20	10	62,83	1,0	62,83	5,75

Tabella 4: Modulo complesso in campo viscoelastico lineare

Altra rappresentazione delle curve maestre ottenibile e, che conferma ulteriormente questa differenza di rigidezza tra i due bitumi, è quella in termini dell'angolo di fase δ (Figura 21).



Figura 21: Grafico curve maestre in termini dell'angolo di fase

Dal grafico si nota che, a parità di frequenza ridotta, il bitume 70/100 presenta un angolo di fase maggiore rispetto al secondo, indicazione di un comportamento meno elastico rispetto al bitume 50/70. Ciò è coerente con i gradi di penetrazione riportati dai due materiali.

3.2 Resistenza a fatica (LAS)

Dalle prove LAS è stato possibile ottenere per ogni ripetizione l'andamento della tensione tangenziale in funzione della deformazione angolare, che viene fatta variare dallo 0,1% al 30% in un intervallo di 5 minuti. In Figura 22 viene riportato un esempio delle curve ottenute dalle tre prove LAS effettuate sul bitume 50/70. Le stesse curve sono state ottenute per il bitume 70/100.



Figura 22: Curva tensione-deformazione prove LAS, bitume 50/70

Su ogni ripetizione della prova, è stata valutata la deformazione corrispondente alla massima tensione tangenziale (Figura 23).



Figura 23: Curva tensione-deformazione prova LAS, bitume 50/70 con valutazione di $\gamma(\tau_{peak})$

Successivamente dai tre valori di deformazione, ottenuti sulle rispettive ripetizioni della prova, è stata fatta la media al fine di ottenere un valore di

deformazione media corrispondente alla tensione tangenziale di picco $\gamma(\tau_{peak})$.

In Tabella 5 vengono mostrati i parametri delle tre ripetizioni per ogni materiale, nonché il valore della loro media.

BITUME	RIPETIZIONE	γ(τ _{peak}) [%]
50/70	1	11,5
	2	11,9
	3	11,6
	MEDIA	11,6
	1	10,9
70/100	2	11,0
	3	10,9
	MEDIA	10,9

Tabella 5: Valutazione $\gamma(\tau_{peak})$ per i due materiali

La definizione dei valori di deformazione γ (τ_{peak}) per entrambi i materiali, è stata necessaria per effettuare le prove LASH, durante le quali è necessario definire un valore di riferimento massimo raggiunto nella prima fase di carico. In particolare nelle prove LASH effettuate durante la presente sperimentazione, sono stati considerati due valori di deformazione pari al 50% γ (τ_{peak}) e γ (τ_{peak}). Nella Tabella 6 vengono riportati i valori utilizzati.

BITUME	50% γ(τ _{peak}) [%]	γ(τ _{peak}) [%]
50/70	5,8	11,6
70/100	5,5	10,9

Tabella 6: Deformazioni analizzate

3.3 Osservazioni sperimentali

Prima di procedere all'analisi dei dati, è stato necessario osservare i dati sperimentali ottenuti per effettuare considerazioni preliminari in seguito all'applicazione delle modifiche apportate al protocollo LASH.

Al fine di effettuare un confronto consistente tra le varie ripetizioni, è stato introdotto un parametro definito DMR (*Dynamic Modulus Ratio*). Tale parametro, elimina la variabilità tra le prove ed è definito come segue:

$$DMR = \frac{|G^*|_{fingerprint}}{|G^*|_{LVE}}$$

dove il $|G^*|_{LVE}$ è la norma del modulo complesso in campo viscoelastico lineare, caratteristico del materiale (precedentemente definito al paragrafo 3.1), mentre il $|G^*|_{\text{fingerprint}}$ è la norma del modulo complesso e viene valutato su ogni prova eseguita.

Le osservazioni sperimentali riportate nel seguito, fanno riferimento ad un solo materiale, in quanto gli andamenti qualitativi ottenuti per i due materiali oggetto di studio sono simili.

3.3.1 Danneggiamento a $\gamma = 50\% \gamma(\tau_{peak})$

Di seguito a titolo esemplificativo, vengono riportate due prove eseguite sul bitume 70/100, rappresentanti l'andamento delle tensioni tangenziali normalizzate rispetto al DMR, in funzione della deformazione. In Figura 24 viene raffigurata una prova eseguita senza periodo di riposo, mentre in Figura 25 questo è pari a 120 minuti.



Figura 24: Prova LASH con periodo di riposo di 0 minuti al 50% $\gamma(\tau_{peak})$, bitume 70/100

Nel grafico in Figura 24 è possibile osservare una prima fase (I load), caratterizzata da una deformazione che si interrompe in corrispondenza di un livello deformativo pari al 50% γ (τ_{peak}), indipendentemente dal periodo di riposo.

La seconda fase di carico (II load) è diagrammata per un valore di deformazione che varia da 0,1 al 30% e il suo andamento dipende dal tempo di riposo. In questo caso, inoltre, non può esistere autoriparazione in quanto si sta imponendo un periodo di riposo nullo. Si osserva come l'andamento iniziale della curva della seconda fase di carico risulta sovrapposto alla prima fase di carico. Ciò suggerisce che imporre una deformazione pari al 50% γ

 (τ_{peak}) non è sufficiente per indurre danneggiamento nel materiale. Gli unici fenomeni visibili sono quindi quelli riconducibili alla possibile non linearità del materiale.



Figura 25: Prova LASH con periodo di riposo di 120 minuti al 50% $\gamma(\tau_{peak})$, bitume 70/100

Osservato che a questa deformazione non si ha danneggiamento, nel momento in cui applichiamo un periodo di riposo, con riferimento al grafico in Figura 25, gli unici fenomeni potenzialmente visibili sono riconducibili all'indurimento sterico.

3.3.2 Danneggiamento a $\gamma = \gamma(\tau_{peak})$

Analogamente a quanto visto sopra, si riportano nelle Figure 26 e 27 gli andamenti di due prove, anch'esse condotte sul bitume 70/100, ma con una deformazione pari a γ (τ_{peak}).



Figura 26: Prova LASH con periodo di riposo di 0 minuti a $\gamma(\tau_{peak})$, bitume 70/100



Figura 27: Prova LASH con periodo di riposo di 120 minuti a $\gamma(au_{peak})$, bitume 70/100

Osservando i due grafici, si denota come la seconda fase di carico risulti avere una prima parte della curva corrispondente a deformazioni basse, sovrapposta alla prima. Per deformazioni superiori al 5 % si osserva una sua deviazione a causa del danneggiamento subito dal materiale in seguito al livello deformativo raggiunto nella prima fase. In presenza di danneggiamento, l'imposizione di un periodo di riposo innesca il fenomeno dell'autoriparazione che comporta un incremento del picco delle tensioni tangenziali. Tale incremento, tuttavia, non è solo dovuto al fenomeno dell'autoriparazione, ma anche a quello dell'indurimento sterico che comporta una sovrastima della risposta esibita dal materiale.

3.3.3 Confronto prove LASH

Al fine di valutare ulteriormente l'andamento delle prove LASH al variare del tempo di riposo e della deformazione imposta nella prima fase di carico, si riportano i confronti tra le seconde fasi di carico ottenute applicando i diversi periodi di riposo. Nella rappresentazione, si trascura infatti la prima fase di carico, in quanto è dipendente dal solo livello deformativo indagato e indipendente dal periodo di riposo. Si riporta inoltre la prova LAS in quanto questa è considerata come curva di riferimento della resistenza del materiale a danneggiamento.

Nelle Figure 28 e 29 si riportano i grafici dei due materiali con deformazione pari al 50% γ (τ_{peak}).



Figura 28: Grafico tipo di prove LASH a 50% γ(τ_{peak}), bitume 50/70



Figura 29: Grafico tipo di prove LASH a 50% $\gamma(\tau_{peak})$, bitume 70/100

Dal confronto delle curve corrispondenti a differenti periodi di riposo, si osserva un incremento delle tensioni tangenziali all'aumentare del periodo di riposo. Tuttavia, considerando che alla deformazione applicata non si ha un danneggiamento, quindi non si sviluppa autoriparazione, si deduce che il fenomeno osservato dipende dall'indurimento sterico. Ciò conferma la

necessità di condurre prove atte a valutare tale fenomeno, che nello specifico di questa tesi sperimentale sono state introdotte sotto l'acronimo LAS-SH.

Seguono le Figure 30 e 31, riportanti invece gli andamenti tipici dei due materiali con livello deformativo pari a γ (τ_{peak}). In questi è presente danneggiamento e l'incremento delle curve per tempi di riposo maggiori è imputabile al fenomeno dell'autoriparazione che agisce in concomitanza a quello dell'indurimento sterico.



Figura 30: Grafico tipo di prove LASH a $\gamma(\tau_{peak})$, bitume 50/70



Figura 31: Grafico tipo di prove LASH a $\gamma(\tau_{peak})$, bitume 70/100

Si osserva che le curve della seconda fase di carico si trovano sotto la curva di riferimento (LAS), indicando che c'è stato un danneggiamento nel materiale. Considerando invece il periodo di riposo, si denota come all'aumentare di questo, si abbia un incremento del picco e la forma tende gradualmente a quella della prova LAS. Si osserva inoltre che, applicando un periodo di riposo di 24 ore, la curva sovrasta quella della prova LAS, ad indicazione del fatto che probabilmente il materiale ha esibito un rilevante recupero delle proprie proprietà, unitamente a un contributo importante del fenomeno di indurimento sterico.

3.3.4 Indurimento sterico (LAS-SH)

Dalle considerazioni viste nei paragrafi precedenti, appare chiaro che sussistano dei fenomeni dovuti all'indurimento sterico che si verificano durante il periodo di riposo e che richiede un approccio analitico atto a tenere in conto di ciò. A tale scopo sono state eseguite le prove di indurimento sterico che vengono di seguito rappresentate per i due materiali (Figure 32 e



33). Nel confronto delle prove, viene anche inserita la LAS come curva di riferimento.

Figura 32: Grafico tipo prove LAS-SH, bitume 50/70



Figura 33: Grafico tipo prove LAS-SH, bitume 70/100

Osservando i grafici, dal confronto tra le curve delle prove LAS-SH con la prova LAS, si evince come in entrambi i materiali l'effetto dell'indurimento

sterico sia non trascurabile, e tanto maggiore quanto più lungo e il periodo di riposo applicato.

3.3.5 Andamento di |G*| durante il periodo di riposo

Con specifico riferimento al periodo di riposo, sono state investigate due configurazioni di prova per l'acquisizione dei punti durante tale periodo.

Una prima configurazione consisteva nell'applicazione di un'ampiezza di deformazione molto bassa, pari allo 0,1%, in continuo ad una frequenza costante di 10Hz. Sebbene la deformazione applicata fosse piccola, è stato necessario verificare che tale valore non ostacolasse il fenomeno di autoriparazione, ne inducesse danno nel campione stesso. Per tale motivo, la seconda configurazione prevedeva di applicare una sollecitazione solo per il tempo strettamente necessario per l'acquisizione del dato. In particolare, sono stati acquisiti 2 punti ogni 5 minuti (300 secondi), nei quali per i primi 285 secondi c'è un totale riposo (nessuna oscillazione applicata) e, successivamente, nell'intervallo tra 285 e 300 secondi viene applicata un'ampiezza di deformazione γ =0.1% a frequenza costante di 10Hz, durante il quale vengono acquisiti i due punti.

Di seguito viene riportato il confronto tra i risultati ottenuti nelle due configurazioni, in termini di modulo complesso normalizzato rispetto al DMR durante il tempo di riposo.

In Figura 34 viene riportato l'andamento del modulo complesso normalizzato del bitume 50/70 su prove con periodo di riposo di 30 minuti. Vengono riportate sei prove, sia LAS-SH che LASH in entrambe le configurazioni di acquisizione.



Figura 34: Andamento del modulo complesso nel periodo di riposo di 30 minuti, bitume 50/70

Stesso grafico viene riportato in Figura 35 riferendosi al bitume 70/100 con periodo di riposo pari a 120 minuti.



Figura 35: Andamento del modulo complesso nel periodo di riposo di 120 minuti, bitume 70/100

Osservando i grafici di cui sopra, si evince come l'andamento del modulo complesso al variare del tempo di riposo non venga influenzato dai due metodi di acquisizione, in quanto, gli andamenti delle due configurazioni risultano sovrapposti tra di loro.

3.4 Approccio analitico

Con riferimento all'analisi dei dati sperimentali, sono stati seguiti due approcci differenti.

Il primo approccio d'analisi consiste nel considerare l'area sottesa alle varie curve delle tensioni tangenziali normalizzate fino alla deformazione di γ (τ_{peak}). In tale analisi, è stato altresì considerato il contributo dell'indurimento sterico. Una seconda modalità consiste nell'uso della teoria costitutiva del modello viscoelastico VECD (*Viscoelastic Continuum Damage*). In particolare, è stato considerato il contributo dell'indurimento sterico e della presenza della viscoelasticità non lineare.

Considerando che, come visto nei paragrafi precedenti, al 50% γ (τ_{peak}) non si ha danneggiamento, l'analisi è stata condotta esclusivamente considerando la deformazione massima pari a γ (τ_{peak}).

3.4.1 Approccio energetico

Il primo approccio utilizzato è un approccio energetico, considerando che durante la prova, il campione immagazzina una quantità di energia, detta energia di deformazione, rappresentante il lavoro compiuto dal reometro per produrre tale deformazione. In particolare, valutando l'energia di deformazione e dividendola per il volume del campione, si ottiene l'energia di deformazione per unità di volume. Dal punto di vista geometrico, l'energia di deformazione unitaria è proporzionale all'area sottesa alla curva relativa all'andamento della tensione in funzione della deformazione applicata.

In particolare, sono state calcolate le aree di tutte le prove LAS, LASH e LAS-SH, fino al picco delle tensioni tangenziali. A titolo esemplificativo in



Figura 36 è riporta in grigio l'area sottesa ad una prova LAS, considerata nel calcolo.

Figura 36: Rappresentazione grafica dell'area considerata in una prova LAS

I risultati numerici relativi ai valori delle aeree sono riportati nelle Tabelle 7 e 8, per ogni singola prova.

Prova	Def. limite	Tempo riposo	Ripetizione	А	Aaverage
[-]	[%]	[min-h]	[-]	[MPa]	[MPa]
			1 Rip.	0,034	
LAS	-	-	2 Rip.	0,036	0,035
Prova [-] LAS LASH			3 Rip.	0,035	
			1 Rip.	0,024	
		0 min	2 Rip.	0,026	0,025
			3 Rip.	0,023	
		5min	1 Rip.	0,024	0.024
LASH γ(τ _{peak}) (11,6%	$v(\tau)$)	2 Rip.	0,024	0,024
	γ(τ _{peak}) (11.6%)	γ(τ _{peak}) (11,6%) 30 min	1 Rip.	0,025	
	(11,0/0)		2 Rip.	0,026	0,026
			3 Rip.*	0,026	
		120 min	1 Rip.	0,026	0.027
		120 11111	2 Rip.	0,028	0,027
		24 h	1 Rip	0,034	0,034
			1 Rip.	0,036	
LAS-SH		30 min	2 Rip.	0,037	0,036
	-	-	3 Rip.*	0,036	
		120 min	1 Rip.	0,037	0,037
		24 h	1 Rip.	0,039	0,039

Tabella 7: Aree delle singole prove, bitume 50/70

Prova	Def. limite	Tempo riposo	Ripetizione	А	Aaverage		
[-]	[%]	[min-h]	[-]	[MPa]	[MPa]		
			1 Rip.	0,025			
LAS	-	-	2 Rip.	0,026	0,026		
		3 Rip.	0,026				
		0 min	1 Rip.	0,017	0.017		
		0 11111	2 Rip.	0,017	0,017		
				Emin	1 Rip.	0,017	0.017
	5 11111	2 Rip.	0,017	0,017			
тусп	γ(τ _{peak})	$\gamma(\tau_{peak})$ 30 min	1 Rip.*	0,019	0.018		
LASH (10,9%)	%)	2 Rip.*	0,018	0,018			
			1 Rip.	0,021			
		120 min	120 min	2 Rip.*	0,021	0,021	
					3 Rip.	0,022	
		24 h	1 Rip	0,029	0,029		
		30 min	1 Rip.*	0,026	0.026		
	_	50 mm	2 Rip.*	0,026	0,020		
LA3-31	-	120 min	1 Rip.*	0,027	0,027		
		24 h	1 Rip.	0,029	0,029		

Tabella 8: Aree delle singole prove, bitume 70/100

In riferimento alle medie delle aree considerate in tabella, è stata valutata la variazione percentuale delle prove LASH, rapportando queste all'area della LAS. Per ogni periodo di riposo è stato ottenuto quindi un parametro percentuale $A_{(RP)}$ definito come segue:

$$A_{(RP)} = \frac{A_{average(RP)}}{A_{LAS}} \cdot 100$$

I risultati così ottenuti, tuttavia, non tengono conto dei fenomeni di indurimento sterico che si sviluppano in concomitanza a quello dell'autoriparazione durante il periodo di riposo. Per tenere in conto di ciò, è stato ricavato un parametro percentuale $a_{SH(RP)}$ che permettesse di riuscire a scomputare questi effetti che portano ad una sovrastima del potenziale. Tale parametro è stato valutato per i tempi di riposo di 30 minuti, 120 minuti e 24 ore, trascurando i 5 minuti in quanto si assume un contributo trascurabile dell'effetto di irrigidimento in soli 5 minuti.

Come riferimento per il calcolo è stata utilizzata l'area media delle prove LAS, rappresentante il materiale che non subisce pre-danneggiamento. Tale parametro viene espresso in percentuale e viene definito come:

$$a_{SH(RP)} = \frac{A_{LAS-SH(RP)} - A_{LAS}}{A_{LAS}} \cdot 100$$

dove $A_{LAS-SH (RP)}$ è l'area sottesa alla prova di steric hardening nel periodo di riposo (RS) considerato.

	_		
BITOME	a sh 30 min	a sH 120 min	a sh 24 h
[-]	[%]	[%]	[%]
50/70	3,69	6,68	13,14

2,62

La Tabella 9 riporta i risultati di tale parametro per i due materiali.

70/100

Tabella 9: Correzioni percentuali aree

6,01

14,76

Successivamente, mediante questi valori si è proceduto alla valutazione delle aree delle LASH epurate dal contributo dello steric hardening mediante l'applicazione della seguente formulazione:

 $A_{LASH_healing(RP)} = (100 - a_{SH(RP)}) \cdot A_{LASH(RP)}$

In cui $A_{LASH_healing(RP)}$ rappresenta l'area della prova LASH epurata dall'effetto dell'indurimento sterico, mentre $A_{LASH(RP)}$ è l'area calcolata precedentemente, sottesa alla curva della prova LASH in seguito al periodo di riposo RP.

Le aree così ottenute sono state successivamente utilizzate per definire un indice di autoriparazione (*Healing Index*), definito come segue:

$$HI = \frac{A_{LASH_healing(RP)}}{A_{LAS}} \cdot 100$$

Si riportano di seguito le Tabelle 10 e 11 in cui vengono mostrati i valori ottenuti per i due materiali.

Prova	Def. limite	Tempo riposo	Aaverage	Α	$A_{average_h}$	HI
[-]	[%]	[s]	[MPa]	[%]	[MPa]	[%]
	11,6	300	0,024	69,3	0,024	69,3
	11,6	1800	0,026	73,2	0,025	70,5
LASH	11,6	7200	0,027	77,0	0,025	71,9
	11,6	86400	0,034	96,3	0,029	83,6

Tabella 10: Aree depurate, bitume 50/70

Prova	Def. limite	Tempo riposo	Aaverage	Α	$A_{average_h}$	HI
[-]	[%]	[s]	[MPa]	[%]	[MPa]	[%]
	10,9	300	0,017	66,5	0,017	66,5
	10,9	1800	0,018	70,6	0,018	68,8
LASH	10,9	7200	0,021	82,4	0,020	77,4
	10,9	86400	0,029	113,7	0,025	96,9

Tabella 11: Aree depurate, bitume 70/100

Di seguito vengono riportati nelle Figure 37 e 38 i grafici recanti l'andamento di tali valori al variare del periodo di riposo imposto.



Figura 37: Grafico variazione percentuale aree, bitume 50/70



Figura 38: Grafico variazione percentuale aree, bitume 70/100

I grafici descrivono l'andamento in termini percentuali dei valori precedentemente calcolati. In particolare vengono rappresentati con tratto

arancione e la dicitura (H+SH) i valori non epurati, in verde il parametro relativo allo steric hardening (aSH) ed in rosso l'indice di healing (HI) raffigurante i valori depurati. Osservando gli andamenti, appare chiara la necessità di scomputare gli effetti dello steric hardening che se non adeguatamente considerati portano ad una sovrastima dell'indice di healing. In particolare questo è evidente nel grafico relativo al bitume 70/100 dove, se non considerassimo il contributo dello steric hardening, si assisterebbe ad un recupero oltre il 100%, che invece non si ha depurando i risultati, evidenziando come con questo approccio energetico, si riesca a discriminare il comportamento dei due materiali

Un confronto tra i risultati ottenuti nei due materiali viene proposto nel grafico seguente (Figura 39) dove vengono riportati gli andamenti dell'indice di healing al variare del periodo di riposo.



Figura 39: Confronto variazione HI nei due materiali

Osservando gli andamenti, si denota come l'indice di *healing* cresca all'aumentare del periodo di riposo in entrambi i materiali, risultato in linea con le aspettative in quanto l'autoriparazione è strettamente dipendente dalla lunghezza del tempo di riposo. Dal confronto dei due materiali, si denota come il 70/100 abbia una migliore capacità di autoriparazione, esibendo un indice di *healing* maggiore.

3.4.2 Approccio mediante il modello S-VECD

Il secondo approccio con cui è stata studiata la capacità di autoriparazione è stato attraverso il modello VECD (*Viscoelastic Continuum Damage*), già usato con successo negli anni per la caratterizzazione dei leganti bituminosi soggetti a danneggiamento per fatica in seguito all'applicazione di carichi ciclici.

Nell'ambito delle prove condotte tramite il reometro rotazionale, è stata proposta una versione semplificata e denominata S-VECD (*Simplified Viscoelastic Continuum Damage*) [37]. Tale metodo semplificato nasce dal trascurare l'intera storia tensionale e deformativa, in quanto per le applicazioni tramite il DSR si prediligono i valori di picco di tensione e deformazione. Tale modello si fonda su: principio di corrispondenza elastico-viscoelastico, la teoria del lavoro potenziale di Schapery, il principio di sovrapposizione tempo-temperatura e la definizione del criterio di rottura.

Il principio di corrispondenza elastico-viscoelastico permette di separare gli effetti di danno dalla viscoelasticità, riconducendo il problema viscoelastico ad uno elastico, attraverso l'introduzione di pseudo-deformazioni γ_p^R definite come:

$$\gamma_p^R = \frac{1}{G_R} \big(\gamma_p \cdot |G^*|_{LVE} \big)$$

dove: G_R è il modulo di riferimento, γ_p è la deformazione di taglio misurata ad ogni ciclo di carico, quindi derivante dalla prova, $|G^*|_{LVE}$ è il modulo in campo viscoelastico lineare, valutato mediante il modello CAM definito precedentemente.
Alla pseudo-deformazione viene associata una pseudo-rigidezza C(S) che è funzione di una variabile di stato indicante il danno S e viene espressa come segue:

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

dove τ_p è la tensione tangenziale di picco registrata durante la prova ad un determinato ciclo, mentre il DMR è il parametro già precedentemente definito. Da notare che la pseudo-rigidezza assume il valore unitario in caso di materiale non danneggiato, mentre tende ad un valore minore dell'unità con l'accumularsi del danneggiamento, quindi quando il comportamento si discosta da quello viscoelastico lineare.

Il principio di sovrapposizione tempo-temperatura consente di modellare gli effetti della storia del carico e della temperatura sulla crescita del danno mediante l'uso di un tempo ridotto t_R ottenuto tramite l'uso di appositi *shift factors* α_T (precedentemente definiti nella caratterizzazione in campo viscoelastico lineare), permettendo al modello di catturare gli effetti dovuti anche alla variazione della temperatura. Il tempo ridotto è definito come segue:

$$t_R = \frac{t}{\alpha_T}$$

Per quanto riguarda la teoria del lavoro potenziale di Schapery, questa è alla base del modello e viene usata per modellare gli effetti del danno sul comportamento costitutivo macroscopico. In tale teoria, il lavoro potenziale nei mezzi viscoelastici viene definito come:

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

dove S è il danno, definito come una variabile di stato interna, W^R è l'energia di pseudo deformazione immagazzinata, t è il tempo e α è un parametro legato all'evoluzione del danno.

Nel nostro caso, essendo nella situazione di carichi applicati in oscillatorio, l'energia di pseudo-deformazione immagazzinata assume la seguente forma:

$$W^R = \frac{1}{2}C^*(S)(\gamma_p^R)^2$$

Dalla combinazione ed integrazione delle precedenti equazioni è possibile definire il danno S come segue:

$$S = \sum_{i=1}^{N} \left[\frac{DMR}{2} \left(\gamma_{p}^{R} \right)^{2} (C_{i-1} - C_{i}) \right]^{\frac{\alpha}{1+\alpha}} \cdot \left[t_{Ri} - t_{Ri-1} \right]^{\frac{1}{1+\alpha}}$$

Per quanto riguarda il valore del parametro α , in letteratura si trovano differenti formulazioni; nello specifico dei leganti bituminosi si adotta la seguente formulazione:

$$\alpha = 1 + \frac{1}{m}$$

Anche per il valore di m, diversi sono i metodi proposti in letteratura, tuttavia nel presente elaborato, questo è stato ottenuto dalle curve maestre ricavate mediante le *Frequency Sweep*. In particolare, m è valutato come la pendenza della retta interpolante i valori logaritmici del modulo complesso e della frequenza ridotta. Le Figure 40 e 41 e la Tabella 12 riportano la valutazione grafica di questo parametro per i due materiali oggetto di studio.



Figura 40: Rappresentazione grafica del parametro m, bitume 50/70



Figura 41: Rappresentazione grafica del parametro m, bitume 70/100

BITUME	m [-]
50/70	0,617
70/100	0,711

Tabella 12: Parametro m nei due materiali

Applicando il modello S-VECD, si ottengono delle curve monotone decrescenti che descrivono l'andamento dell'integrità del materiale C al variare del danno S, chiamate DCC (*Damage Characteristic Curve*). A titolo d'esempio si ripota la DCC ottenuta dalla prova LAS sul bitume 50/70 (Figura42), interrotta al picco della tensione tangenziale.



Figura 42: DCC di una prova LAS relativa al bitume 50/70

Analogamente a quanto fatto per la prova LAS, vengono studiate anche le prove LASH che, differentemente dalla prima, sono caratterizzate da due fasi di carico, delle quali, la seconda risulta essere analoga alla storia deformativa della prova LAS, mentre la prima fase ne rappresenta una sua parte iniziale. L'analisi viene eseguita su entrambe le fasi di carico, assumendo che tra le due fasi di carico, il danneggiamento recuperato sia nullo. Un andamento tipico delle DCC viene rappresentato in Figura 43.



Figura 43: DCC di una prova LASH con periodo di riposo pari ai 120 minuti, bitume 50/70

Dal grafico raffigurante la DCC, si denotano due curve con andamento monotono decrescente, dove la prima (I load) rappresenta la prima fase di carico e parte da un valore unitario dell'integrità del materiale per poi decrescere all'aumentare del danno, fino ad un punto più basso in corrispondenza della deformazione limite imposta.

La seconda curva (II load) rappresenta la seconda fase di carico, ovvero quella che si ha dopo il periodo di riposo. In particolare, il suo andamento dipende dal grado di autoriparazione sviluppato durante il periodo di riposo, unitamente a fenomeni che ne alterano la risposta.

Seguono nelle Figure 44 e 45 le rappresentazioni tipo dei risultati ottenuti analizzando le prove LASH al variare del tempo di riposo nei due materiali. In questi viene anche rappresentata la curva LAS come riferimento.



Figura 44: DCC prove LASH, bitume 50/70



Figura 45: DCC prove LASH, bitume 70/100

Da una prima osservazione si nota che le prime fasi di carico, come già visto nel paragrafo 3.3, si sovrappongono le une alle altre in quanto queste sono indipendenti dal periodo di riposo. Per quanto riguarda invece i valori ottenuti, in linea generale si può notare come l'imposizione di un periodo di riposo sempre maggiore, determina un valore più alto dell'integrità del materiale C all'inizio della seconda fase di carico. In particolare, questo, per valori alti del periodo di riposo, tale valore risulta essere maggiore dell'unità. Questo, ancora una volta, è presumibilmente dovuto ai diversi fenomeni che si sviluppano in concomitanza a quello dell'autoriparazione come l'indurimento sterico (*steric hardening*).

Per scomputare questo contributo e valutare l'effettiva capacità di autoriparazione dei due leganti analizzati è stato inserito, anche in questa fase, un accorgimento al modello, considerando nella seconda fase di carico un nuovo parametro definito a_{SH} che tenga conto dell'irrigidimento sterico sviluppatosi [38]. Tale parametro è definito come il rapporto tra la norma del modulo complesso valutato dopo il periodo di riposo ($|G^*|_{RP}$) e quello di *fingerprint*. Esso è ottenuto tramite le prove LAS-SH eseguite è e definito come:

$$a_{SH} = \frac{|G^*|_{RP}}{|G^*|_{fingerprint}}$$

Nelle due tabelle che seguono (Tabella 13), vengono riportati i valori considerati nei due materiali, per i vari periodi di riposo indagati.

BITUME	a sH 5 min	a sH 30 min	a sH 120 min	а _{SH 24 h}
[-]	[%]	[%]	[%]	[%]
50/70	1,01	1,03	1,06	1,13
70/100	1,01	1,01	1,02	1,07

Tabella 13: Valori del parametro di steric hardening

Ottenuti i parametri a_{SH} per ogni periodo di riposo, questi sono stati introdotii nella formulazione del modello S-VECD relativo alla seconda fase di carico, ottenendo la seguente espressione:

$$C^*(S) = \frac{\tau_p}{\gamma_p^R \cdot DMR \cdot a_{SH}}$$

$$S = \sum_{i=1}^{N} \left[\frac{DMR \cdot a_{SH}}{2} \left(\gamma_{p}^{R} \right)^{2} (C_{i-1} - C_{i}) \right]^{\frac{\alpha}{1+\alpha}} \cdot \left[t_{Ri} - t_{Ri-1} \right]^{\frac{1}{1+\alpha}}$$

Si riportano di seguito nelle Figure 46 e 47 le DCC ottenute utilizzando questa formulazione.



Figura 46: DCC prove LASH, bitume 50/70



Figura 47: DCC prove LASH, bitume 70/100

Dai grafici si evince come considerando il contributo dello *steric hardening* attraverso il fattore proposto, conduce ad una riduzione del valore dell'integrità del materiale, valutato dopo il periodo di riposo.

Al fine di valutare l'effetto di autoriparazione, sui due parametri, C e S, sono stati considerati i valori caratteristici evidenziati in Figura 48.



Figura 48: Rappresentazione grafica punti DCC

 C_0 rappresenta l'integrità del materiale in corrispondenza della fine della prima fase di carico, mentre C_1 rappresenta l'integrità del materiale raggiunta dopo la fase di riposo. Mediante i parametri ottenuti, è stato possibile valutare un indice di autoriparazione basato sull'integrità del materiale espresso come:

$$HI_{C} = \frac{C_{1} - C_{0}}{1 - C_{0}} \cdot 100$$

Di seguito viene riportata la Tabella 14 con i valori ottenuti per i due materiali. In particolare, l'indice è stato valutato considerando un valore medio di C_0 pari a 0,45 per il bitume 50/70 e di 0,59 per il 70/100.

	BITUME 50/70		BITUME 70/100	
	[-]	HI _c [%]	[-]	HI _c [%]
C _{1,5 min}	0,92	86,2	0,98	89,6
C _{1,30 min}	0,96	91,8	0,97	92,5
C _{1,120 min}	0,96	93,2	0,97	93,2
C _{1,24 h}	0,98	96,3	1,00	98,8

Tabella 14: Valori HIc

Plottando i valori dell'indice di autoriparazione in funzione dell'integrità del materiale, si ottiene la Figura 49:



Figura 49: Confronto HIc dei due materiali

Dai dati si evince come HI_C cresca all'aumentare del periodo di riposo, assumendo valori pressoché simili in entrambi i materiali, che non permettono di discriminare il comportamento dei due materiali.

Per tale motivo, è stato introdotto un secondo indice basato su S, definito sulla base di S₀ e S₁ (Figura 48). S₀ rappresenta il valore di danno in corrispondenza di C₀, ovvero alla fine della prima fase di carico, mentre S₁ è il valore di danno che si ha nella fase di carico dopo il periodo di riposo quando C assume un valore uguale a C₀.

Valutando la differenza tra $S_1 e S_0 e$ stato definito il parametro ΔS [38]. In via teorica, tale parametro dovrebbe assumere valori tendenti allo zero se durante il periodo di riposo non c'è stato recupero del danno, viceversa assume valori crescenti all'aumentare del recupero del materiale.

Mediante i vari ΔS è stata valutata la variazione percentuale, permettendo di definire l'indice di autoriparazione in termini di danno:

$$HI_S = \frac{S_1 - S_0}{S_0} \cdot 100$$

Si riportano di seguito in Tabella15 i valori di Δ S ottenuti ai vari periodi di riposo, nonché i corrispondenti indici di *healing*, rappresentati in Figura 50. I Valori medi di S₀ utilizzati nel calcolo sono rispettivamente 0,60 per il bitume 50/70 e 0,31 per il 70/100.

	BITUME 50/70		BITUME 70/100	
	[-]	HI _s [%]	[-]	HI _s [%]
$\Delta S_{1,5 min}$	0,47	78,4	0,22	72,0
ΔS _{1,30 min}	0,50	82,0	0,25	79,9
ΔS _{1,120 min}	0,50	82,1	0,26	83,9
ΔS _{1,24h}	0,54	89,0	0,28	98,0

Tabella 15: Valori indici di autoriparazione



Figura 50: Confronto HIs dei due materiali

Osservando il grafico riportante gli andamenti dell'indice in funzione del danno, si denota come questa formulazione riesca a rappresentare in maniera più esaustiva l'autoriparazione. In particolare, da questa risulta come il 70/100 sviluppi una maggiore autoriparazione, coerentemente con i risultati ottenuti mediante il primo approccio di analisi adottato.

3.4.2.1 Modello S-VECD considerando l'effetto della non linearità

Nel paragrafo precedente è stato proposto l'utilizzo del modello S-VECD che ha permesso di scomputare dall'autoriparazione, l'effetto di quei fenomeni relativi all'indurimento sterico che si verificano in concomitanza di essa. In aggiunta, occorre sottolineare che le prove LAS e LASH applicano elevati valori di deformazione, oltre il limite di linearità del materiale, che generano di conseguenza effetti non-lineari potenzialmente rilevanti. Tali effetti, comportano una riduzione reversibile della rigidezza del materiale (e quindi del valore di C) che necessita di essere discriminata dal danneggiamento vero e proprio. Questo è ancor più vero quando si considera una prova LASH con zero minuti di tempo riposo. Infatti, in assenza di periodo di riposo, non si può osservare autoriparazione né indurimento sterico. Ci si aspetterebbe invece, in linea teorica, una continuazione della DCC nella seconda fase di carico, rispetto alla prima DCC. Tuttavia, analizzando tale prova con il modello appena visto, che assume lineare il completamento viscoelastico del materiale, i risultati, mostrati in Figura 51 in termini di DCC, non soddisfano le aspettative teoriche.



Figura 51: DCC di una prova LASH, bitume 50/70

Dalla figura si denota come il valore dell'integrità del materiale nella seconda fase di carico (II load) sia maggiore rispetto a quello ottenuto alla fine della prima fase di carico (I load). In particolare la differenza tra il valore unitario di C (che identifica il materiale non danneggiato) e il primo valore di C della seconda fase di carico, ci fornisce informazioni sul danneggiamento subito dal materiale (perché entrambi i valori sono valutati per basse deformazioni ove risulta soddisfatta l'assunzione di comportamento viscoelastico lineare). La differenza registrata tra C_1 e C_0 dovrebbe dare indicazione dell'autoriparazione esibita dal materiale. Ma considerando nel caso specifico, la situazione di periodo di riposo nullo che determina assenza di autoriparazione, tale differenza è verosimilmente imputabile all'effetto della non-linearità del materiale.

Per ovviare a questo problema, occorre studiare il contributo della non linearità. Per far ciò sono state elaborate le prove MSS (*Multiple Strain Sweep*), in maniera tale da ottenere un valore del modulo complesso in campo viscoelastico non lineare al variare del livello deformativo. In termini matematici, la pseudo-deformazione è stata valutata introducendo il valore di $|G^*|_{NLVE}$ corrispondente alla deformazione applicata. Applicando tale concetto e rianalizzando la medesima prova vista in Figura 51, è stato possibile ottenere quella che segue in Figura 52.



Figura 52: DCC NLVE di una prova LASH, bitume 50/70

Dalla DCC ottenuta considerando la non linearità si riesce effettivamente a vedere quello che ci si aspettava in linea teorica. Infatti essendo la prova priva di periodo di riposo, il livello di integrità del materiale all'inizio della seconda fase di carico (II load), risulta essere uguale al valore finale nella prima fase (I load), in quanto non si può verificare autoriparazione.

Ulteriore confronto è stato eseguito considerando una prova LASH soggetta ad un periodo di riposo di 24 ore. In questa, vista la presenza del periodo di riposo, si svilupperà l'autoriparazione. Al fine di analizzare le differenze in gioco, considerando sia la presenza della non linearità che scomputando questa, nelle Figure 53 e 54 vengono riportate le DCC ottenute mediante le due analisi. Più precisamente, in Figura 53 vengono plottate le DCC considerando solo la linearità, mentre in Figura 54 viene considerata la non linearità (NLVE).



Figura 53: DCC di una prova LASH con periodo di riposo di 24 ore, sul bitume 50/70



Figura 54: DCC NLVE di una prova LASH con periodo di riposo di 24 ore, sul bitume 50/70

Dalle due figure appare chiaro che, considerando la non linearità, le curve partono da valori di integrità del materiale differenti che rispecchia valori di danneggiamento altrettanto dissimili. Di seguito in Figura 55 vengono rappresentate le curve tipo considerando la non linearità al variare dei periodi di riposo del bitume 50/70.



Figura 55: Andamento tipo delle curve DCC NLVE, bitume 50/70

Come fatto in precedenza, anche qui si è proceduto a ricavare i valori dell'indice di autoriparazione (*Healing Index*) sia in termini di integrità del materiale HI_C che di danno HI_S. La formulazione di tali indici è stata già precedentemente descritta al paragrafo 3.4.2.

Nelle Tabelle 16 e 17 che seguono si riportano i risultati ottenuti. In particolare, l'indice è stato valutato considerando un valore medio di C_0 pari a 0,89.

A tal proposito, è doveroso precisare che nelle tabelle, con la dicitura LVE vengono riportati i dati ottenuti dall'analisi condotta al paragrafo 3.4.2 depurando i dati solo dal contributo dell'indurimento sterico, mentre con NLVE vengono indicati i risultati ottenuti depurando dall'analisi anche i contributi della non linearità.

	LVE	NLVE	HIc	HI _{C-NLVE}
	[-]	[-]	[%]	[%]
C _{1,5 min}	0,92	0,92	86,2	30,0
C _{1,30 min}	0,95	0,95	91,8	58,3
C _{1,120 min}	0,96	0,96	93,2	65,7
C 1,24 h	0,98	0,98	96,3	81,1

Tabella 16: Confronto HI_c analisi LVE-NLVE bitume 50/70

	LVE	NLVE	HIs	HI _{S-NLVE}
	[-]	[-]	[%]	[%]
$\Delta S_{1,5 \text{ min}}$	0,47	0,03	78,4	23,6
ΔS _{1,30 min}	0,50	0,05	82,0	43,4
ΔS _{1,120 min}	0,50	0,05	82,1	46,0
ΔS _{1,24 h}	0,54	0,05	89,0	47,8

Tabella 17: Confronto HIs analisi LVE-NLVE bitume 50/70

Rappresentando in forma grafica i dati riportati nelle due tabelle precedenti, si ottengono i grafici nelle Figure 56 e 57.



Figura 56: Confronto della variazione del HI_C tra l'analisi LVE e NLVE, bitume 50/70



Figura 57: Confronto della variazione del HIs tra l'analisi LVE e NLVE, bitume 50/70

Dal confronto degli andamenti nei grafici, si denota quanto importante risulti essere la determinazione della non-linearità del materiale. Infatti, nel caso in cui si assuma un comportamento viscoelastico lineare, l'effetto dell'autoriparazione risulta essere sovrastimato in quanto la non-linearità genera una fittizia riduzione del valore di integrità e un aumento del valore di danneggiamento. Ciò comporta un conseguente recupero delle prestazioni dato dalla reversibilità della componente non lineare. Ciò sottolinea l'importanza del calcolo non lineare all'interno del protocollo LASH, al fine di una corretta valutazione del potenziale di autoriparazione del materiale. Con riferimento al bitume 70/100 a titolo esemplificativo vengono riportate le analisi fatte considerando la non linearità su due prove LASH: la prima (Figura 58) con un periodo di riposo di 30 minuti, la seconda (Figura 59) di 24 ore.



Figura 58: DCC NLVE di una prova LASH con periodo di riposo di 30 minuti, bitume 70/100



Figura 59: DCC NLVE di una prova LASH con periodo di riposo di 120 minuti, bitume 70/100

Differentemente dal bitume 50/70, in questo caso, la componente relativa alla non-linearità risulta maggiormente rilevante. Infatti, sia nella prova a 30 minuti che in quella a 120 si osserva una riduzione dell'integrità del materiale esigua, a dimostrazione del fatto che in questo materiale, il danneggiamento che si ha, a seguito della prima fase di carico, risulta molto basso. Ciò deve essere considerato anche unitamente alla potenziale variazione sperimentale del dato. Da questa analisi, essendo che si deduce un valore di danno molto piccolo, non è possibile apprezzare l'autoriparazione. È quindi necessario approfondire l'indagine sperimentale su questo specifico materiale e su un set più ampio di bitumi, tenendo in conto della potenziale influenza dello *strain rate*, ovvero della velocità di applicazione della deformazione. Infatti la velocità di applicazione della deformazione risulta essere molto maggiore nelle prove LAS rispetto alle prove MSS.

A tal proposito, è possibile postulare il motivo per cui sul bitume 50/70 si riesce a percepire l'autoriparazione mediante questa analisi, considerando una più bassa influenza dello *strain rate* unitamente a un effetto maggiore del danneggiamento.

4. CONCLUSIONI

Nel presente elaborato di tesi è stato condotto uno studio inerente alla valutazione della capacità di autoriparazione nei leganti bituminosi mediante l'utilizzo della procedura standardizzata LAS (*Linear Amplitude Sweep*). La modifica di tale protocollo di prova al fine di studiare l'autoriparazione, è stata precedentemente proposta da altri autori, i quali hanno introdotto un protocollo denominato LASH (*Linear Amplitude Sweep-based Healing*). Pertanto, precedenti applicazioni di tale protocollo, hanno messo in evidenza alcuni aspetti critici di carattere operativo e analitico. Per tale motivo, nello specifico della sperimentazione oggetto di studio, sono state proposte alcune variazioni al protocollo LASH. In particolare:

- la seconda fase di carico imposta al materiale dopo il periodo di riposo, ha previsto l'applicazione di una deformazione inizialmente piccola, con crescita lineare secondo quanto previsto dalla procedura LAS;
- le prove LASH, sono state coadiuvate da prove denominate LAS-SH volte alla valutazione di fenomeni tempo-dipendenti che si potrebbero innescare durante il periodo di riposo e comporterebbero una sovrastima del potenziale di autoriparazione.

Sulla base dei risultati sperimentali ottenuti, con riferimento alla modifica del protocollo LASH, si possono desumere le seguenti considerazioni:

 relativamente alla modifica della seconda fase di carico, l'applicazione di una deformazione inizialmente piccola ha consentito un miglior controllo e stima dei parametri di input e output da parte della strumentazione adottata;

- il contributo di indurimento sterico è risultato non trascurabile e le prove sperimentali introdotte (LAS-SH) per valutarne gli effetti hanno permesso una valutazione più accurata del fenomeno dell'autoriparazione;
- la selezione della deformazione ultima, applicata alla fine della prima fase di carico delle prove LASH, è risultata essere di fondamentale importanza; infatti, i valori imposti devono essere sufficientemente elevati al fine di indurre danneggiamento all'interno del materiale, tale da innescare conseguenti fenomeni di autoriparazione durante il periodo di riposo.

L'analisi dei risultati sperimentali è stata effettuata attraverso due differenti approcci: un primo metodo basato sulla proporzionalità tra le aree sottese alle curve e l'energia di deformazione; un secondo approccio analitico secondo la teoria costitutiva del modello S-VECD (*Simplified Viscoelastic Continuum Damage*). Sulla base di ciò, si possono dedurre le seguenti conclusioni:

- sulla base dell'area sottesa alle curve è stato introdotto un indice di autoriparazione i cui risultati sono stati consistenti con la cinetica del fenomeno dell'autoriparazione. Tale indice è risultato crescente all'aumentare del periodo di riposo, coerentemente con le aspettative teoriche;
- l'applicazione del modello S-VECD ha permesso l'introduzione di due indici, basati sull'integrità del materiale e sul danneggiamento; pertanto, il primo è risultato poco rappresentativo degli effetti di autoriparazione in quanto non ha consentito di discriminare i differenti comportamenti dei due materiali; il secondo ha condotto a risultati coerenti rispetto a quanto osservato con il primo approccio permettendo di discriminare le potenzialità dei due materiali;

- i valori di deformazione elevati imposti dal protocollo LASH hanno richiesto l'analisi del comportamento non lineare del materiale; ciò ha permesso di discriminare il fenomeno della non-linearità il cui contributo è risultato predominante rispetto al danneggiamento;
- i fenomeni di irrigidimento sterico sono stati quantificati e rimossi attraverso la definizione di opportuni coefficienti correttivi derivanti dalle prove LAS-SH. Ciò è stato effettuato in maniera analoga per i due approcci di analisi adottati;
- gli indici proposti con i due approcci di analisi adottati hanno condotto alle medesime considerazioni in termini di confronto delle capacità di autoriparazione esibite dai due materiali oggetto della sperimentazione.

La validazione dei risultati ottenuti nella presente sperimentazione richiederebbe l'applicazione del protocollo di prova e dei metodi d'analisi adottati a un set di materiali più ampio. Inoltre, si sottolinea quanto il contributo della non-linearità sia risultato importante nel protocollo di prova considerato. Per tale motivo, ulteriori sviluppi futuri dovrebbero focalizzarsi sullo studio della non-linearità a differenti temperature di prova. Sarebbe importante, altresì, includere materiali invecchiati al fine di valutare l'effetto dell'invecchiamento sull'autoriparazione.

Bibliografia

[1] Little DN, Lytton RL, Chairl B, Williams D, Texas A. An analysis of the mechanism of microdamage healing based on the application of micromechanics first principles of fracture and healing. J Assoc Asph Pav Tech 1999;68.

[2] Chung K, Lee S, Park M, Yoo P, Hong Y. Preparation and characterization of microcapsule-containing self-healing asphalt. J Indus Eng Chem 2015; 29:330–7.

[3] Phillips MC. Multi-step models for fatigue and healing, and binder properties involved in healing. Luxembourg: Eurobitume workshop on performance related properties for bituminous binders; 1998.

[4] AshouriM. Modelingmicrodamage healing in asphalt pavements using continuum damage. North Carolina: North Carolina State University; 2014.

[5] Kim YR, Little DN, Benson FC. Chemical and mechanical evaluation on healing mechanism of asphalt concrete (with discussion). J Assoc Asphalt Paving Technol 1990;59.

[6] Qiu J, Van de Ven M, Wu S, Yu J, Molenaar A. Evaluating self healing capability of bituminous mastics. Exper Mech 2012;52(8):1163–71.

[7] Sun D, et al, A comprehensive review on self-healing of asphalt materials: Mechanism, model, characterization and enhancement, Adv Colloid Interface Sci (2017), https://doi.org/10.1016/j.cis.2018.05.003.

[8] Williams D, Little DN, Lytton RL, Kim YR, Kim Y. Microdamage healing in asphalt and asphalt concrete, volume II: Laboratory and field testing to assess and evaluate microdamage and microdamage healing; 2001.

[9] Santagata E, Baglieri O, Dalmazzo D, Tsantilis L. Rheological and chemical investigation on the damage and healing properties of bituminous binders. Asph Pav Tech Proc 2009; 28:567.

[10] Sun D, Yu F, Li L, Lin T, Zhu XY. Effect of chemical composition and structure of asphalt binders on self-healing. Construct Build Mater 2017; 133:495–501.

[11] García A, Norambuena-Contreras J, Bueno M, Partl MN. Single and multiple healing of porous and dense asphalt concrete. J Intel Mater Sys Struc 2015; 26(4):425–33.

[12] Menozzi A, Garcia A, Partl MN, Tebaldi G, Schuetz P. Induction healing of fatigue damage in asphalt test samples. Construct Build Mater 2015; 74:162–8.

[13] Lee NK, Morrison GR, Hesp SA. Lowtemperature fracture of polyethylene-modified asphalt binders and asphalt concrete mixes (with discussion). J Assoc Asph Pav Tech 1995;64.

[14] Carpenter S, Shen S. Dissipated energy approach to study hot-mix asphalt healing in fatigue. Trans Res Rec 2006; 1970:178–85.

[15] Claudy P, Letoffe JM, Rondelez F, Germanaud L, King G, Planche JP. A new interpretation of time-dependent physical hardening in asphalt based on DSC and optical thermoanalysis.Washington, DC: ACS Symposium on Chemistry and Characterization of Asphalts; 1992.

[16] Kim B, Roque R. Evaluation of healing property of asphalt mixtures.Trans Res Rec 2006; 1970:84–91.

[17] García A, Bueno M, Norambuena-Contreras J, Partl MN. Induction healing of dense asphalt concrete. Construct Build Mater 2013; 49:1–7.

[18] Tang J, Liu Q, Wu S, Ye Q, Sun Y, Schlangen E. Investigation of the optimal selfhealing temperatures and healing time of asphalt binders. Construct Build Mater 2016; 113:1029–33.

[19] Liu Q, Schlangen E, van de Ven M, van Bochove G, van Montfort J. Evaluation of the induction healing effect of porous asphalt concrete through four point bending fatigue test. Construct Build Mater 2012; 29:403–9.

[20] Castro M., Sanchez J.A., "Fatigue and healing of asphalt mixtures: discriminate analysis of fatigue curves", J. Transp. Eng. 132, 168e174, 2006.

[21] Al-Balbissi AH. A comparative analysis of the fracture and fatigue properties of asphalt concrete and sulphlex. Texas A & M University; 1983.

[22] Canestrari F, Virgili A, Graziani A, Stimilli A. Modeling and assessment of selfhealing and thixotropy properties for modified binders. Inter J Fati 2015; 70(1):351–60.

[23] Zollinger CJ. Application of surface energy measurements to evaluate moisture susceptibility of asphalt and aggregates. Texas A & M University;2005.

[24] Qiu J., "Self-Healing of Asphalt Mixtures, Towards a Better Understanding of the Mechanism", 2012.

[25] Cheng D, Little D, Lytton R, Holste J. Surface energy measurement of asphalt and its application to predicting fatigue and healing in asphalt mixtures. J Transp Res Board 2002; 1810:44–53.

[26] Liu Q, Schlangen E, van de Ven M. Induction healing of porous asphalt concrete beams on an elastic foundation. J Mater Civ Eng 2012; 25(7):880–5.

[27] Qiu J. Self healing of asphaltmixtures: towards a better understanding of themechanism. TU Delft: Delft University of Technology; 2012.

[28] Gaskin, J., "On bitumen microstructure and the effects of crack healing", PhD thesis, University of Nottingham, 2013.

[29] Previti D. (2019-2020). Comparazione di protocolli sperimentali per la valutazione del potenziale di autoriparazione dei bitumi modificati con SBS e valutazione del tempo e della temperatura di riposo. Polito webthesis.

[30] Santagata, E., Baglieri, O., Tsantilis, L., & Dalmazzo, D. (2013): Evaluation of self-healing properties of bituminous binders taking into account steric hardening effects. Construction and Building Materials, 60-67.

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

[32] Kim YR, Lee H. Little DN. Microdamage healing in asphalt and asphalt concrete. A viscoelastic continuum damage fatigue model of asphalt concrete with microdamage healing. Texas: Texas Transportation Institute, College Station;2001.

[33] AASHTO (2014) Standard method of test for estimating damage tolerance of asphalt binders using the linear amplitude sweep. AASHTO TP101, 2014, Washington, DC.

[34] Johnson CM (2010) Estimating asphalt binder fatigue resistance using an accelerated test method. Ph.D. Dissertation, University of Wisconsin-Madison, Madison, WI.

[35] Hintz C, Bahia H (2013) Simplification of linear amplitude sweep test and specification parameter. Transp Res Rec 2370:10–16.

[36] Xie W, Castorena C, Wang C, Kim YR (2017) A framework to characterize the healing potential of asphalt binder using the linear amplitude sweep test. Constr Build Mater 154:771–779.

[37] Farinaz Safaei, Cassie Castorena, Y. Richard Kim (2016) Linking asphalt binder fatigue to asphalt mixture fatigue performance using viscoelastic continuum damage modeling. Mech Time-Depend Mater (2016) 20:299–323.

[38] Miglietta F. (2021), Self-healing of bituminous binders: a methodological framework from experimental testing to advanced modelling. Ph.D. Dissertation, Politecnico di Torino.