

POLITECNICO DI TORINO



Dipartimento di Ingegneria Civile

Corso di Laurea Magistrale in Ingegneria Civile

*Caratterizzazione sperimentale dei leganti bituminosi
alle basse temperature tramite prova MTL e
correlazione con le proprietà delle miscele*

Relatore:

Prof.
Orazio Baglieri

Candidato:

Mario Memoli
matr. s303971

Correlatori:

Prof.
Davide Dalmazzo

Dott. Ing.
Joseph La Macchia

Anno accademico 2023/2024

*A mia madre,
che mi ha trasmesso la perseveranza.*

*A mio padre,
che mi ha insegnato la generosità.*

*A Sabrina,
che mi conosce più di ogni altro.*

*A Daniela,
che mi ha donato la felicità.*

“Sic Parvis Magna”

SOMMARIO

ABSTRACT	11
PREMESSA	13
CAPITOLO PRIMO: SISTEMI DI CLASSIFICAZIONE.....	15
1.1 Sistema di classificazione empirico.....	15
1.1.1 Prova di Penetrazione	15
1.1.2 Prova di Rammollimento	17
1.1.3 Prova Frass.....	18
1.1.4 Prova di duttilità.....	19
1.2 Sistema di classificazione prestazionale (SUPERPAVE)	19
1.2.1 Bending Beam Rheometer.....	22
1.2.2 Multiple Stress Creep Recovery.....	24
1.3 Invecchiamento dei bitumi	27
1.3.1 Effetti dell'invecchiamento sulla reologia dei bitumi.....	28
1.3.2 Rolling Thin Film Oven Test.....	30
1.3.3 Pressure Aging Vessel	31
1.4 Dynamic Shear Rheometer (DSR)	33
1.4.1 Principi di funzionamento.....	33
1.4.2 Determinazione della Machine Compliance.....	37
1.5 Monotonic Torsional Loading Test	39
1.5.1 Comportamento dei bitumi alle basse temperature.....	39
1.5.2 MTL test.....	42
1.5.3 Procedura di prova.....	42
1.5.4 Pseudo-deformazioni	43
1.5.5 Metodo degli interquartili.....	48
CAPITOLO SECONDO: SPERIMENTAZIONE REOLOGICA ..	50
2.1 Introduzione	50

2.1.1	<i>Materiali impiegati</i>	50
2.1.2	<i>Indice dei test eseguiti</i>	50
2.2	Classificazione empirica	51
2.2.1	<i>Prova di penetrazione</i>	51
2.2.2	<i>Prova di rammollimento</i>	53
2.2.3	<i>Determinazione classe dei bitumi</i>	56
2.3	Prove di invecchiamento	57
2.3.1	<i>Rolling Thin Film Oven Test</i>	57
2.3.2	<i>Pressure Aging Vessel (PAV)</i>	60
2.4	Caratterizzazione prestazionale (SUPERPAVE)	62
2.4.1	<i>Prove al Bending Beam Rheometer</i>	62
2.4.2	<i>Multiple Stress Creep Recovery test</i>	67
2.4.3	<i>Performance Grade</i>	70
2.5	Prova MTL	71
2.5.1	<i>Macchinario utilizzato</i>	71
2.5.2	<i>Protocollo di prova</i>	72
2.6	Analisi e discussione dei risultati	75
2.6.1	<i>Bitume tal quale</i>	78
2.6.2	<i>Bitume modificato</i>	81
2.6.3	<i>Confronto tra le metodologie</i>	82
	CAPITOLO TERZO: SEMI CIRCULAR BENDING TEST	84
3.1	Introduzione	84
3.2	Test SCB	86
3.2.1	<i>Protocollo di prova</i>	86
3.2.2	<i>Parametri di interesse</i>	89

CAPITOLO QUARTO: SPERIMENTAZIONE SCB.....	93
4.1 Introduzione e materiali utilizzati.....	93
4.1.1 Aggregati	93
4.1.2 Leganti bitumosi	94
4.1.3 Miscele bituminose	97
4.2 Preparazione dei campioni.....	98
4.2.1 Miscelazione	98
4.2.2 Determinazione massima massa volumica teorica (MMVT).....	100
4.2.3 Compattazione	104
4.2.4 Determinazione della densità satura a superficie asciutta (ρ_{SSD})	106
4.2.5 Taglio dei campioni	108
4.2.6 Valutazione dei vuoti campioni SCB	110
4.3 Test SCB	112
4.3.1 Programmazione dei test	112
4.3.2 Modalità di prova	114
4.4 Analisi dei risultati.....	116
4.4.1 Energia di frattura	119
4.4.2 Tenacità a frattura	124
4.4.3 Cracking Resistance Index.....	126
CONCLUSIONI.....	131
BIBLIOGRAFIA.....	135
ALLEGATO 1: Prove MTL	139
ALLEGATO 2: DETERMINAZIONE MMVT PER LE QUATTRO MISCELE	153

Indice delle figure

<i>Figura 1: Penetrometro</i>	16
<i>Figura 2: Prova di rammollimento</i>	17
<i>Figura 3: Prova Fraass (da slide del Corso Infrastrutture Viarie)</i>	18
<i>Figura 4: Prova di duttilità (da slide del Corso Infrastrutture Viarie)</i>	19
<i>Figura 5: Sistema di classificazione Superpave;</i>	21
<i>Figura 6: Dimensioni standard del cassero del travetto in bitume (da AASHTO T313)</i>	22
<i>Figura 7: Schema di funzionamento BBR (da AASHTO T313);</i>	23
<i>Figura 8: Andamento del carico durante la prova, con 10 cicli di carico e recovery (da AASHTO T350)</i>	24
<i>Figura 9: Sistema di classificazione Superpave (da AASHTO M322-22)</i>	26
<i>Figura 10: Variazione dell'indice AI e della composizione chimica del bitume durante il processo di invecchiamento</i>	29
<i>Figura 11: Rolling Thin Film Oven (da AASHTO T240-13);</i>	30
<i>Figura 12: Forno PAV (da AASHTO R28-22)</i>	32
<i>Figura 13: sx) Dynamic Shear Rheometer con sistema di acquisizione dati; dx) criostato;</i>	34
<i>Figura 14: Sistema di misura piatto-piatto e piatto-cono;</i>	34
<i>Figura 15: Ciclo di carico del DSR in oscillatorio (Petretto, 2012)</i>	36
<i>Figura 16: Curva sforzo - deformazione standard (Tozzi, 2022)</i>	39
<i>Figura 17: Curve sforzo deformazione di tre provini con comportamenti diversi (Tozzi, 2022);</i>	40
<i>Figura 18: Schematizzazione tipologia di rottura per un provino di bitume cilindrico (Baglieri et al., 2022);</i>	41
<i>Figura 19: Curva stress-pseudostrain bitume tal quale 50/70, temperatura test -12°C;</i> .	46
<i>Figura 20: Curve di sforzo-pseudo-deformazione e relative densità di energia di pseudo-deformazione, Tozzi et al. 2022</i>	47
<i>Figura 21: Peso dell'attrezzatura</i>	51
<i>Figura 22: Penetrometro utilizzato</i>	52
<i>Figura 23: Preparazione dei campioni da utilizzare nel Ring and Ball test</i>	53
<i>Figura 24: Test bitume A immerso in acqua;</i>	54
<i>Figura 25: Test concluso;</i>	54
<i>Figura 26: Bitume B immerso nel bagno di glicerina</i>	55

<i>Figura 27: Forno per RTFOT utilizzato</i>	57
<i>Figura 28: Travaso di bitume invecchiato al RTFOT nel piattino del PAV</i>	60
<i>Figura 29: Forno PAV utilizzato;</i>	60
<i>Figura 30: Bitume invecchiato a lungo termine nel PAV;</i>	61
<i>Figura 31: Bending Beam Rheometer utilizzato</i>	62
<i>Figura 32: sx) Cassero per travetto di bitume; dx) versamento di bitume liquido nel cassero;</i>	62
<i>Figura 33: sx) Travetto di bitume prima della fase di “trimming”, dx) travetto dopo la fase di “trimming”;</i>	63
<i>Figura 34: Travetto di bitume (dopo il test);</i>	63
<i>Figura 35: in alto) interpolazione valore T_s; in basso) interpolazione valore T_m;</i>	65
<i>Figura 36: in alto) interpolazione valore T_s; in basso) interpolazione valore T_m;</i>	66
<i>Figura 37: Reometro utilizzato in laboratorio;</i>	67
<i>Figura 38: 1) Provino MSCR liquido; 2) Provino con piatto inferiore e superiore; 3) fase di “schiacciamento del provino”; 4) fase di “trimming”; 5) provino ultimato;</i>	68
<i>Figura 39: sx) Reometro utilizzato; dx) Base in polistirolo;</i>	71
<i>Figura 40: Cassero in alluminio chiuso con nastro adesivo;</i>	72
<i>Figura 41: Provino MTL;</i>	73
<i>Figura 42: Grafico stress vs strain bitume A temperatura -11°C;</i>	76
<i>Figura 43: Grafico I_B vs Temperatura bitume A (tal quale);</i>	78
<i>Figura 44: Grafico Average Failure strain vs Average Failure stress bitume A;</i> 79	
<i>Figura 45: Grafico I_B vs Temperatura bitume B (PMB)</i>	81
<i>Figura 46: Grafico Average Failure strain vs Average Failure stress bitume B;</i> 82	
<i>Figura 47: Test SCB;</i>	87
<i>Figura 48: Dimensioni standard provino SCB;</i>	88
<i>Figura 49: Differenza tra test valido e invalido;</i>	89
<i>Figura 50: Curva Load – LLD</i>	90
<i>Figura 51: Prove con stessa energia di frattura ma comportamento differente;</i> .	92
<i>Figura 52: Distribuzione granulometrica;</i>	94
<i>Figura 53: I_B vs Temperatura BITUME A</i>	95
<i>Figura 54: I_B vs Temperatura BITUME B</i>	96
<i>Figura 55: I_B vs Temperatura BITUME C</i>	96
<i>Figura 56: I_B vs Temperatura BITUME D</i>	97
<i>Figura 57: Miscelatore automatico utilizzato</i>	98

<i>Figura 58: Prelievo della miscela;</i>	99
<i>Figura 59: Fase di sgranamento;</i>	100
<i>Figura 60: Formazione del cumulo conico.....</i>	101
<i>Figura 61: Materiale quartato.....</i>	101
<i>Figura 62: Picnometri utilizzati;</i>	102
<i>Figura 63: Pressa a taglio giratoria.....</i>	104
<i>Figura 64: Campioni compattati di altezza 140 mm;</i>	105
<i>Figura 65:1) Peso del campione asciutto; 2)immersione del provino; 3) pesata in acqua; 4) fase di asciugamento del provino mediante panno in camoscio;</i>	107
<i>Figura 66: Lama circolare utilizzata per i tagli;.....</i>	108
<i>Figura 67: Rappresentazione schematica dei tagli eseguiti;.....</i>	109
<i>Figura 68: sx) formazione dell'intaglio; dx) campione SCB completato;.....</i>	109
<i>Figura 69: i 48 provini SCB;</i>	110
<i>Figura 70: Campioni in cella di condizionamento</i>	112
<i>Figura 71:sx) campione in posizione; dx) campione rotto (rottura valida);.....</i>	115
<i>Figura 72: Average Fracture Energy vs I_B vs T miscela A;.....</i>	119
<i>Figura 73: Average Fracture Energy vs I_B vs T miscela B;.....</i>	119
<i>Figura 74: : Average Fracture Energy vs I_B vs T miscela C;.....</i>	120
<i>Figura 75: : Average Fracture Energy vs I_B vs T miscela D;.....</i>	120
<i>Figura 76: Grafico Average Fracture Energy vs T per tutte le miscele;</i>	121
<i>Figura 77: : Average Fracture Energy vs ΔT;.....</i>	122
<i>Figura 78: sopra) istogramma Average Fracture energy vs T; sotto) istogramma I_B vs T;.....</i>	123
<i>Figura 79: Average K_{ic} vs I_B vs T miscela A;</i>	124
<i>Figura 80: Average K_{ic} vs I_B vs T miscela B;</i>	124
<i>Figura 81: Average K_{ic} vs I_B vs T miscela C;</i>	125
<i>Figura 82: Average K_{ic} vs I_B vs T miscela D;</i>	125
<i>Figura 83: Average CRI vs I_B vs T miscela A;.....</i>	126
<i>Figura 84: Average CRI vs I_B vs T miscela B;.....</i>	126
<i>Figura 85: Average CRI vs I_B vs T miscela C;</i>	127
<i>Figura 86: Average CRI vs I_B vs T miscela D;</i>	127
<i>Figura 87:Average CRI vs T per ogni miscela;</i>	128
<i>Figura 88: Average CRI vs ΔT per tutte le miscele</i>	129

Indice delle tabelle

<i>Tabella 1: Valori limite di Jnr3,2 in funzione del livello di traffico di progetto ..</i>	<i>25</i>
<i>Tabella 2: Accettabilità dei risultati (da AASHTO T240-13).....</i>	<i>31</i>
<i>Tabella 3: Misurazioni bitume tal quale;.....</i>	<i>52</i>
<i>Tabella 4: Misurazioni bitume modificato;.....</i>	<i>53</i>
<i>Tabella 5: Misurazioni bitume A.....</i>	<i>54</i>
<i>Tabella 6: Temperature di rammollimento bitume B.....</i>	<i>55</i>
<i>Tabella 7: Tabella per la classificazione empirica dei bitumi tal quali</i>	<i>56</i>
<i>Tabella 8: Tabella per la classificazione empirica dei bitumi modificati con polimero</i>	<i>56</i>
<i>Tabella 9: Verifica del “change in mass” bitume tal quale</i>	<i>58</i>
<i>Tabella 10: Verifica del “change in mass” bitume modificato;</i>	<i>59</i>
<i>Tabella 11: Organizzazione cronologica test BBR;.....</i>	<i>64</i>
<i>Tabella 12: Risultati test BBR;</i>	<i>64</i>
<i>Tabella 13: Valori di soglia Jnr3,2 in funzione dei livelli di traffico;.....</i>	<i>69</i>
<i>Tabella 14: Risultati test MSCR bitume tal quale;</i>	<i>69</i>
<i>Tabella 15: Risultati test MSCR bitume modificato;</i>	<i>70</i>
<i>Tabella 16: PG dei due bitumi in esame;</i>	<i>70</i>
<i>Tabella 17: Test eseguiti nella sperimentazione MTL;.....</i>	<i>74</i>
<i>Tabella 18: Cinque ripetizioni bitume A temperatura -11°C;</i>	<i>76</i>
<i>Tabella 19: Metodo degli interquartili (temperatura -11°C);</i>	<i>77</i>
<i>Tabella 20: Valori eliminati dall’analisi (Temperatura -11°C);.....</i>	<i>77</i>
<i>Tabella 21: Valori utilizzati nell’analisi (Temperatura -11°C);</i>	<i>77</i>
<i>Tabella 22: Average Failure strain e Average Failure stress bitume A;.....</i>	<i>79</i>
<i>Tabella 23: Average Failure strain e Average Failure stress bitume B;.....</i>	<i>81</i>
<i>Tabella 24: Confronto tra risultati del BBR (Ts, Tm) con MTL (Tcr);</i>	<i>82</i>
<i>Tabella 25: Dosaggio materiali utilizzato</i>	<i>93</i>
<i>Tabella 26: Caratterizzazione reologica dei quattro bitumi;</i>	<i>95</i>
<i>Tabella 27: Quantità di classi granulometriche utilizzate;</i>	<i>99</i>
<i>Tabella 28: Massima massa volumica teorica per la miscela A;</i>	<i>103</i>
<i>Tabella 29: Quantità di miscela per un singolo provino (miscela A).....</i>	<i>104</i>
<i>Tabella 30: Densità satura a superficie asciutta campioni compattati;.....</i>	<i>108</i>
<i>Tabella 31: Percentuale di vuoti d’aria nei provini SCB;.....</i>	<i>111</i>
<i>Tabella 32: Percentuale dei vuoti nei provini della miscela A;.....</i>	<i>113</i>

<i>Tabella 33:Assegnazione dei provini;</i>	114
<i>Tabella 34: Risultati test SCB miscela A</i>	117
<i>Tabella 35: Risultati filtrati test SCB miscela A e B;</i>	117
<i>Tabella 36: Risultati filtrati test SCB miscela C e D</i>	118
<i>Tabella 37: Risultati medi della sperimentazione SCB;</i>	118
<i>Tabella 38: Sintesi risultati reologici dei quattro bitumi;</i>	121
<i>Tabella 39: Sintesi risultati reologici;</i>	128

ABSTRACT

Le fessurazioni di origine termica rappresentano una delle principali cause di danneggiamento delle pavimentazioni stradali, poiché compromettono le caratteristiche strutturali e funzionali della sovrastruttura, manifestandosi attraverso fessure trasversali con passo uniforme. Per valutare le prestazioni delle pavimentazioni in conglomerato bituminoso alle basse temperature, vengono condotte diverse tipologie di prove in laboratorio sia sui leganti bituminosi sia sulle miscele.

Storicamente, la caratterizzazione dei bitumi alle basse temperature avviene mediante prove effettuate con il Bending Beam Rheometer (BBR). Tuttavia, recentemente, il Politecnico di Torino ha introdotto una metodologia innovativa, chiamata Monotonic Torsional Loading (MTL), che utilizza campioni di diametro 4 mm e alti 5 mm portandoli a rottura con il Dynamic Shear Rheometer (DSR).

Lo studio proposto in questo elaborato di tesi mira a determinare le proprietà a rottura alle basse temperature dei leganti bituminosi tramite la tecnica MTL, confrontando i risultati ottenuti con le prove Semi Circular Bending (SCB) sulle miscele. Sono stati indagati due tipi di leganti bituminosi: un bitume tradizionale e un legante modificato con SBS. I materiali sono stati inizialmente caratterizzati sia secondo il sistema di classificazione tradizionale sia secondo il sistema Superpave. Successivamente è stato effettuato un confronto tra le prove MTL e BBR per identificare le differenze e le criticità tra le due metodologie.

Attraverso la procedura MTL, ciascun bitume è stato testato a diverse temperature, con almeno cinque ripetizioni per temperatura. I risultati sono stati elaborati per ottenere l'indice di fragilità (I_B) e la temperatura critica di rottura mediante un modello semplificato.

Al fine di confrontare suddetti parametri reologici riferiti al solo bitume con parametri ottenuti da test sul conglomerato bituminoso, state eseguite le prove SCB su miscele per strati di collegamento. In questa sperimentazione, sono state testate quattro diverse miscele a quattro temperature di prova, con un minimo di tre ripetizioni per temperatura. L'analisi ha permesso di valutare per ogni prova parametri quali l'energia di frattura (G_f), la tenacità a frattura (K_{Ic}) e il Cracking Resistance Index (CRI).

Sulla base dei risultati ottenuti, confrontando i risultati dei bitumi con quelli ottenuti dai test sulle miscele, è stata evidenziata una buona correlazione tra l'indice I_B e i parametri G_f e CRI . Non è stato rilevato nessun trend specifico, invece, tra I_B e la tenacità a frattura.

I risultati reologici ottenuti tramite Monotonic Torsional Loading test si dimostrano più coerenti e in linea col comportamento delle corrispondenti miscele bituminose rispetto al sistema Superpave. Conglomerati contenenti bitumi con la stessa temperatura minima PG hanno mostrato andamenti complessivi completamente differenti. La temperatura critica T_{cr} ottenuta dal MTL test, invece, risulta efficace nel prevedere eventuali differenze di comportamento anche nel campo delle miscele bituminose.

PREMESSA

La fessurazione di origine termica è una delle principali cause di danneggiamento nelle pavimentazioni stradali. È comune imbattersi in fessure che compromettono le caratteristiche funzionali e strutturali della superficie stradale specialmente negli ambienti esposti alle basse temperature. Infatti, per effetto delle oscillazioni di temperatura giornaliere a cui la pavimentazione è sottoposta si generano fessurazioni trasversali alla direzione di marcia con passo costante che accelerano il processo di degrado. Quindi, è fondamentale indagare il comportamento del bitume e delle miscele di conglomerato bituminoso per valutarne la suscettibilità alle basse temperature e poter quindi prevenire eventuali fenomeni di fessurazione.

Ad oggi, esistono numerose metodologie per valutare il comportamento alle basse temperature dei leganti bituminosi. Il test più utilizzato è il test al Bending Beam Rheometer: esso misura la rigidità e la resilienza di un travetto in legante bituminoso quando sottoposto a flessione in condizioni di basse temperature rimanendo in campo viscoelastico lineare lontano dalle condizioni di rottura. Tale metodo di prova permette di ottenere il cosiddetto “low temperature performance grade”, ovvero il limite inferiore del range termico di applicazione del bitume testato. Tuttavia, diversi studi hanno dimostrato come il BBR non sia propriamente adatto alla caratterizzazione reologica del bitume né propriamente adeguato alla previsione delle sollecitazioni termiche sulle miscele bituminose.

Per tali motivi, negli anni sono stati proposti metodi innovativi finalizzati alla caratterizzazione dei leganti bituminosi alle basse temperature. Nel 2021, Baglieri et al. hanno sviluppato una nuova metodologia di test, che consiste nel testare il bitume al Dynamic Shear Rheometer (DSR), utilizzando piatti paralleli di 4 mm di diametro. Suddetto studio ha inoltre introdotto un indice di fragilità, I_B , ovvero un indicatore di quanto il bitume oggetto di studio fosse vicino al comportamento perfettamente fragile. Per poter indagare ulteriormente sulla fattibilità di questa innovativa metodologia, una correlazione va implementata tra l'indice di fragilità individuato sul test MTL sul legante bituminoso e altri parametri di frattura determinati alla scala delle miscele.

Una delle prove più utilizzate attualmente per determinare le proprietà delle miscele bituminose alle basse temperature è la prova SCB (Semi Circular Bending Test). Questo test consiste nel portare a rottura un provino semicircolare mediante una flessione su tre punti, applicando un carico verticale in controllo di spostamento di 5 millimetri al minuto. Questa prova presenta numerosi vantaggi, tra cui la velocità

di esecuzione della prova stessa e la facilità di preparazione dei campioni in laboratorio.

Diversi parametri ricavati dalla prova SCB sono stati analizzati in vari studi sperimentali per captare il comportamento del conglomerato bituminoso alle basse temperature. L'energia di frattura (G_f), definita come il lavoro di frattura diviso l'area del legamento, viene spesso utilizzata per prevedere la resistenza alla frattura. Il Cracking Resistance Index (CRI), valutato come G_f divisa per il carico di picco, coglie le differenze di comportamento tra due miscele con stessa energia di frattura ma diverso carico di picco, dimostrando un'alta ripetibilità e affidabilità nel captare la fragilità del conglomerato bituminoso. Un altro parametro di notevole importanza nel test SCB è la tenacità a frattura K_{Ic} .

L'obiettivo di questo elaborato di tesi è quello di indagare ulteriormente il metodo di caratterizzazione dei bitumi alle basse temperature MTL correlando i risultati ottenuti sul legante bituminoso al Dynamic Shear Rheometer e i parametri risultanti dal Semi Circular Bending Test (SCB) su miscele bituminose contenenti lo stesso legante precedentemente testato. In particolare, quattro diversi bitumi di differente composizione sono stati inizialmente caratterizzati mediante numerosi test MTL a diverse temperature al fine di valutare, l'andamento dell'indice di fragilità I_B per ogni materiale. Successivamente, alle medesime temperature precedentemente investigate tramite MTL test sono stati eseguiti dei test SCB calcolando l'energia di frattura G_f e la tenacità a frattura K_{Ic} e Cracking Resistance Index (CRI). Infine, è stata individuata una correlazione tra i parametri di fragilità del solo legante bituminoso determinati con il test MTL e i parametri di frattura della miscela bituminosa, al fine di verificare l'efficacia della suddetta metodologia nel prevedere il comportamento del conglomerato bituminoso alle basse temperature.

CAPITOLO PRIMO: SISTEMI DI CLASSIFICAZIONE

1.1 Sistema di classificazione empirico

Il sistema di classificazione empirico (o tradizionale) si basa sulla determinazione di alcuni parametri empirici forniti da varie metodologie di prove successivamente esplicate. Pur essendo ampiamente diffuso e quindi consolidato, questo sistema di classificazione presenta delle limitazioni:

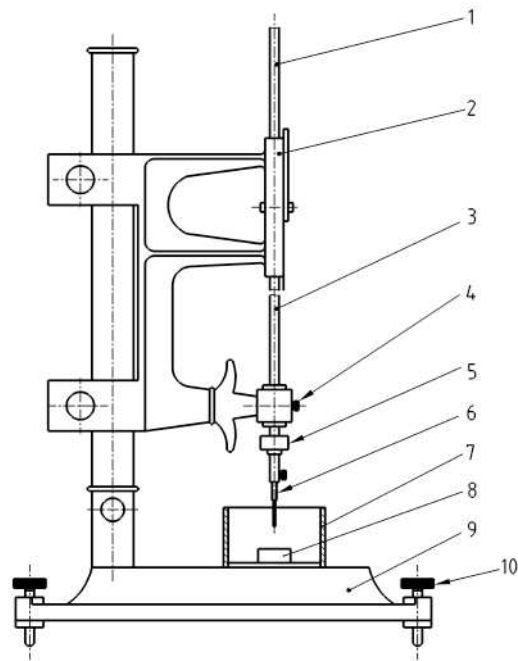
- le modalità di prova sono poco attinenti con i fenomeni reali sul campo;
- non è adatto alla classificazione di materiali innovativi.

Di seguito, vengono elencate le prove di riferimento del sistema di classificazione tradizionale.

1.1.1 Prova di Penetrazione

La prova consiste nel misurare la penetrazione (e quindi l'abbassamento) di un ago, a cui è applicato un peso di 100 g per un periodo di 5 secondi, in un campione di bitume alla temperatura di 25 °C (la norma di riferimento è la UNI EN 1426). I bitumi vengono classificati secondo classi di penetrazione. La prova permette di determinare il grado di consistenza del bitume che va da valori molto bassi per bitumi duri (20/30 minimo per legge) a quelli più alti per bitumi fluidi (180/220 massimo per legge).

Per eseguire il test si utilizza il penetrometro, un'apparecchiatura che permette ad un "porta-ago" di muoversi verticalmente senza attrito e consente di determinare la penetrazione dell'ago con precisione di 0,1 mm. Il porta-ago deve essere facilmente staccabile dall'apparecchiatura e deve avere una massa di $(47,50 \pm 0,05)$ g a cui si aggiunge un peso di $(50,00 \pm 0,05)$ g. La macchina di prova è riportata in figura 1.



- Key
- 1 spindle
 - 2 dial assembly
 - 3 needle holder
 - 4 release assembly
 - 5 50 g mass
 - 6 needle and ferule
 - 7 transfer dish with flat bottom
 - 8 test sample container
 - 9 base plate (stand)
 - 10 level adjustment screw

Figura 1: Penetrometro

Per quanto concerne l'ago, deve avere un diametro compreso tra 1,00 mm e 1,02 mm e un'estremità deve essere simmetricamente affilata per rettifica fino a formare un cono. Il cono deve essere coassiale al corpo cilindrico dell'ago, ovvero l'ago non deve presentare distorsioni. Per penetrazioni fino a $(330 \times 0,1)$ mm, la lunghezza dell'ago deve essere di circa 50 mm. L'ago deve essere saldamente fissato in una ghiera di ottone o acciaio inossidabile. L'attrezzatura utilizzata, in totale, deve pesare 100,00 g.

Si eseguono tre ripetizioni per ogni bitume oggetto d'esame. Le misurazioni si esprimono in dmm.

1.1.2 Prova di Rammollimento

La prova di rammollimento (norma di riferimento UNI EN 1427) viene eseguita mediante uno strumento che prevede l'utilizzo di una palla ed un anello (da qui anche la denominazione di prova "palla-anello"). La prova consiste nello scaldare un liquido, solitamente acqua (se il punto di rammollimento previsto è compreso tra i 28° e gli 80°) o glicerina (se il punto di rammollimento previsto è maggiore di 80°) con un gradiente di temperatura di 5°C al minuto. Nel liquido è immerso il campione di bitume (si testano contemporaneamente due provini, da cui ricavare diverse misurazioni che poi verranno mediate) compreso nell'anello metallico su cui sopra è poggiata una biglia d'acciaio con caratteristiche standard (dal peso di 3,5g). Lo scopo è determinare la temperatura per cui si ha il superamento di un determinato limite imposto all'abbassamento della palla (25,40 mm). La temperatura così ottenuta, che prenderà il nome di temperatura di rammollimento, indica il passaggio dallo stato viscoelastico a quello puramente viscoso. Questa prova serve a determinare l'idoneità del bitume in ambienti caldi, se la temperatura di rammollimento è bassa, per esempio, il bitume è poco indicato per quella applicazione. Uno schema esplicativo della prova è riportato in figura 2.

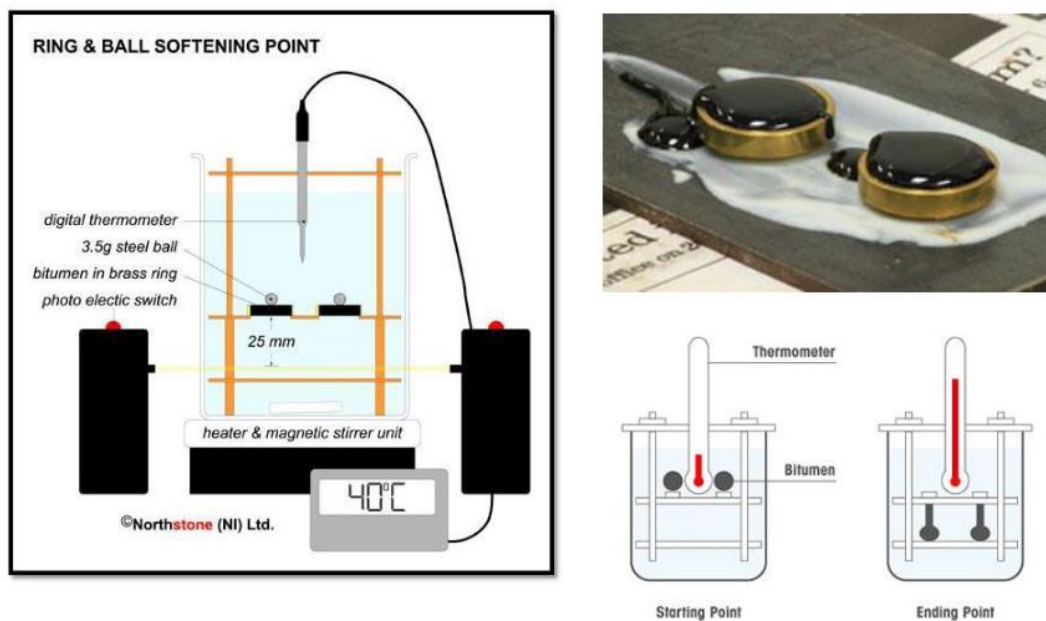


Figura 2: Prova di rammollimento

1.1.3 Prova Fraass

La Prova Fraass è una delle prove standard utilizzate per valutare le proprietà di dei bitumi alle basse temperature, ovvero la capacità di un bitume di resistere alla formazione di crepe a basse temperature, un aspetto critico nelle regioni con climi freddi. Il provino consiste in una sottile lamina di bitume di spessore 0.5 mm vincolata alle estremità. Essa viene soggetta a un'inflexione generata da un sistema di manovelle. Il test inizia alla temperatura di 10 °C. Viene poi applicato gradualmente un gradiente di temperatura di 1°C/minuto, finché il campione non mostra segni di frattura. La temperatura a cui si verifica la frattura è la temperatura di Fraass, che fornisce un'indicazione della fragilità del bitume a basse temperature. A causa della natura empirica di questa metodologia, i risultati sperimentali ottenuti sono influenzati da un basso livello di precisione e accuratezza. Inoltre, il punto di rottura di Fraass mostra una scarsa correlazione con il comportamento sul campo delle miscele bituminose e per questo motivo il suo utilizzo come indicatore delle prestazioni a basse temperature non è fortemente raccomandato. In figura 3 è rappresentata schematicamente la procedura di prova.

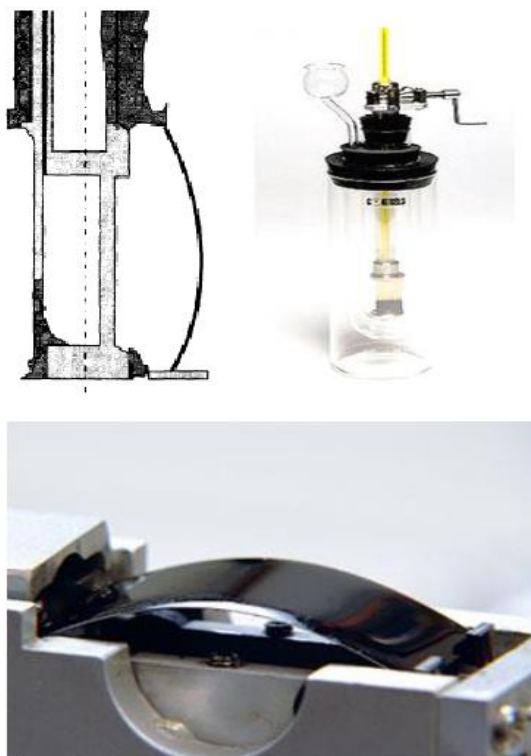
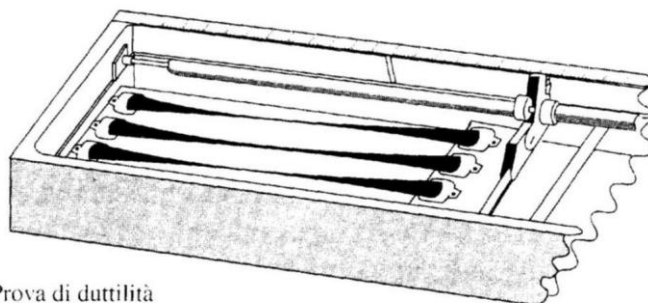


Figura 3: Prova Fraass (da slide del Corso Infrastrutture Viarie)

1.1.4 Prova di duttilità

La prova di duttilità (conforme alla norma UNI EN 13589) consente di valutare le caratteristiche di trazione dei leganti bituminosi. Il dispositivo di prova è composto da un duttilometro, ovvero una vasca in cui circola acqua a una temperatura di 25°C (temperatura di prova). All'interno di questa vasca vengono solitamente collocati tre campioni di bitume con la tipica forma a “osso di cane”. Questi campioni vengono fissati alle estremità su due piastre, di cui una è immobile, mentre l'altra si sposta a una velocità di allungamento di 50 mm/min. Di conseguenza, durante l'allungamento, la parte centrale si estende, riducendo la sua sezione fino a rompersi. La duttilità viene quantificata mediante l'allungamento, espresso in centimetri, subito al momento della rottura.



Prova di duttilità

Figura 4: Prova di duttilità (da slide del Corso Infrastrutture Viarie)

In funzione dei risultati delle prove precedentemente elencate, si classifica il bitume consultando la tabella presente nella norma BS EN 12591 nel caso di bitume tal quale. Nel caso di bitume modificato con polimero, si consulta la tabella fornita dalla norma BS EN 14023.

1.2 Sistema di classificazione prestazionale (SUPERPAVE)

Il sistema di classificazione empirico, precedentemente illustrato, si fonda su un approccio prescrittivo. Tuttavia, questo tipo di approccio rischia di non riuscire a stabilire una connessione tra le proprietà fisiche del legante e le sue prestazioni sul campo. Inoltre, i metodi empirici, per loro stessa natura, generano risultati validi solo se le condizioni operative, come volumi di traffico, escursioni termiche e velocità del traffico, si ripetono da una pavimentazione all'altra. Inoltre, questi metodi non considerano la natura viscoelastica del bitume, la cui risposta varia in base alla velocità di applicazione del carico e alla temperatura, e non sono adatti per classificare i bitumi modificati. Al fine di superare queste limitazioni, è stato introdotto un sistema di classificazione prestazionale che si basa su parametri

reologici anziché empirici, le cui specifiche tecniche sono legate ai principali fenomeni di degrado delle pavimentazioni.

Il sistema di classificazione Superpave (Superior Performing Asphalt Pavements) è un approccio avanzato utilizzato per progettare e classificare i bitumi utilizzati nella costruzione di pavimentazioni stradali. È stato sviluppato negli Stati Uniti dalla Strategic Highway Research Program (SHRP) per migliorare la durabilità e le prestazioni delle sovrastrutture e per incrementare la conoscenza sui leganti e sui conglomerati bituminosi. Il sistema Superpave si basa su criteri di progettazione avanzati e parametri reologici per valutare le caratteristiche dei bitumi e progettare miscele bituminose adatte alle specifiche condizioni locali. Nello specifico, i bitumi vengono scanditi in classi prestazionali attraverso un indice detto Performance Grade (PG): tale indice definisce un intervallo di temperature, comprese tra il valore massimo (XX) e il valore minimo (-YY) alle quali il bitume è in grado di garantire le prestazioni richieste. Le temperature massime e minime PG sono, rispettivamente, maggiori della temperatura massima di progetto della pavimentazione e minori della temperatura minima di progetto della stessa, dove:

- $T_{max,p}$, la temperatura massima di progetto, si valuta registrando la massima temperatura raggiunta su una media mobile di sette giorni a una profondità di 20 mm dalla superficie dello strato d'interesse;
- $T_{min,p}$, la temperatura minima di progetto, si calcola considerando la media dei valori minimi annuali in corrispondenza della superficie dello strato.

In questo sistema di classificazione vengono, dunque, performati diversi test allo scopo di individuare le proprietà fisiche del bitume da correlare opportunamente alle prestazioni da garantire all'interno delle temperature di servizio. Inoltre, in tali test è previsto l'uso di bitumi "invecchiati" a breve termine (tramite Rolling Thin Film Oven Test) e lungo termine (tramite Pressure Aging Vessel).

È possibile utilizzare un algoritmo chiamato LTPP (Long Term Pavement Performance) per stabilire approssimativamente le temperature della pavimentazione conoscendo la temperatura dell'aria. A valle del calcolo, si utilizza il bitume che meglio garantisce i requisiti prestazionali richiesti in funzione delle condizioni ambientali del sito di interesse. Le relazioni che permettono di ricavare le temperature massime e minime di progetto della pavimentazione sulla base delle temperature registrate dell'aria sono le seguenti:

$$T_{max,p} = 54,32 + 0,078 \cdot T_{max,a} - 0,0025 \cdot LAT^2 - 5,14 \cdot \log(H + 25) + z \cdot (9 + 0,61 \cdot \sigma_{max,a}^2)^{0,5}$$

$$T_{min,p} = -1,56 + 0,72 \cdot T_{min,a} - 0,004 \cdot LAT^2 + 6,26 \cdot \log(H + 25) - z \cdot (4,4 + 0,52 \cdot \sigma_{min,a}^2)^{0,5}$$

Dove:

- $T_{max,a}$ = temperatura massima dell'aria;
- $T_{min,a}$ = temperatura minima dell'aria;
- LAT = latitudine della zona d'intervento;
- H = profondità dalla superficie a cui calcolare la temperatura [mm];
- z = coefficiente che esprime l'allargamento della gaussiana funzione dell'affidabilità richiesta.
- $\sigma_{max,a}$ = deviazione standard delle temperature massime dell'aria;
- $\sigma_{min,a}$ = deviazione standard delle temperature minime dell'aria.

Il sistema si mostra mediante una tabella suddivisa in quattro sezioni e suddivide le varie temperature in incrementi successivi di 6 gradi Celsius, come ad esempio PG 46-YY e PG 52-YY. Il riferimento normativo è la AASHTO M 320. Di seguito (figura 5) è fornito un estratto di tale normativa:

Performance Grade	PG 46			PG 52						PG 58				PG 64							
	34	40	46	10	16	22	28	34	40	46	16	22	28	34	40	10	16	22	28	34	40
Average 7-day max pavement design temp, °C ^d	<46			<52						<58				<64							
Min pavement design temperature, °C ^d	>34	>40	>46	>10	>16	>22	>28	>34	>40	>46	>16	>22	>28	>34	>40	>10	>16	>22	>28	>34	>40
Original Binder																					
Flash point temp, T 48, min °C	230																				
Viscosity, T 316: ^e max 3 Pavs, test temp, °C	135																				
Dynamic shear, T 315: ^e G*/sinδ, min 1.00 kPa test temp @ 10 rad/s, °C	46			52						58				64							
Rolling Thin-Film Oven Residue (T 240)																					
Mass change, max, percent	1.00																				
Dynamic shear, T 315: ^e G*/sinδ, min 2.20 kPa test temp @ 10 rad/s, °C	46			52						58				64							
Pressurized Aging Vessel Residue (R 28)																					
PAV aging temperature, °C ^f	90			90						100				100							
Dynamic shear, T 315: ^e G* sinδ, max 5000 kPa test temp @ 10 rad/s, °C	10	7	4	25	22	19	16	13	10	7	25	22	19	16	13	31	28	25	22	19	16
Creep stiffness, T 313: ^e S, max 300 MPa m-value, min 0.300 test temp @ 60 s, °C	-24	-30	-36	0	-6	-12	-18	-24	-30	-36	-6	-12	-18	-24	-30	0	-6	-12	-18	-24	-30
Direct tension, T 314: ^e Failure strain, min 1.0% test temp @ 1.0 mm/min, °C	-24	-30	-36	0	-6	-12	-18	-24	-30	-36	-6	-12	-18	-24	-30	0	-6	-12	-18	-24	-30

Figura 5: Sistema di classificazione Superpave;

Successivamente, vengono illustrati i due test utilizzati per la determinazione del low PG e del high PG.

1.2.1 Bending Beam Rheometer

Il low Performance Grade di un bitume si ottiene dalla prova al Bending Beam Rheometer. La normativa di riferimento è la AASHTO T313-12. Questo metodo di prova riguarda la determinazione della rigidità flessionale del bitume mediante una prova di flessione su tre punti. Il test può essere performed sia su materiali vergini, sia su materiali invecchiati a breve o lungo termine. L'apparato di prova è progettato per eseguire test entro l'intervallo di temperature da -36 a 0°C .

Il Bending Beam Rheometer misura la deflessione del punto medio di una trave di bitume semplicemente supportata e soggetta ad un carico costante applicato al punto medio della trave. Il test si compone di varie fasi: inizialmente, del bitume sufficientemente liquido viene versato in appositi casseri (figura 6) per ottenere un travetto di bitume di dimensioni standard.

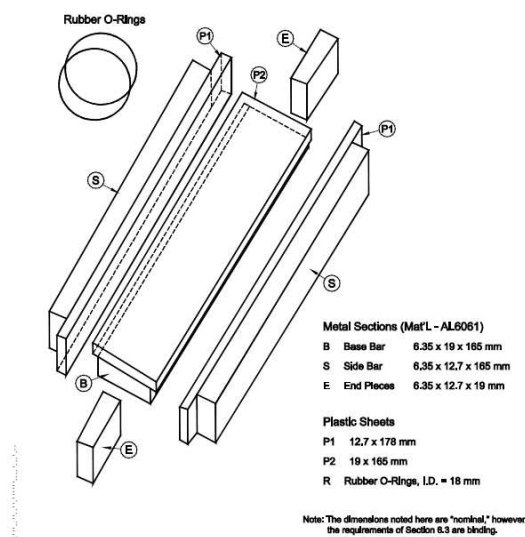


Figura 6: dimensioni standard del cassero del travetto in bitume (da AASHTO T313)

Dopo un'attenta fase di calibrazione, suddetto provino viene condizionato nel bagno fluido a temperatura controllata per un'ora al fine di raggiungere l'equilibrio termico. Successivamente si esegue il test, che consiste nell'applicazione di un carico costante in mezzera del travetto per 240 s. Il carico di prova (980 ± 50 mN) e la deflessione nel punto medio della trave vengono monitorati rispetto al tempo, rispettivamente a 8, 15, 30, 60, 120 e 240 secondi. La rigidità della trave per i tempi di carico sopra specificati viene calcolata dividendo la sollecitazione

massima per la deformazione massima. Lo schema di funzionamento schematico è rappresentato in figura 7.

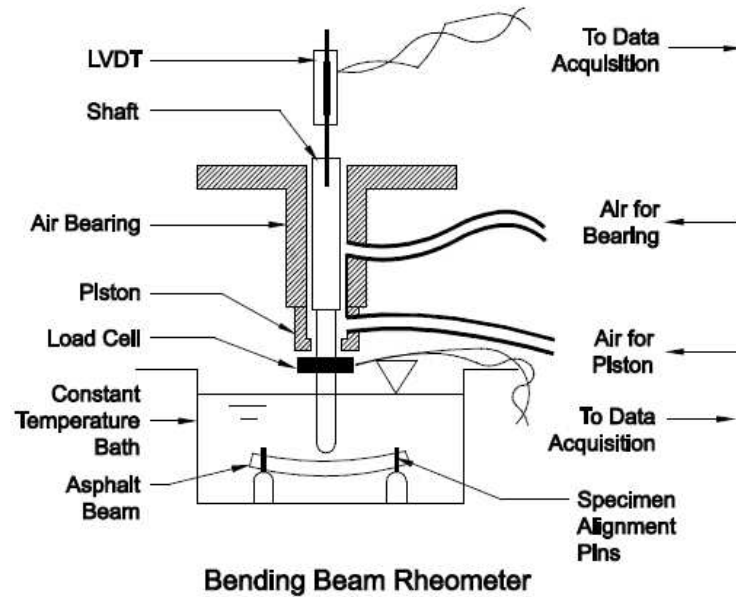


Figura 7: Schema di funzionamento BBR (da AASHTO T313);

La prova è condotta a una temperatura (detta *Limiting Stiffness Temperature*) pari a quella minima di progetto incrementata di 10°C: questo aumento consente di ridurre il tempo di carico da 2 h (tempo necessario in situ affinché avvenga il fenomeno) a 60 s, per il principio di equivalenza tempo-temperatura, consentendo quindi la caratterizzazione sperimentale in laboratorio in modo più rapido.

In output dalla prova, due sono i parametri di controllo fondamentali:

- S_{60} : rigidità flessionale del travetto dopo 60 secondi;
- m_{60} : parametro di rilassamento, rappresenta la variazione della rigidità flessionale nel tempo;

Il sistema SuperPave stabilisce dei limiti per i valori di S_{60} e m_{60} . In particolare, la rigidità flessionale del bitume invecchiato al PAV è limitata a un massimo di 300 MPa, mentre il valore m viene limitato a un minimo di 0.3. Questi limiti sono imposti per controllare le tensioni di coazione che si sviluppano nel materiale durante il raffreddamento e per assicurare una sufficiente capacità di rilassamento.

Effettuando la prova a diverse temperature e interpolando i valori ottenuti, si determina la temperatura (T_s) corrispondente a una rigidità di 300 MPa e la temperatura (T_m) corrispondente a un valore di m pari a 0.3. La temperatura più

restrittiva tra le due sarà cruciale nella determinazione della temperatura minima di soglia del PG.

1.2.2 Multiple Stress Creep Recovery

Al fine di determinare l'high Performance Grade di un bitume, ci si basa sui risultati del test MSCR (Multiple Stress Creep Recovery) eseguito al Dynamic Shear Rheometer (DSR). La norma di riferimento per questo test è la AASHTO T350-19. Il bitume testato deve aver subito precedentemente un processo di invecchiamento a breve termine (tramite RTFOT).

Lo scopo di questo test è determinare quantitativamente la risposta elastica in un legante bituminoso sottoposto a sforzo di taglio e recupero a due livelli di sollecitazione e a una temperatura specificata. Il sistema è composto da due piatti paralleli da 25 mm di diametro e con uno spazio di 1 mm. Il test si compone di 20 cicli: 10 cicli con pressione 0,1 kPa, 10 cicli con pressione 3,2 kPa. Ogni ciclo è composto da una fase di carico (1 secondo) e una fase di recovery (9 secondi). Il diagramma di carico e scarico è raffigurato di seguito.

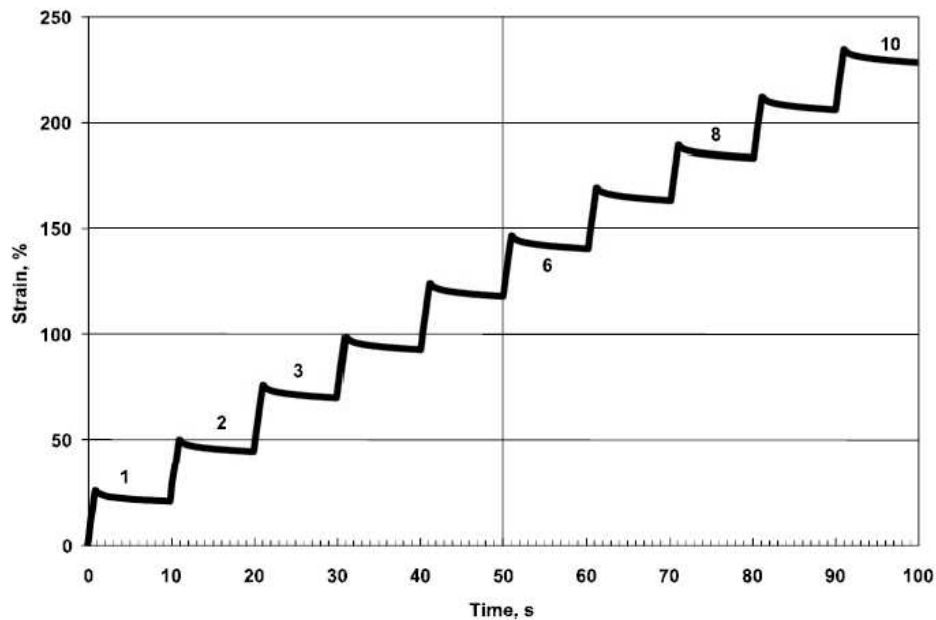


Figura 8: Andamento del carico durante la prova, con 10 cicli di carico e recovery (da AASHTO T350)

Per ogni ciclo si valutano, in termini di deformazioni:

- ε_0 : deformazione iniziale;
- ε_c : deformazione al termine del carico (1 s);

- $\varepsilon_1 = \varepsilon_c - \varepsilon_0$: deformazione relativa (1s);
- ε_r : deformazione dopo la fase di recovery (10 s);
- $\varepsilon_{10} = \varepsilon_r - \varepsilon_0$: deformazione permanente (di fine ciclo);
- $\varepsilon_r(0,1;N) = \frac{(\varepsilon_1 - \varepsilon_{10}) \times 100}{\varepsilon_1}$: percentuale di recovery (tensione 0,1 kPa);
- $\varepsilon_r(3,2;N) = \frac{(\varepsilon_1 - \varepsilon_{10}) \times 100}{\varepsilon_1}$: percentuale di recovery (3,2 kPa);

Dove N è il numero di cicli, ovvero 10.

Sulla base delle deformazioni precedentemente listate, si valutano:

- $R_{0,1} = \frac{SUM[(\varepsilon_r(0,1;N))]}{10}$: average percent recovery (0,1 kPa);
- $R_{3,2} = \frac{SUM[(\varepsilon_r(3,2;N))]}{10}$: average percent recovery (3,2 kPa);
- $J_{nr}(0,1;N) = \frac{(\varepsilon_{10})}{0,1}$: deformabilità di ogni ciclo (0,1 kPa);
- $J_{nr}(3,2;N) = \frac{(\varepsilon_{10})}{3,2}$: deformabilità di ogni ciclo (3,2 kPa);
- $J_{nr0,1} = \frac{SUM[(J_{nr}(0,1;N))]}{10}$: media delle deformabilità (0,1 kPa);
- $J_{nr3,2} = \frac{SUM[(J_{nr}(3,2;N))]}{10}$: media delle deformabilità (3,2 kPa);
- $J_{nr diff} = \frac{[(J_{nr3,2} - J_{nr0,1})] \times 100}{J_{nr0,1}}$: differenza percentuale tra le medie delle deformabilità (0,1 kPa e 3,2 kPa).

Tra questi parametri, quello fondamentale per la determinazione dell'high PG è la media delle deformabilità dei cicli a 3,2 kPa, ovvero $J_{nr3,2}$. Questo parametro, detto anche "Non-recoverable creep compliance" è un indicatore di quanto un legante bituminoso sottoposto a carichi ciclici, come ad esempio il traffico, presenti delle deformazioni permanenti. Con lo stesso principio visto in precedenza, si limita il valore di $J_{nr3,2}$ in funzione del livello di traffico di progetto. I valori limite sono riportati in tabella 1.

TRAFFICO							
STANDARD		HEAVY		VERY HEAVY		EXTREMELY H.	
$J_{nr3,2 \max}$ [kPa]	4.5	$J_{nr3,2 \max}$ [kPa]	2.0	$J_{nr3,2 \max}$ [kPa]	1.0	$J_{nr3,2 \max}$ [kPa]	0.5

Tabella 1: valori limite di $J_{nr3,2}$ in funzione del livello di traffico di progetto

L'High PG sarà l'ultima temperatura in grado di soddisfare la relazione:

$$J_{nr3,2} < J_{nr3,2 \max}$$

A valle dei test BBR e MSCR, si riporta il sistema di classificazione secondo AASHTO M 322-22:

Performance Grade:	PG 46			PG 52						PG 58					
	34	40	46	10	16	22	28	34	40	46	16	22	28	34	40
LTPPBind calculated max pavement design temp, °C ^b	<46			<52						<58					
Min pavement design temp, °C ^b	>-34	>-40	>-46	>-10	>-16	>-22	>-28	>-34	>-40	>-46	>-16	>-22	>-28	>-34	>-40
Original Binder															
Flash point temp, T 48, min °C	230														
Viscosity, T 316: ^c max 3 Pa·s, test temp, °C	135														
Dynamic shear, T 315: G*/sinδ, min 1.00 kPa test temp @ 10 rad/s, °C	46			52						58					
Rolling Thin-Film Oven Residue (T 240)															
Mass change, max, percent ^d	1.00														
MSCR, T 350: Standard Traffic "S" J _{N3.2} , max 4.5 kPa ⁻¹ J _{N4.6} , max 75% ^e test temp, °C	46			52						58					
MSCR, T 350: Heavy Traffic "H" J _{N3.2} , max 2.0 kPa ⁻¹ J _{N4.6} , max 75% ^e test temp, °C	46			52						58					
MSCR, T 350: Very Heavy Traffic "V" J _{N3.2} , max 1.0 kPa ⁻¹ J _{N4.6} , max 75% ^e test temp, °C	46			52						58					
MSCR, T 350: Extremely Heavy Traffic "E" J _{N3.2} , max 0.5 kPa ⁻¹ test temp, °C	46			52						58					
Pressurized Aging Vessel Residue (R 28)															
PAV conditioning temp, °C ^f	90			90						100					
Dynamic shear, T 315: "S" G* sin δ, ^g max 6000 kPa δ, ^g min 42° test temp @ 10 rad/s, °C	10	7	4	25	22	19	16	13	10	7	25	22	19	16	13
Dynamic shear, T 315: "H," "V," "E" G* sin δ, max 6000 kPa test temp @ 10 rad/s, °C	10	7	4	25	22	19	16	13	10	7	25	22	19	16	13
Creep stiffness, T 313: ^h S, max 300 MPa m-value, min 0.300 test temp @ 60 s, °C	-24	-30	-36	0	-6	-12	-18	-24	-30	-36	-6	-12	-18	-24	-30
Direct tension, T 314: ^h Failure strain, min 1.0% test temp @ 1.0 mm/min, °C	-24	-30	-36	0	-6	-12	-18	-24	-30	-36	-6	-12	-18	-24	-30

Figura 9: Sistema di classificazione Superpave (da AASHTO M322-22)

1.3 Invecchiamento dei bitumi

L'invecchiamento del bitume, noto anche come "aging", rappresenta un complesso insieme di fenomeni legati all'azione combinata di temperatura e ossigeno. Questa combinazione provoca un processo di alterazione fisico-chimica dei bitumi rispetto alle loro caratteristiche originali. Dal punto di vista reologico, ciò si traduce in un aumento della rigidità e del grado di "elasticità" del materiale analizzato, con conseguente riduzione dell'angolo di fase a parità di temperatura e tempo di carico. L'invecchiamento ha un impatto negativo sulla capacità di rivestimento del bitume, favorendo la separazione bitume-aggregato e diminuendo di conseguenza le sue capacità protettive. Esistono due tipologie di invecchiamento:

- Invecchiamento a breve termine: legato alle prime fasi di vita della pavimentazione, simula l'effetto che miscelazione, trasporto e stesa hanno sul bitume di interesse;
- Invecchiamento a lungo termine: legato alla vita operativa della pavimentazione, simula l'effetto del passaggio veicolare nel lungo periodo;

Le due tipologie differiscono, quindi, in termini di temperatura: nella fattispecie, nel *short term aging* le temperature in gioco sono molto elevate, nel *long term aging*, invece, si tratta anche di temperature ambientali.

Tre sono i meccanismi principali alla base dell'invecchiamento a breve termine:

- Volatilizzazione: perdita delle componenti volatili del bitume che presentano un punto di evaporazione basso;
- Ossidazione: l'ossigeno crea polarità all'interno del bitume e rompe i legami covalenti presenti;
- Polimerizzazione: formazione di catene caratterizzate da maggior peso molecolare.

Questi processi avvengono per via delle alte temperature alle cui il bitume è sottoposto nelle fasi di miscelazione e trasporto.

Successivamente, ha inizio la fase di invecchiamento a lungo termine, dove le temperature in gioco sono notevolmente inferiori. Tenendo conto che le componenti più volatili sono state già disperse in precedenza, in questa fase, i principali processi individuati sono ossidazione e polimerizzazione. Questi fenomeni avvengono principalmente per fattori ambientali quali l'esposizione a raggi ultravioletti solari

e alle temperature in sito. Per tali ragioni, nei vari strati della pavimentazione si riscontrano diversi livelli di invecchiamento in relazione all'esposizione: gli strati superficiali maggiormente esposti all'aria subiscono un processo di invecchiamento più rapido rispetto agli strati sottostanti.

Dal punto di vista chimico, quanto appena spiegato può essere riassunto attraverso una variazione nella proporzione delle componenti costituenti il bitume. Gli aromatici mostrano una diminuzione del loro contenuto, mentre, al contrario, le resine e gli asfalteni aumentano. In contrasto, le variazioni che interessano gli idrocarburi saturi sono trascurabili a causa della loro scarsa reattività termica (Wright, 1965).

1.3.1 Effetti dell'invecchiamento sulla reologia dei bitumi

Il fenomeno di invecchiamento impatta non solo sulla composizione chimica del bitume, ma anche sul comportamento reologico di quest'ultimo. Per tale ragione, è stato introdotto un indice di Invecchiamento (noto anche come Aging Index), che restituisce il grado di invecchiamento di un bitume basandosi sulla variazione di viscosità. L'indice si calcola come segue:

$$AI = \frac{\eta_r}{\eta_0}$$

Dove:

- η_r : viscosità del bitume invecchiato;
- η_0 : viscosità del bitume non invecchiato.

Precedenti studi (Montepara e Giuliani, 1998) hanno indagato l'evoluzione dell'indice di Invecchiamento nei processi di short and long term aging: è stato dimostrato che durante l'invecchiamento a breve termine avviene la maggior variazione di AI, probabilmente per via delle elevate temperature in gioco. Questo fenomeno è descritto esplicitamente nel grafico sottostante (figura 10).

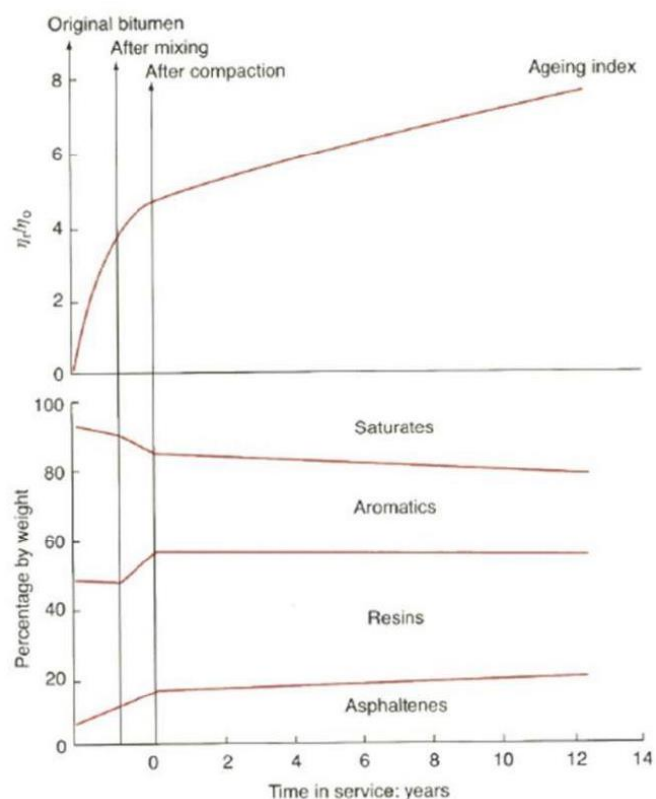


Figura 10: variazione dell'indice AI e della composizione chimica del bitume durante il processo di invecchiamento

Dalla figura è possibile notare che le significative modifiche nell'Indice di Invecchiamento e nella composizione chimica del bitume sono più rilevanti nel caso dell'invecchiamento a breve termine. Per quanto riguarda l'invecchiamento a lungo termine, si osservano invece variazioni meno marcate di tali parametri.

Nella pratica, per replicare in laboratorio sia l'invecchiamento a breve che quello a lungo termine, sono state sviluppate due procedure specifiche. La prima, nota come RTFOT (Rolling Thin Film Oven Test), simula i meccanismi di invecchiamento a breve termine. La seconda, chiamata PAV (Pressure Aging Vessel), si focalizza invece sulla simulazione dei meccanismi di invecchiamento a lungo termine.

1.3.2 Rolling Thin Film Oven Test

La procedura RTFOT è regolamentata secondo la normativa UNI EN 12607-1. L'apparato per il test consiste in un forno che ospita una ruota porta-campione, una struttura metallica con due dischi forati circolarmente (figura 11). Nei fori di questa struttura (otto in totale), vengono posizionati contenitori cilindrici in vetro, ognuno contenente una quantità predefinita di bitume (35 g). Sulla base inferiore della ruota è presente un ugello che soffia aria alternativamente sui contenitori cilindrici in rotazione e, attraverso un foro, anche sul bitume al loro interno.

La prova viene eseguita a una temperatura di 163 °C per un periodo di 80 minuti, con la ruota che ruota a una velocità costante di solito pari a 33 giri/min. Grazie all'azione dell'ugello combinata all'alta temperatura, si forma un sottile film di bitume, simulando così i fenomeni di invecchiamento che si verificano nelle condizioni reali. Infine, viene misurata la perdita di peso a causa della volatilizzazione degli oli leggeri.

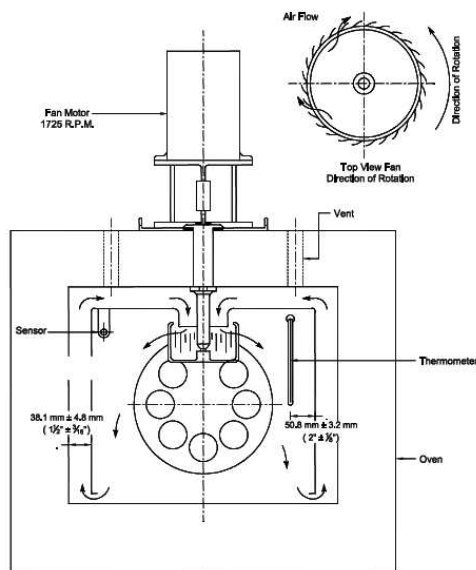


Figura 11: Rolling Thin Film Oven (da AASHTO T240-13);

Questo test può comportare una perdita o un aumento di massa. Durante il test, le componenti volatili e i prodotti di reazione (principalmente acqua) evaporano (causando una diminuzione della massa) mentre l'ossigeno reagisce con il campione (causando un aumento della massa). L'effetto combinato determina se il campione presenta un aumento di massa complessivo o una perdita di massa complessiva. I campioni con una percentuale molto bassa di componenti volatili solitamente

presenteranno un aumento di massa, mentre i campioni con un'alta percentuale di componenti volatili solitamente presenteranno una perdita di massa. I criteri per giudicare l'accettabilità della variazione nei risultati di massa ottenuti con questo metodo sono forniti da normativa (tabella 2).

Table 2—Precision Estimates

Condition	Standard Deviation (1s) ^{a,b}	Acceptable Range of Two Test Results (d2s) ^{a,b,c}
<i>Single-operator precision:</i> Mass loss (%)	1s = 0.0061 + 0.0363(X)	d2s = (0.0061 + 0.0363(X _{avg})) × (2.83)
<i>Multilaboratory precision:</i> Mass loss (%)	1s = 0.00153 + 0.1365(X)	d2s = (0.00153 + 0.1365(X _{avg})) × (2.83)

^a These values represent the 1s and d2s limits described in ASTM C670.

^b X and X_{avg} should be entered into equations as positive numbers.

^c The value X_{avg} represents the average value of two test results.

Tabella 2: Accettabilità dei risultati (da AASHTO T240-13)

L'equazione nella colonna 2 della tabella 2 indica che la deviazione standard dei risultati del test (1s) può essere espressa in funzione della variazione di massa (X) per le condizioni di test descritte nella colonna 1. Due risultati ottenuti nello stesso laboratorio, da parte dello stesso operatore che utilizza la stessa attrezzatura, nel più breve periodo di tempo pratico, non dovrebbe essere considerato sospetto a meno che la differenza tra i due risultati non superi il valore determinato moltiplicando la stima 1s determinata nella Colonna 2 per il valore medio dei due risultati con un fattore di 2,83. Nel caso sia rispettata questa verifica, l'invecchiamento a breve termine può dirsi avvenuto con successo.

1.3.3 Pressure Aging Vessel

Per emulare l'invecchiamento a lungo termine, si esegue il test PAV (Pressure Aging Vessel), conforme alla normativa UNI EN 14769. I campioni di bitume, già sottoposti al trattamento RTFOT, vengono collocati all'interno di una camera ermetica soggetta a pressione e a una specifica temperatura. Questi campioni giacciono orizzontalmente su piattini all'interno della camera. La pressione di solito viene fissata a 300 psi (circa 2070 kPa), mentre la temperatura è regolata a 90, 100 o 110 °C in base alle condizioni che si desidera replicare. La procedura ha una durata di 20 ore e mira a simulare le modifiche che il legante subisce in situ dopo circa 5-10 anni di utilizzo. Una rappresentazione schematica del dispositivo è allegata in figura 12.

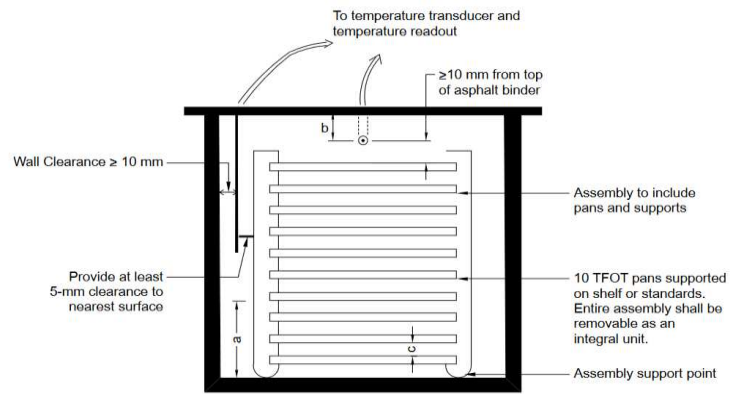
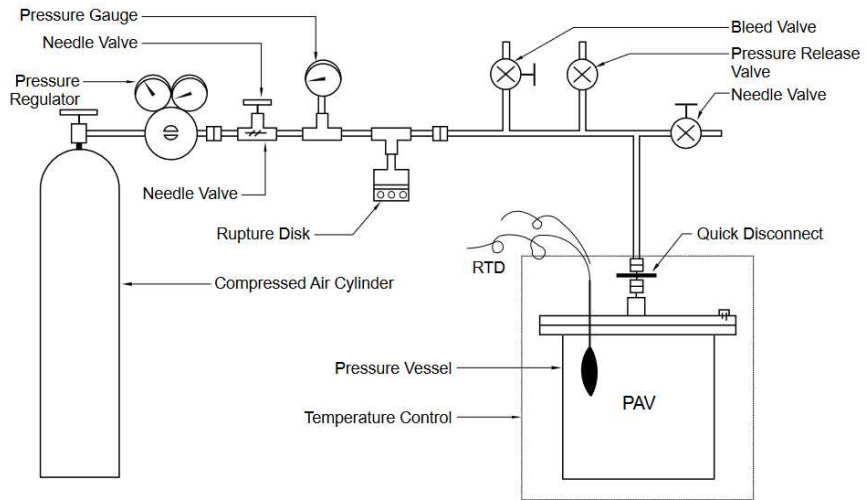


Figura 12: Forno PAV (da AASHTO R28-22)

1.4 Dynamic Shear Rheometer (DSR)

1.4.1 Principi di funzionamento

Il reometro rotazionale a taglio, noto anche come DSR (Dynamic Shear Rheometer), è un avanzato macchinario caratterizzato da un'elevata precisione. Questo strumento permette all'operatore di applicare momenti torcenti a provini cilindrici, inducendo la rotazione del sistema secondo una legge predefinita. Tra le sue molte funzioni, il DSR consente di analizzare le proprietà elastiche e viscosive dei materiali, operando su un ampio intervallo di temperature e frequenze. Le prove eseguibili su tale strumento possono essere:

- in controllo di tensione: si fissa un valore di sforzo di taglio e si ricavano le deformazioni corrispondenti;
- in controllo di deformazione: al contrario, si fissa un valore di deformazione e si ricava la sollecitazione corrispondente.

Il dispositivo è composto da un piatto inferiore e uno superiore, collegati attraverso un aggancio rotante a un braccio meccanico. L'operatore, seguendo le istruzioni, può regolare l'altezza di questo braccio meccanico per eseguire le operazioni necessarie. La struttura è circondata da una cappa di plastica, agente come camera termostatica, isolando il campione dall'ambiente circostante e garantendo la temperatura adeguata. Per condizionare la temperatura in modo più efficace, il DSR è collegato a un criostato esterno che permette il suo utilizzo a temperature notevolmente diverse da quelle ambientali. È, inoltre, interfacciato con un computer che consente di impartire comandi allo strumento e registrare i risultati ottenuti.

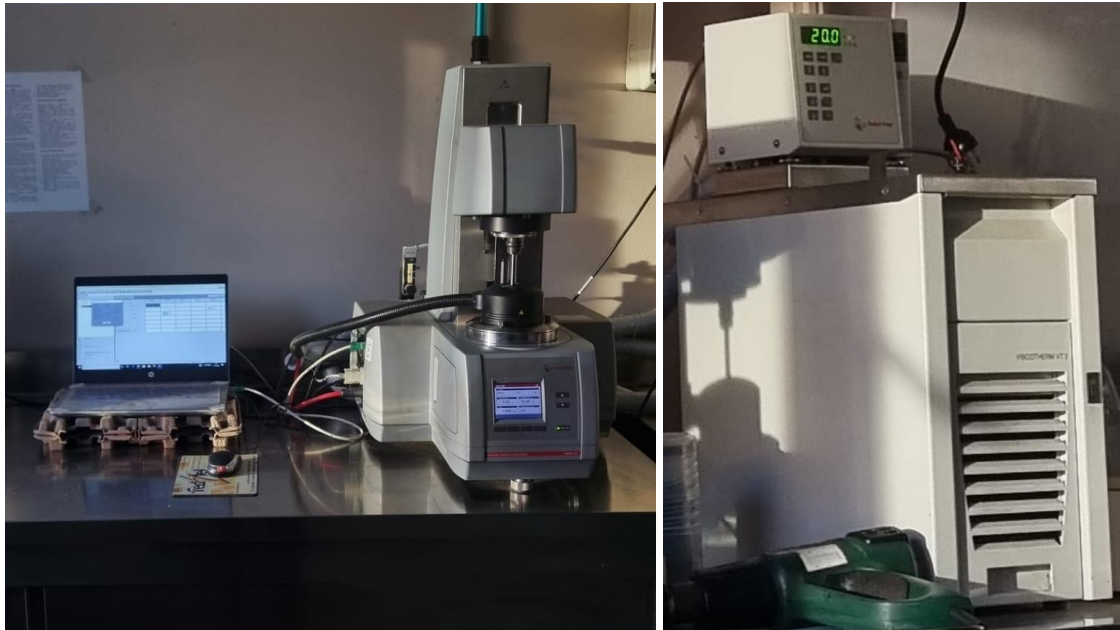


Figura 13: sx) Dynamic Shear Rheometer con sistema di acquisizione dati; dx) criostato;

Il DSR ha due schemi di funzionamento (figura 14):

- sistema piatto-piatto: presenta due piatti piani (superiore e inferiore), il campo deformativo sarà non uniforme;
- sistema piatto-cono: presenta un piatto piano inferiore e un piatto conico superiore, il campo deformativo sarà uniforme.

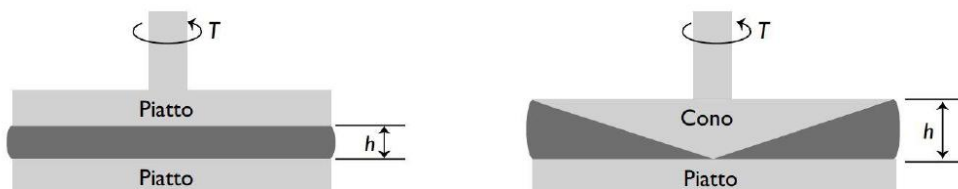


Figura 14: sistema di misura piatto-piatto e piatto-cono;

Tuttavia, la grande versatilità di questo macchinario consiste nella possibilità di scelta del diametro del piatto. Infatti, esistono quattro tipologie di piatti: diametro 4 mm, 8 mm, 25 mm e 50 mm. La decisione tra i diversi diametri è influenzata dalla loro diversa adattabilità a varie temperature: in particolare, all'aumentare della temperatura di prova, si incrementa il diametro da impiegare poiché, all'aumentare della temperatura, il bitume tende a diventare progressivamente più fluido,

riducendo la sua rigidità e le tensioni necessarie per indurre una specifica deformazione.

In funzione del modulo complesso e della temperatura, dal programma SHRP sono state fornite le specifiche riguardanti il sistema di misura da adottare:

- configurazione piatto-piatto da 8 mm con gap di 2 mm per temperature comprese fra 0°C e 40 °C con modulo complesso G^* compreso tra 0.1 MPa e 30 MPa;
- configurazione piatto-piatto da 25 mm con gap di 1 mm per temperature comprese fra 40°C e 80 °C con modulo complesso G^* compreso tra 1 kPa e 100 kPa;
- configurazione piatto-piatto da 50 mm con gap di 1 mm per temperature maggiori di 80 °C con modulo complesso G^* inferiore a 1 kPa.

In questo elaborato di tesi si sono condotte due tipologie di test al Dynamic Shear Rheometer: per la prova MSCR, condotte a temperatura variabile tra i 50° e gli 80°, si è utilizzata la configurazione da 25 mm; per quanto concerne il test MTL, che verrà spiegato in seguito, le temperature in gioco sono al di sotto dello zero, e per tal motivo si è utilizzato il piatto da 4 mm di diametro.

Il test al DSR permette, a partire dal momento torcente T applicato e dall'angolo di deflessione φ misurato, di valutare i parametri tensionali e deformativi del materiale in esame. Per la configurazione piatto-piatto si misurano come segue:

$$\tau = \frac{2T}{\pi r^3}$$

$$\gamma = \varphi \cdot \frac{r}{h}$$

Dove r e h sono rispettivamente raggio e altezza del provino.

Per la configurazione piatto-cono, i parametri si misurano in altro modo:

$$\tau = \frac{3T}{2\pi r^3}$$

$$\gamma = \varphi \cdot \frac{r}{h} = \varphi \cdot \frac{r}{r \cdot \tan(\theta)} = \frac{\varphi}{\tan(\theta)} = \frac{\varphi}{\theta}$$

Dove θ è l'angolo di inclinazione del cono.

Tramite i parametri tensionali e deformativi elencati in precedenza, il reometro consente di calcolare il modulo complesso G^* e l'angolo di fase δ . Questi due parametri sono fondamentali per la caratterizzazione del bitume nelle condizioni di prova.

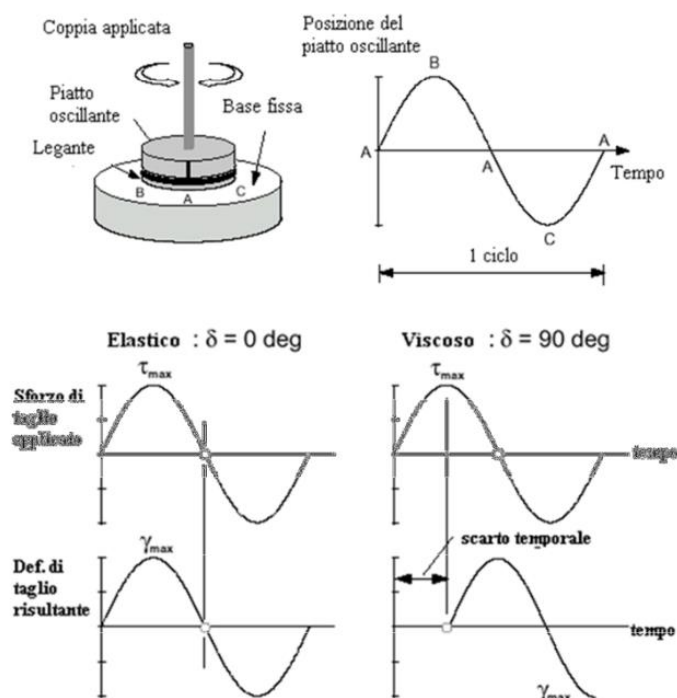


Fig. 4.10 - Ciclo di carico del DSR in oscillatorio

Figura 15: Ciclo di carico del DSR in oscillatorio (Petretto, 2012)

In figura 15 è mostrato un ciclo di carico. La prova è eseguita in regime oscillatorio, partendo da una posizione iniziale A, ruotando fino la posizione B e poi invertendo il senso di rotazione fino a C, per poi completare il ciclo tornando in posizione A. Durante questi step, vengono misurati gli sforzi di taglio e le deformazioni sul campione e, in funzione della risposta del provino, è possibile comprendere la natura del materiale:

- in caso di materiale perfettamente elastico, non vi è sfalsamento temporale tra applicazione del carico e deformazione risultante, con conseguente angolo di fase δ nullo;
- in caso di materiale viscoso, lo sfalsamento temporale sarà elevato e caratterizzato quindi da valori di δ consistenti;

Alle temperature di esercizio tipiche, i bitumi esibiscono un comportamento viscoelastico, ovvero compreso fra i due casi.

1.4.2 Determinazione della Machine Compliance

Alle basse temperature, le misurazioni del DSR devono essere corrette per l'errore di Machine Compliance, il quale diventa significativo poiché la deformazione del campione è paragonabile a quella dello strumento di misurazione. Infatti, l'angolo di deflessione registrato dal DSR φ_m è la somma dell'angolo di deflessione del campione φ_s e dell'angolo di deflessione dello strumento di misurazione φ_t , come segue:

$$\varphi_m = \varphi_s + \varphi_t$$

Questa relazione si può scrivere in funzione della rigidità torsionale, sapendo che:

$$K = \frac{M}{\varphi_m}$$

Dove:

- K è la rigidità torsionale in Nm/rad;
- M è il momento torcente applicato in Nm;
- φ_m è l'angolo di deflessione misurato.

Sostituendo dunque nella precedente espressione:

$$\varphi_m = \varphi_s + \varphi_t = \frac{M}{K_s} + \frac{M}{K_t}$$

Dove K_s e K_t sono rispettivamente la rigidità torsionale del campione e della macchina. Alle alte temperature, K_s è molto minore di K_t e ciò comporta la possibilità di trascurare il termine φ_t . Nei test alle basse temperature, invece, la rigidità torsionale del campione diventa ragionevolmente comparabile con la rigidità della macchina e, per tali ragioni, il termine φ_t non può più essere trascurato. K. Schröter et al. Hanno introdotto un metodo di correzione per le misure in campo oscillatorio basato sulla norma del modulo complesso:

$$|G^*|_s(\omega) = \frac{|G^*|_m(\omega)}{1 - \frac{J_t}{k_g} |G^*|_m(\omega)}$$

Dove

- $|G^*|_m(\omega)$ è la norma del modulo complesso misurato;
- $Jt = \frac{1}{Kt}$ è la machine compliance;
- k_g è un fattore di conversione geometrico, per piatti piani pari a:

$$k_g = \frac{2h}{\pi R^4}$$

Al fine di correggere le misurazioni del reometro alle basse temperature, la machine compliance Jt necessita di essere quantificata. Nello studio di Baglieri et al., è stata adottata una procedura di “incollaggio” dei piatti piani con diametro 4 mm: in tal modo, la deformazione del campione tende a zero ed è quindi fattibile misurare la sola deformazione del sistema di misurazione. Nello specifico, sono stati condotti due diversi test, uno in regime oscillatorio e uno in regime monotono, e due diversi valori di Jt sono stati restituiti. In regime oscillatorio, il DSR può correggere automaticamente le misurazioni. In caso di test monotono, come ad esempio il test MTL, le misurazioni sono effettuate manualmente in fase di post-processing, attraverso la formula:

$$\varphi_s = \varphi_m - J_t M$$

Col valore di Jt fissato a 0,03 rad/N/m.

1.5 Monotonic Torsional Loading Test

1.5.1 Comportamento dei bitumi alle basse temperature

È ormai chiaro che la temperatura sia un fattore fondamentale nella risposta del bitume. Sottoposto a basse temperature, infatti, il legante bituminoso aumenta la sua rigidità e perde la capacità di dissipare energia, comportandosi come un solido elastico. In figura 16 è mostrato il comportamento di un provino in bitume sottoposto ad una generica prova in controllo di deformazione a gradiente costante, in condizioni di basse temperature.

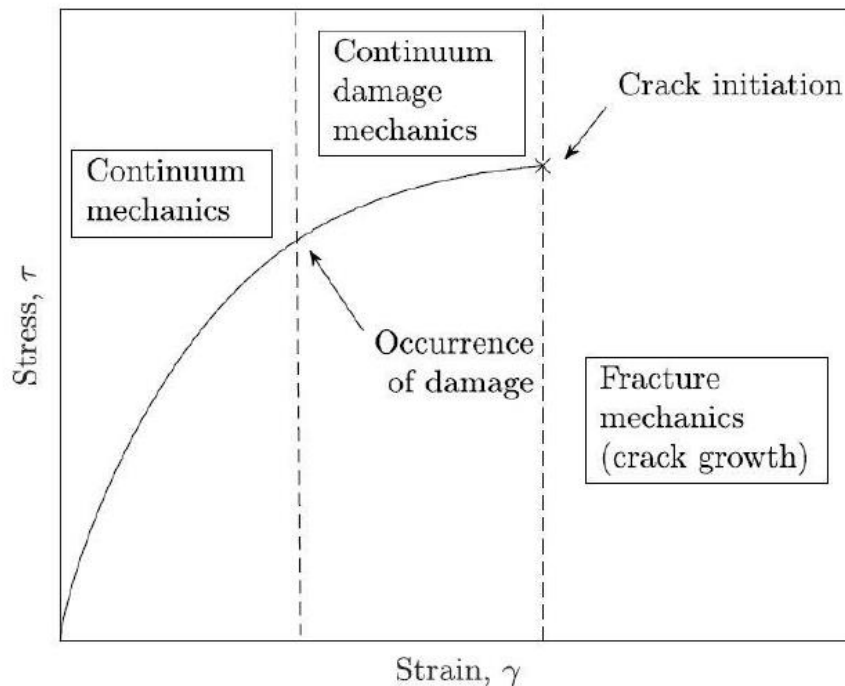


Figura 16: curva sforzo - deformazione standard (Tozzi, 2022)

Il comportamento generale è viscoelastico, tuttavia è possibile individuare due zone: in primo luogo, il provino reagisce in modo viscoelastico-lineare (LVE); poi, a causa di vari effetti tra cui il sopraggiungere di micro-difetti nel campione, il comportamento devia dalla linearità, presentandosi viscoelastico non lineare (NLVE).

È possibile, inoltre, classificare se il comportamento del provino in esame risulta essere maggiormente duttile o fragile a seconda della temperatura, dello strain rate e della capacità di assorbire energia prima della rottura.

La duttilità di un materiale è direttamente proporzionale alla quantità di energia che il materiale riesce ad assorbire prima del collasso. Al contrario, la fragilità è identificata quando il provino mostra una limitata capacità di assorbire energia. Di conseguenza, provini che presentano ampie deformazioni al momento della rottura

mostrano un comportamento duttile poiché maggiormente capaci di assorbire energia. Questo concetto è visualizzabile in figura 17, in cui vengono confrontati tre diversi comportamenti.

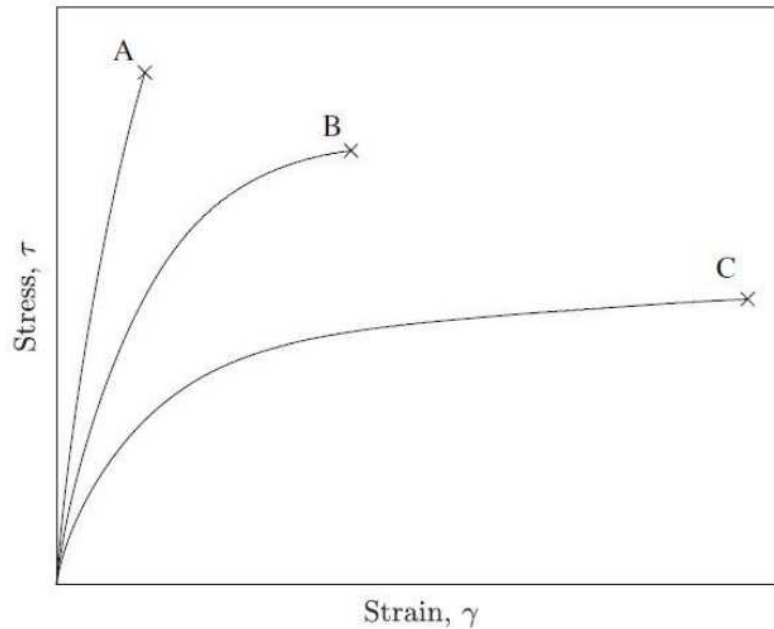


Figura 17: curve sforzo deformazione di tre provini con comportamenti diversi (Tozzi, 2022);

- La curva A mostra un comportamento fragile: è caratterizzato da un picco di sollecitazione elevato ma da bassi livelli di deformazione, e ciò comporta una rottura istantanea con scarsa capacità di assorbire energia. Questa condizione è tipica alle basse temperature o per gradienti di deformazione elevati;
- La curva C mostra bassi livelli di sollecitazione ma esibisce deformazioni elevate a rottura, sintomo di un comportamento duttile. Questa condizione è visualizzabile per temperature elevate o per bassi gradienti di deformazione;
- La curva B esibisce invece un comportamento di transizione duttile-fragile, ovvero intermedio tra le condizioni estreme precedentemente elencate.

Dalla procedura sperimentale emerge anche come la morfologia della frattura sia influenzata dalla tipologia di carico applicato e dalla fragilità del provino. Ad esempio, se si considera un provino cilindrico sottoposto a una prova di torsione, le componenti principali di trazione e compressione si inclineranno di 45° rispetto all'asse del provino, in una direzione o nell'altra a seconda della torsione applicata.

A seconda del comportamento del materiale, possono sopraggiungere due tipi di rottura: nella rottura duttile del provino, si osserva una frattura piatta ortogonale all'asse, generalmente in corrispondenza della sua mezzeria. Questo è dovuto alla capacità che ha il materiale duttile di “fluire”. Invece, nella rottura fragile si manifesta con la formazione di un piano di rottura perpendicolare alla direzione di trazione e quindi inclinato di 45° C rispetto all'asse del provino.

La seguente rappresentazione (figura 18) offre una sintesi delle descrizioni precedenti.

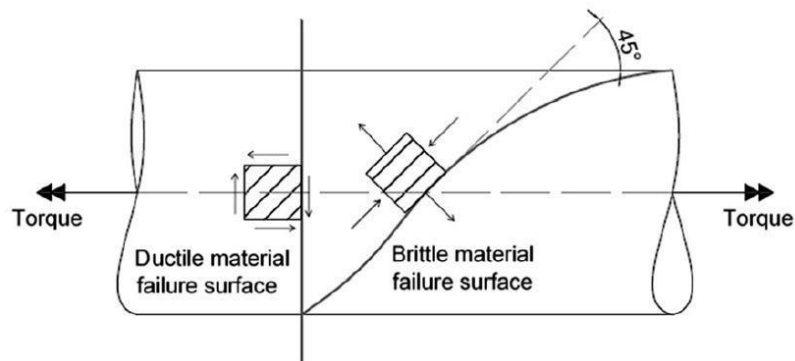


Figura 18: Schematizzazione tipologia di rottura per un provino di bitume cilindrico (Baglieri et al., 2022);

In conclusione, il comportamento dei bitumi alle basse temperature è influenzato da molteplici fattori:

- Geometria del provino: maggiore è la sezione del provino, più facilmente è possibile riscontrare dei difetti interni (ad esempio bolle d'aria) che compromettono l'andamento del test e aumentano la fragilità del materiale in esame;
- Temperatura: le basse temperature irrigidiscono il bitume e, inevitabilmente, conferiscono fragilità. Viceversa, alle alte temperature il bitume si comporta in modo duttile;
- Tempo di carico: all'aumentare di questo parametro diminuisce la duttilità del materiale.

Naturalmente, il comportamento alle basse temperature resta un problema reologicamente complesso. Al fine di indagare ulteriormente su queste dipendenze, il Politecnico di Torino recentemente ha proposto una nuova e interessante metodologia denominata Monotonic Torsional Loading (MTL). Questa tipologia di test prevede l'utilizzo di un reometro dinamico a taglio (DSR) con un sistema di misura a piatti piani paralleli di diametro 4 mm. Lo scopo ultimo di tale metodo è caratterizzare il bitume, conducendo test a diverse temperature per analizzare le differenze e le variazioni nel comportamento del materiale.

1.5.2 MTL test

Il Monotonic Torsional Loading (MTL) test è un metodo recentemente sviluppato dal Politecnico di Torino con l'obiettivo di esaminare e comprendere la risposta alla rottura dei leganti bituminosi a basse temperature. Il campione oggetto di studio è sottoposto a una serie di test con carico torsionale eseguiti a diverse temperature, con un costante gradiente di deformazione fino al punto di rottura. Lo strumento che viene utilizzato per valutare quanto sopra riportato nella procedura MTL è il DSR (Dynamic Shear Rheometer) con sistema piatto-piatto da 4mm.

I risultati ottenuti dal test vengono analizzati attraverso un modello che si basa sul principio di corrispondenza elastico-viscoelastico. Questo processo culmina nell'assegnazione di un indice di fragilità (I_B), che è specchio di quanto il materiale a quella temperatura sia vicino al comportamento perfettamente fragile, corrispondente ad un indice di fragilità unitario.

A valle dei test e in funzione dell'andamento dell'indice di fragilità è possibile individuare una temperatura critica T_{cr} corrispondente ad un valore di I_B pari a 0,95. Questo valore è stato scelto poiché, in corrispondenza di esso, il bitume si comporta in modo differente, esibendo deformazioni a rottura sempre più critiche e avvicinandosi ad un comportamento del tutto fragile. Inoltre, impostando la soglia a 0,95, si tiene anche in conto la grande influenza che hanno eventuali difetti geometrici del provino a quelle temperature.

1.5.3 Procedura di prova

La procedura MTL si compone di tre parti: condizionamento termico del provino, fingerprint test e la prova a rottura.

- **Condizionamento termico:** Nella prima fase si applica un gradiente termico al provino fino al raggiungimento della temperatura di prova. Per evitare la nascita di sollecitazioni all'interno del provino, il gradiente di temperatura è applicato gradualmente. Inizialmente, la temperatura passa da 20 °C a 4 °C con un gradiente di 2 gradi/minuto; successivamente, si raggiunge la T_{target} di prova con un gradiente di 1 grado/minuto; infine, una volta raggiunta la temperatura di prova, il campione viene condizionato per 10 minuti. Durante questi passaggi, il provino è libero di deformarsi volumetricamente: il piatto superiore segue la contrazione del provino, evitando di generare sforzo normale su di esso;

- Fingerprint test: la seconda fase consiste in una prova di frequency sweep condotta alla sola temperatura di prova su un range di frequenze compreso fra 1 e 100 rad/s. Così facendo, è possibile caratterizzare reologicamente ciascun provino evidenziando la variabilità di risultati ottenuta tra i differenti campioni in termini di modulo complesso G e angolo di fase δ ;
- L'ultima parte della procedura consiste nell'applicazione di un carico torsionale monotono (MTL) fino a rottura. In output, si ottengono dei diagrammi sforzo-deformazione con andamento curvilineo.

1.5.4 Pseudo-deformazioni

Data la natura viscoelastica del materiale, la deviazione dalla linearità è dipendente da tre fattori: tempo, sforzo e danno. Al fine di determinare il reale comportamento del legante bituminoso a rottura si è reso necessario rimuovere gli effetti del tempo dai risultati. Utilizzando il principio di corrispondenza elastico-viscoelastico, le deformazioni vengono trasformate in pseudo-deformazioni γ^R , che si definiscono come:

$$\gamma^R(t) = \frac{\tau(t)}{G^R}$$

Dove:

- $\tau(t)$ = sforzo di taglio viscoelastico lineare;
- G^R = modulo tangenziale di riferimento, tipicamente assunto unitario.

Lo sforzo di taglio può essere determinato tramite l'integrale di convoluzione seguente:

$$\tau(t) = \int_0^{t_R} G(t_R - \xi) \frac{dy}{dx} d\xi$$

Dove G è la funzione di rilassamento, t_R il tempo ridotto e ξ la variabile di integrazione temporale.

Ipotizzando G_R unitario ed eguagliando le due equazioni, si ottengono le pseudo strains mediante la formulazione:

$$\gamma^R(t) = \int_0^{t_R} G(t_R - \xi) \frac{dy}{dx} d\xi$$

La soluzione della precedente equazione richiede necessariamente la determinazione analitica delle funzioni di rilassamento del materiale in esame. Per

i leganti bituminosi, si ricorre al modello di Maxwell generalizzato, espresso sotto forma di serie di Prony:

$$G(t) = G_{\infty} + \sum_{m=1}^M G_m \cdot e^{-t/\rho_m}$$

Dove:

- G_{∞} = modulo di rilassamento a lungo termine, che per i bitumi è nullo;
- G_m e ρ_m = coefficienti di Prony;
- M = numero di elementi della serie di Prony.

Sostituendo il valore del modulo di rilassamento nell'equazione delle pseudostrain si ottiene:

$$\gamma^R(t) = \int_0^{t_R} \left(\sum_{m=1}^M G_m \cdot e^{-t/\rho_m} \right) \frac{dy}{dx} d\xi$$

Ne consegue, dunque, che le equazioni costitutive di un materiale viscoelastico sono equivalenti alle equazioni costitutive di un materiale elastico espresse in un diagramma $\tau - \gamma^R$ (sforzi – pseudo-deformazioni). Ci si riconduce, quindi, alla legge di Hooke adattata come segue:

$$\tau(t) = C \cdot \gamma^R(t)$$

Dove C è la pseudo-rigidezza.

Dalla precedente equazione si può dedurre che le curve $\tau - \gamma^R$ ottenute come output nella prova MTL sono rette nel grafico sforzo-pseudo-deformazione, se il materiale è caratterizzato da un comportamento elastico-lineare. Un'eventuale deviazione dalla linearità indica il verificarsi di effetti non lineari dovuti al materiale o al danneggiamento. Per tener conto della differenza tra il comportamento viscoelastico lineare proveniente dal modello di Christensen-Anderson e il comportamento viscoelastico lineare ottenuto dal fingerprint test, la pseudo-rigidezza C viene corretta per ciascun provino analizzato con dei fattori di correzione variabili tra 0.9 e 1.1.

Le due componenti del modulo complesso G^* , ovvero G' (storage modulus) e G'' (loss modulus), sono anch'esse esprimibili sotto forma di serie di Prony.

$$G'(\omega_R) = \sum_{m=1}^M \frac{G_m \omega_R^2 \rho_m}{\omega_R^2 \rho_m^2 + 1}$$

$$G''(\omega_R) = \sum_{m=1}^M \frac{G_m \omega_R \rho_m}{\omega_R^2 \rho_m^2 + 1}$$

I coefficienti ρ_m e G_m vengono determinati ricorrendo al “collocation method”: i valori di ρ_m sono scelti in modo da avere due valori per decade mentre i valori di frequenza angolare sono stati posti uguali a ω_i ; i valori di G_m vengono determinati dal prodotto dell'inverso della matrice di rilassamento $[B_m]$ e il vettore traslato dello storage modulus $\{G'\}$:

$$G_m = [B_m]^{-1} x \{G'\}$$

Dove i termini della matrice B_m sono determinati come segue:

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

Una volta determinati i termini di Prony, l'integrale di convoluzione dello pseudostrain è stato risolto tramite una tecnica numerica basata sul metodo degli State Variable. Esso consente di determinare le deformazioni viscoelastiche ad un certo $t+\Delta t$ conoscendo tensioni e deformazioni viscoelastiche al tempo t . La formula utilizzata è la seguente:

$$\psi_m^{n+1} = e^{-\frac{\Delta t_R}{\rho_m}} \cdot \psi_m^n + G_m \cdot \rho_m \left(\frac{\gamma^{n+1} - \gamma^n}{\Delta t_R} \right) \cdot \left(1 - e^{-\frac{\Delta t_R}{\rho_m}} \right)$$

dove:

- Ψ_{mn+1} = valore della variabile di stato associata dell'm-esimo coefficiente di Prony al passo $n+1$;
- Ψ_{mn} = valore della variabile di stato associata dell'm-esimo coefficiente di Prony al passo n ;
- t_R = tempo ridotto;
- γ_{n+1} = valore della deformazione al passo $n+1$;
- γ_n = valore della deformazione al passo n ;

La pseudo-deformazione è determinata, quindi, sommando tutte le m variabili di stato attraverso la sommatoria:

$$\gamma^{R_{n+1}} = \sum_{m=1}^N \psi_m^{n+1}$$

Viene riportato (figura 19), come esempio, un output generico di un test MTL condotto in questo lavoro di tesi, nello specifico un provino di un bitume tal quale

50/70 (denominato A) testato alla temperatura di -12°C con un gradiente di deformazione pari a 0.001s^{-1} .

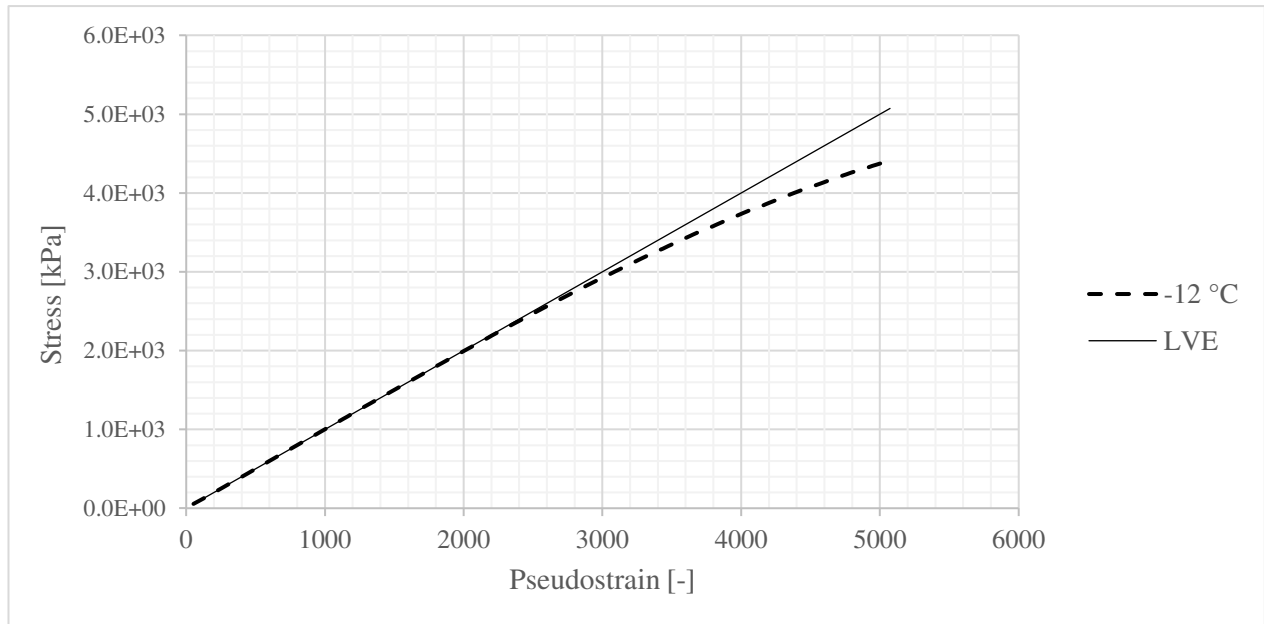


Figura 19: Curva stress-pseudostrain bitume tal quale 50/70, temperatura test -12°C ;

Nel grafico sono rappresentati due andamenti: la retta continua rappresenta il comportamento ipotetico del materiale se seguisse costantemente la linearità viscoelastica. La curva tratteggiata, invece, illustra l'effettivo andamento del materiale in termini di sforzi-pseudo-deformazioni. È evidente che la curva tratteggiata sia inizialmente sovrapposta alla retta LVE, per poi discostare dalla linearità per determinati livelli di deformazione a causa di vari fattori elencati in precedenza. Pertanto, tale grafico è di notevole importanza poiché è in grado di fornire informazioni significative riguardo alla possibile comparsa di fenomeni non lineari. Dato che nei test effettuati si è posto uno shear rate costante e pari a 0.001s^{-1} , è stato possibile osservare come muta il comportamento del materiale in funzione della sola temperatura. Come ci si aspettava, più la temperatura diminuisce, più i due grafici sono sovrapposti, lasciando intendere un comportamento fragile. Viceversa, all'aumentare della temperatura, la curva tratteggiata diverge maggiormente dalla retta LVE.

Un parametro di notevole importanza nella caratterizzazione alle basse temperature dei leganti bituminosi è la densità di energia, ovvero la capacità del materiale di assorbire energia prima del collasso. Questo valore viene calcolato in termini di pseudo-deformazione (o energia per unità di volume) che essi riescono ad assorbire. Come mostrato in precedenza, dal diagramma sforzo-pseudo-deformazione di una prova MTL si possono ricavare due valori di densità di energia:

- w^R = densità di energia di pseudo-deformazione effettiva data dall'area sottesa dalla curva di sforzo-pseudo-deformazione fino a rottura, secondo l'integrale:

$$w^R = \int \tau(t) dy^R$$

- w^{LVE} = densità di energia di pseudo-deformazione potenziale data dall'area sottesa dalla retta di viscoelasticità lineare nel medesimo diagramma di sforzo-pseudo-deformazione, secondo la relazione:

$$w_R^{LVE} = \int \tau_{LVE}(t) dy^R$$

Quest'ultimo parametro è riferito a materiali con risposta lineare, ovvero che non esibiscono non-linearità nel processo di carico. In questo caso, le due curve precedentemente introdotte si sovrapporranno completamente: è il caso di rottura perfettamente fragile del materiale.

Rappresentando graficamente questi parametri, in figura 20 viene mostrata la differenza tra la curva nera corrispondente al comportamento viscoelastico lineare e la curva rossa corrispondente al comportamento che invece devia dalla linearità. Essendo le densità di energia delle funzioni integrali, esse non sono altro che le aree sottese dalle due curve.

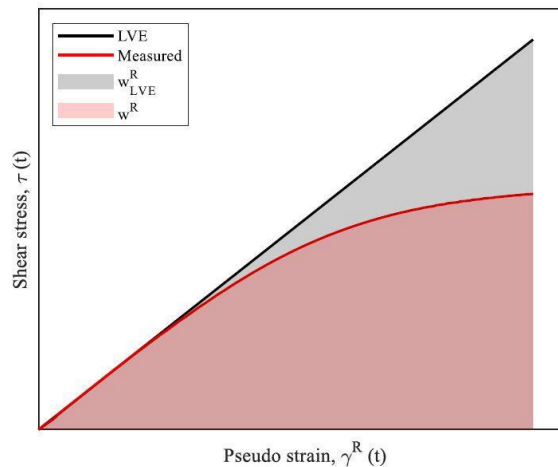


Figura 20: Curve di sforzo-pseudo-deformazione e relative densità di energia di pseudo-deformazione, Tozzi et al. 2022

Infine, è necessario introdurre un fattore di correzione f per tenere in conto la variabilità tra i provini:

$$f = \frac{1}{K} \sum_{j=1}^K \frac{|G_{mod}^*(\omega_j)|}{|G^*(\omega_j)|}$$

Dove:

- $|G^*_{\text{mod}}(\omega_j)|$ = norma del modulo complesso alla frequenza ω_j derivata;
- $|G^*(\omega_j)|$ = norma del modulo complesso alla frequenza ω_j misurata;
- K = numero totale di frequenze prese in considerazione sperimentalmente.

Lo scopo ultimo del test MTL è quello di valutare la fragilità del provino in esame a una data temperatura. Viene introdotto, dunque, un indice di fragilità I_B . Suddetto parametro quantifica la fragilità del provino testato ed è calcolato come il rapporto tra la densità di energia di pseudo-deformazione effettiva e quella potenziale:

$$I_B = \frac{w^R}{w^{LVE}}$$

Questo indice dipende fortemente dalla temperatura di prova e dal gradiente di deformazione. In particolare, al diminuire della temperatura di prova o all'aumentare del gradiente di deformazione si ricaveranno valori di I_B più critici. Il massimo valore che l'indice può assumere è il valore unitario, che corrisponde a un comportamento perfettamente fragile.

Successivamente, viene identificata la temperatura critica T_R dei bitumi in esame. Allineandosi con i precedenti lavori, si sceglie la temperatura critica corrispondente ad un I_B pari a 0.95.

1.5.5 Metodo degli interquartili

A valle della sperimentazione, per la validazione dei risultati ottenuti è stata eseguita un'analisi statistica allo scopo di eliminare eventuali valori anormali (outliers) e condurre un'analisi dei dati basata solo su valori statisticamente simili. Per effettuare ciò, si è operato il “metodo degli interquartili”, prendendo in considerazione i seguenti parametri:

- Failure strain: deformazione del provino γ_F corrispondente alla rottura;
- Failure stress: sollecitazione τ_F di taglio a rottura;
- $|G^*|$: norma del modulo complesso alla frequenza angolare ω di 10 rad/s;
- δ : angolo di fase corrispondente alla frequenza angolare di 10 rad/s.

Il metodo degli interquartili consente, per distribuzioni non simmetriche, di individuare la distanza tra il 25° percentile e il 75° percentile, chiamati rispettivamente Q_1 e Q_3 . Le misurazioni che ricadono all'esterno del range sono definite outliers e quindi scartate dall'analisi. La formulazione è la seguente:

$$Q_1 - 1.5 IQR < x_i < Q_3 + 1.5 IQR$$

$$IQR = Q_3 - Q_1$$

Per ogni temperatura indagata sono state effettuate un minimo di 5 ripetizioni: per ogni parametro di riferimento verrà calcolato l'indice di interquartile (IQR) e, nel caso in cui anche solo un parametro sia al di fuori del range considerato, allora l'intero dato verrà escluso dall'analisi. Di conseguenza, a valle dell'analisi, per ogni temperatura l'indice I_B viene valutato come il valore medio degli indici di tutte le ripetizioni esclusi i dati esterni al range.

Grazie a questo metodo statistico, è stato dunque possibile ottenere un dataset coerente, escludendo prove condizionate da eventuali errori nella preparazione del provino o micro-difetti interni al campione.

CAPITOLO SECONDO: SPERIMENTAZIONE REOLOGICA

2.1 Introduzione

L'inquadramento teorico introdotto in precedenza trova la sua applicazione nei test eseguiti nel Laboratorio di materiali stradali presso il Dipartimento di Ingegneria dell'Ambiente, del Territorio e delle Infrastrutture (DIATI) del Politecnico di Torino, facendo riferimento alle normative americane ed europee per le diverse prove. Si tratta, dunque, di sperimentazioni scientifiche oggettive e ripetibili.

2.1.1 Materiali impiegati

Nel presente lavoro, sono stati caratterizzati e confrontati due diversi bitumi:

- Bitume A: bitume tal quale senza modifiche;
- Bitume B: bitume modificato con polimero SBS (Stirene-Butadiene-Stirene);

Al fine di caratterizzare i bitumi e determinare il Performance Grade (PG) di questi ultimi, per simulare al meglio le condizioni di esercizio di una pavimentazione stradale, i provini utilizzati non possono essere "vergini". Parte di questi bitumi, infatti, è stata sottoposta a un processo di invecchiamento, dapprima a breve termine tramite Rolling Thin Film Oven Test (RTFOT), successivamente a lungo termine mediante Pressure Aging Vessel (PAV).

2.1.2 Indice dei test eseguiti

Inizialmente, per la caratterizzazione empirica dei bitumi, sono state eseguite:

- Prova di penetrazione a 25°C;
- Prova di rammollimento (prova palla-anello).

Come anticipato nel paragrafo precedente, per l'invecchiamento del bitume, a breve termine prima e a lungo termine successivamente, si è fatto ricorso alla tradizionale strumentazione quali:

- Rolling Thin Film Oven Test (RTFOT);
- Pressure Aging Vessel (PAV).

Successivamente, per la determinazione del Performance Grade alle alte e alle basse temperature, sono state effettuate:

- Prove al Bending Beam Rheometer (BBR), per il low PG;
- Prove al Dynamic Shear Rheometer (DSR), in particolare il test “Multiple Stress Creep Recovery” (MSCR), per il PG alle alte temperature.

Infine, per la classificazione del binder alle basse temperature, come alternativa ai metodi tradizionali, sono state eseguite:

- Prove con “Monotonic Torsional Loading” (MTL) al Dynamic Shear Rheometer.

2.2 Classificazione empirica

2.2.1 Prova di penetrazione

Il campione di bitume da testare si è ottenuto versando semplicemente in un contenitore in metallo il bitume sufficientemente fluido. Successivamente, viene messo a condizionare per 90 minuti a 25°C insieme agli aghi e al bagno di acqua distillata in cui verrà messo a bagnomaria, dopo essersi accertati che l’attrezzatura utilizzata pesi in totale 100 grammi (figura 21).



Figura 21: Peso dell'attrezzatura

Il bagno di acqua distillata serve, durante lo svolgimento della prova, a mantenere la Temperatura costantemente a 25°C. In figura 22 è possibile visualizzare penetrometro e campione immediatamente prima del test.



Figura 22: penetrometro utilizzato.

Il test viene eseguito tre volte sullo stesso campione, facendo attenzione nel distanziare accuratamente i punti di misura.

Le misurazioni sul bitume A tal quale hanno prodotto i seguenti risultati, misurati in decimi di millimetro:

MISURAZIONI	
A	71 dmm
B	69 dmm
C	70 dmm

$$P_{25^{\circ} C} = 70,00 \text{ dmm}$$

Tabella 3: misurazioni bitume tal quale;

Per quanto concerne il bitume B modificato, invece, le misurazioni sono le seguenti:

MISURAZIONI	
A	56 dmm
B	55 dmm
C	55 dmm

$$P_{25^{\circ}C} = 55,33 \text{ dmm}$$

Tabella 4: misurazioni bitume modificato;

2.2.2 Prova di rammollimento

Per eseguire il test si è utilizzata un'attrezzatura automatica, in grado di leggere, tramite un sensore laser, l'abbassamento del bitume e di riportare la corrispondente temperatura di rammollimento. La temperatura viene monitorata per tutta la durata del test, verificando che il gradiente termico sia pari a 5°C/min.

Per quanto concerne la preparazione dei campioni, vengono preparati dei dischetti di ottone nei quali viene versato il bitume sufficientemente liquido (figura 23).



Figura 23: preparazione dei campioni da utilizzare nel Ring and Ball test

Dopo 30 minuti, si esegue la fase di rimozione del bitume in eccesso (in inglese, “trimming”) mediante una spatola riscaldata. Successivamente si esegue il test. Essendo due le misurazioni ottenute per ogni test, la norma specifica che se la differenza tra le due temperature supera 1 °C per punti di rammollimento inferiori a 80 °C o supera 2 °C per punti di rammollimento superiori a 80 °C, il test è considerato invalido.

Nel caso in questione, per il bitume A si è eseguita la prova in acqua distillata (figura 24-25), quindi la temperatura iniziale della prova è $5 \pm 1^\circ\text{C}$.

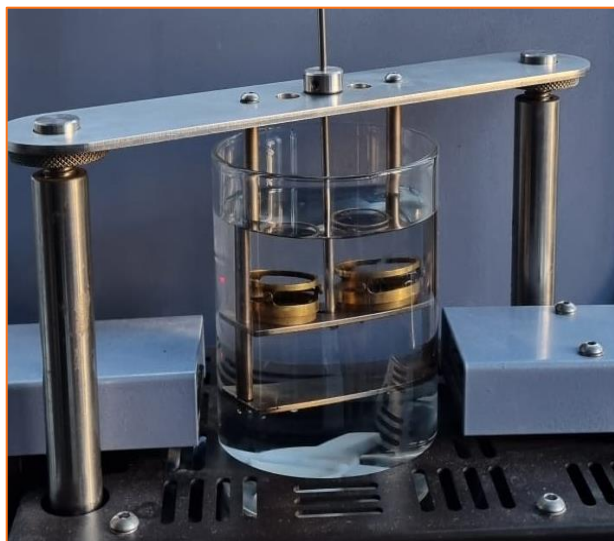


Figura 24: Test bitume A immerso in acqua;



Figura 25: Test concluso;

Il test ha prodotto i seguenti risultati:

MISURAZIONI	
A	48.0 °C
B	48.2 °C

Tabella 5: misurazioni bitume A

$$Tr = 48,1 \text{ } ^\circ\text{C}$$

Essendo che le due temperature non differiscono per più di un grado, il test è considerato valido.

Il bitume B, invece, è stato testato nella glicerina. In questo caso, la temperatura iniziale del bagno è $30 \pm 1^\circ\text{C}$ (figura 26).

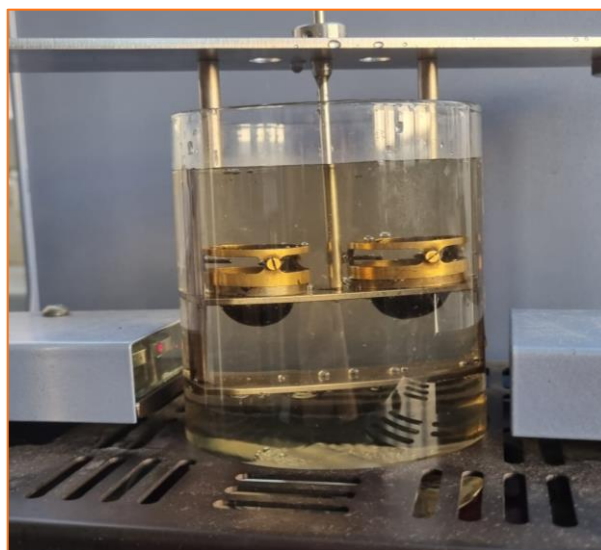


Figura 26: Bitume B immerso nel bagno di glicerina

Le misurazioni ottenute sono le seguenti:

MISURAZIONI	
A	79.9°C
B	80.7 °C

$$Tr = 80,3 \text{ } ^\circ\text{C}$$

Tabella 6: Temperature di rammollimento bitume B

Anche in questo caso, il test si può considerare valido.

2.2.3 Determinazione classe dei bitumi

A questo punto, sulla base dei risultati precedentemente raggiunti, si può eseguire la classificazione empirica dei due bitumi oggetto di studio. Per quanto concerne il bitume A (tal quale), si fa riferimento alla normativa UNI EN 12591: essa fornisce una tabella (tab. 7) che, in funzione dei valori di penetrazione e temperatura di rammollimento, restituisce la classe del bitume.

Property	Test method	Unit	20/30	30/45	35/50	40/60	50/70
Penetration at 25 °C	EN 1426	0,1 mm	20 – 30	30 – 45	35 – 50	40 – 60	50 – 70
Softening point	EN 1427	°C	55 – 63	52 – 60	50 – 58	48 – 56	46 – 54

Tabella 7: Tabella per la classificazione empirica dei bitumi tal quali

In questo caso, essendo la penetrazione pari a 70 dmm e la T di rammollimento pari a 48,1°C, il bitume A risulta essere un bitume 50/70.

Per il bitume B, invece, essendo modificato con polimero, ci si riferisce ad un'altra norma (UNI EN 14023). Con lo stesso principio, si riporta la tabella fornita in normativa.

PROPERTY	TEST METHOD	UNIT	Classes for all polymer modified bitumens							
			2	3	4	5	6	7	8	9
Penetration at 25 °C	EN 1426	0,1 mm	10-40	25-55	45-80	40-100	65-105	75-130	90-150	120-200
Softening Point	EN 1427	°C	≥ 80	≥ 75	≥ 70	≥ 65	≥ 60	≥ 55	≥ 50	≥ 45

Tabella 8: Tabella per la classificazione empirica dei bitumi modificati con polimero

In questo frangente, essendo la penetrazione pari a 55,33 dmm e la T di rammollimento pari a 80,3°C, il bitume B risulta essere un PMB classe 4.

2.3 Prove di invecchiamento

Per eseguire i test successivi e per considerare le condizioni di esercizio più sfavorevoli, i bitumi oggetto di studio sono stati invecchiati a breve termine, mediante Rolling Thin Film Oven Test, e a lungo termine, mediante Pressure Aging Vessel.

2.3.1 Rolling Thin Film Oven Test

Inizialmente, i bitumi sono stati invecchiati a breve termine mediante Rolling Thin Film Oven Test.



Figura 27: forno per RTFOT utilizzato

Otto bicchieri cilindrici sono stati riempiti di una quantità pari a circa 35 grammi di bitume liquido ognuno. Appena versato il bitume, il bicchiere viene ruotato gradualmente per consentire al legante bituminoso di ricoprire l'intera superficie interna e formare quindi una sottile patina di bitume spessa pochi millimetri. Una volta riempiti tutti i bicchieri, essi vengono fatti condizionare a temperatura ambiente per un'ora. Alla fine del periodo di condizionamento, i bicchieri ripieni di bitume vengono riposti nelle apposite aree all'interno del forno (già preriscaldato alla temperatura del test due ore prima). La prova viene eseguita a una temperatura di 163 °C per un periodo di 80 minuti. Al termine della prova, il bitume invecchiato è stato immediatamente versato nei dischetti del PAV, tranne due provini scelti a campione che sono utilizzati nella verifica del "change in mass".

Per valutare la buona riuscita della prova di invecchiamento a breve termine, infatti, la norma richiede una verifica sui pesi di due provini, spiegata nel precedente capitolo. Fondamentalmente, si valutano le variazioni di massa dei due provini (X1 e X2) andando a confrontare i due pesi netti “a temperatura ambiente” prima e dopo il test. Successivamente, si calcola la media dei due X_{avg} . Sulla base di questo valore si ottiene il parametro d2s:

$$d2s = (0.0061 + 0.0363(X_{avg})) \times (2.83)$$

La verifica consiste nella seguente disequazione.

$$|X_1 - X_2| \leq d2s$$

Se essa è soddisfatta, si può assumere che l’invecchiamento sia andato a buon fine.

Di seguito (tabella 9-10) si riportano le verifiche riguardanti le variazioni in massa (in inglese “change in mass”) dei due test RTFOT eseguiti sui due bitumi.

Nome	PRE - TEST					POST TEST	
	Tara Fredda [g]	Tara Calda [g]	Bitume Netto [g]	Lordo Caldo [g]	Lordo Freddo [g]	Lordo Freddo [g]	bitume post [g]
5	172.845	172.69	37.337	210.027	210.172	-	-
3	166.088	165.937	35.206	201.143	201.276	-	-
A	163.437	163.286	35.28	198.566	198.673	-	-
C	164.914	164.786	35.299	200.085	200.214	-	-
F	163.175	163.044	41.564	204.608	204.609	-	-
8	163.780	163.665	35.169	198.834	198.953	198.991	35.211
E	163.290	162.157	35.073	197.230	197.354	197.399	34.109
NO NAME	163.066	162.926	36.056	198.982	199.116	-	-

Variazione di massa 8 X1 [%]	Variazione di massa E X2 [%]	Average value Xavg [%]	d2s	X1 - X2	VERIFICA
0.108	0.132	0.120	0.030	0.024	OK

Tabella 9: Verifica del “change in mass” bitume tal quale

Nome	PRE - TEST			POST TEST	
	Tara Fredda [g]	Bitume Netto [g]	Lordo Freddo [g]	Lordo Freddo [g]	bitume post [g]
5	172.806	35.964	208.749	-	-
3	166.060	35.4	201.461		
A	163.402	35.948	199.371	-	-
C	164.889	36.895	201.764	-	-
F	163.140	35.228	198.36	-	-
8	163.745	35.278	199.015	198.98	35.235
E	162.261	35.424	197.68	197.641	35.380
NO NAME	163.035	35.275	198.305	-	-

Variazione di massa 8 X1 [%]	Variazione di massa 3 X2 [%]	Average value Xavg [%]	d2s	X1 - X2	VERIFICA
-0.099	-0.110	-0.105	0.028	0.011	OK

Tabella 10: Verifica del "change in mass" bitume modificato;

Le verifiche sono risultate idonee per entrambi i bitumi.

2.3.2 Pressure Aging Vessel (PAV)

Successivamente, la maggior parte del bitume invecchiato tramite RTFOT è stato immediatamente versato all'interno dei piattini per subire anche l'invecchiamento a lungo termine. Ogni piattino può contenere un massimo di 50 grammi di bitume.



Figura 28: travaso di bitume invecchiato al RTFOT nel piattino del PAV

Prima di effettuare il test, il forno (fig. 29) viene preriscaldato a 115°C.



Figura 29: Forno PAV utilizzato;

Una volta raggiunta la temperatura di invecchiamento, sono stati riposti rapidamente i piattini contenenti bitumi all'interno del forno. Stabilito l'equilibrio termico all'interno del dispositivo, l'ambiente viene pressurizzato a 2,1 MPa. Il test dura 20 ore in totale. La norma in questo caso non richiede verifiche nel "change in mass". In figura seguente, i piattini ripieni di bitume al termine della prova di invecchiamento a lungo termine.

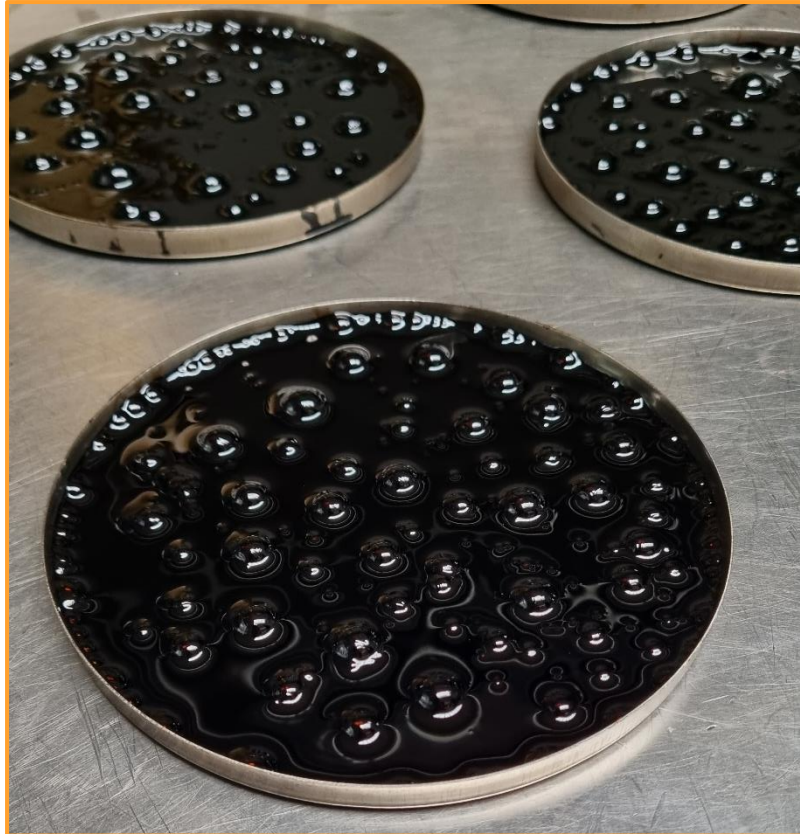


Figura 30: Bitume invecchiato a lungo termine nel PAV;

2.4 Caratterizzazione prestazionale (SUPERPAVE)

Al fine di valutare il Performance Grade (PG) dei due bitumi oggetto di studio, sono state eseguite prove al Bending Beam Rheometer (BBR) per quanto riguarda le basse temperature, e prove Multiple Stress Creep Recovery (MSCR) per le prestazioni alle alte temperature.

2.4.1 Prove al Bending Beam Rheometer

In figura 31, il Bending Beam Rheometer utilizzato in questa applicazione.



Figura 31: Bending Beam Rheometer utilizzato

Per il test BBR sono richiesti bitumi invecchiati a lungo termine. I bitumi (invecchiati al PAV) sono stati dapprima riscaldati per raggiungere una consistenza tale da rendere possibile il versamento. Il legante viene quindi versato in sovrabbondanza all'interno di casseri di dimensioni standard precedentemente assemblati. Suddetti casseri sono composti da barre di metallo tenute insieme da morse e ricoperti da strisce di plastica per evitare che il bitume resti attaccato.

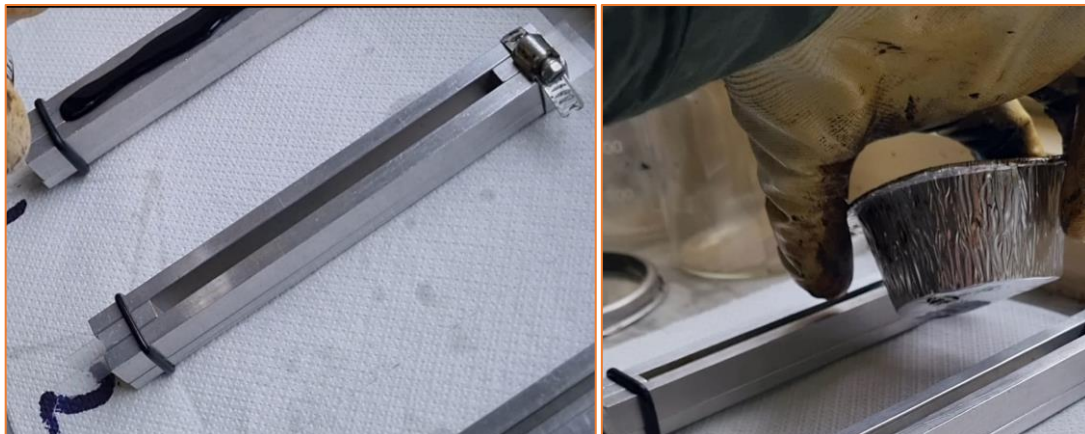


Figura 32: sx) Cassero per travetto di bitume; dx) versamento di bitume liquido nel cassero;



Figura 33: sx) Travetto di bitume prima della fase di “trimming”, dx) travetto dopo la fase di “trimming”;

Dopo 30 minuti di condizionamento a temperatura ambiente, si esegue la fase di “trimming”, ovvero con una spatola riscaldata si rimuove il bitume in eccesso, in modo da ottenere un provino perfettamente parallelepipedo. Dopo un’ulteriore mezz’ora a temperatura ambiente, il provino nel cassero viene dapprima posizionato in un frigorifero per 10 minuti, per poi essere scasserato e immerso nel bagno di alcol alla temperatura di prova all’interno del BBR. Il provino è condizionato all’interno del bagno per un’ora. Infine, si esegue il test a flessione, mettendo il provino in posizione e applicando il carico da normativa.



Figura 34: Travetto di bitume (dopo il test);

Questi step precedentemente elencati sono riferiti ad un singolo provino. Per ottimizzare le tempistiche e testare consecutivamente più campioni, le attività sono state svolte in parallelo. In tabella 11, l'organizzazione cronologica utilizzata per testare la temperatura -12°C.

Numero Provino	Bitume	T [°C]	Data	Pouring Time	Trimming Time	Freezing Time	BBR Bath	Test Time
1	TQ	-12	21-nov	14:20	14:45	15:30	15:40	16:40
2	PMB	-12	21-nov	15:00	15:25	16:10	16:22	17:22
3	TQ	-12	21-nov	15:55	16:20	17:05	17:17	18:17
4	TQ	-12	22-nov	11:30	12:15	12:30	12:42	13:42
5	PMB	-12	22-nov	11:50	12:35	12:50	13:02	14:02
6	PMB	-12	22-nov	12:15	13:00	13:15	13:27	14:27

Tabella 11: organizzazione cronologica test BBR;

Il test è stato eseguito alle temperature di -12°C e -18°C con almeno due ripetizioni per ogni tipologia di bitume. I risultati sono mostrati nella tabella seguente.

Numero Provino	Bitume	T [°C]	Estimated Stiffness [MPa]	m-value [-]
1	TQ	-12	228	0.309
5	TQ		233	0.308
1	PMB		131	0.354
2	PMB		126	0.356
1	TQ	-18	435	0.261
5	TQ		438	0.262
1	PMB		282	0.297
2	PMB		284	0.297

Tabella 12: Risultati test BBR;

Come spiegato nel capitolo precedente, il low PG si stabilisce considerando dei valori soglia per la Stiffness e l'm-value. In particolare, il valore di rigidità non deve superare i 300 MPa, il valore m-value non deve scendere al di sotto 0,300. Il Performance Grade è calcolato come l'ultima temperatura testata che esibisce parametri coerenti coi valori soglia, a cui vanno detratti ulteriori 10 °C per motivi spiegati in precedenza. In questa analisi, vengono calcolati i valori di T_s e T_m , ovvero le temperature ottenute tramite interpolazione che coincidono rispettivamente ad una rigidità di 300 MPa e ad un m-value di 0,300. Queste temperature saranno poi importanti metriche di confronto in successive analisi. Le interpolazioni sono riportate nelle figure seguenti.

Per il bitume tal quale:

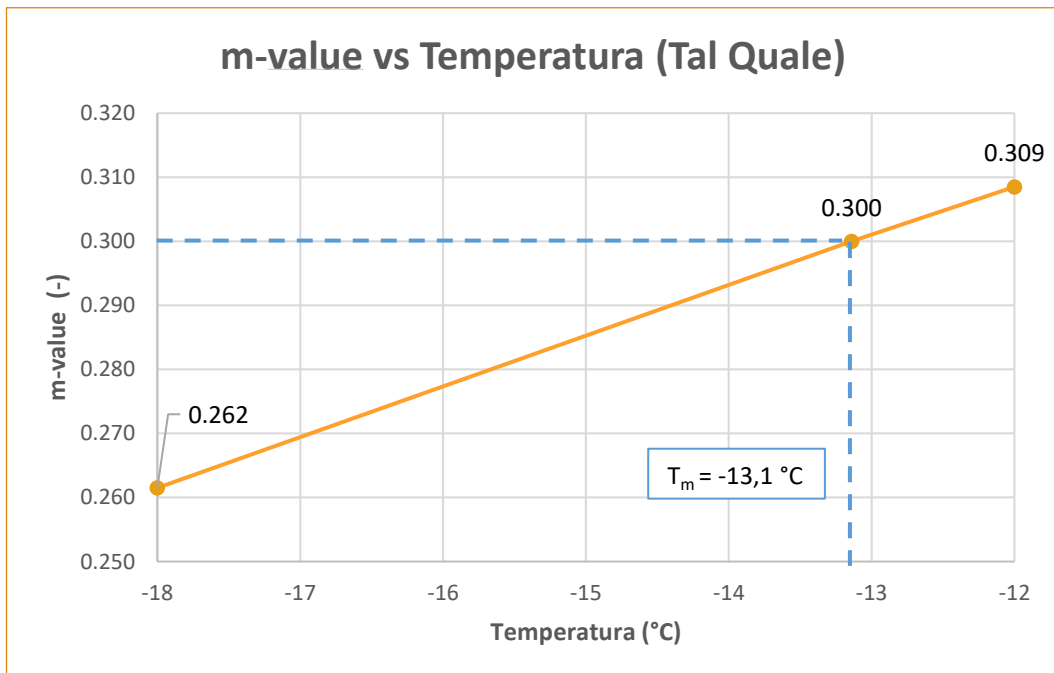
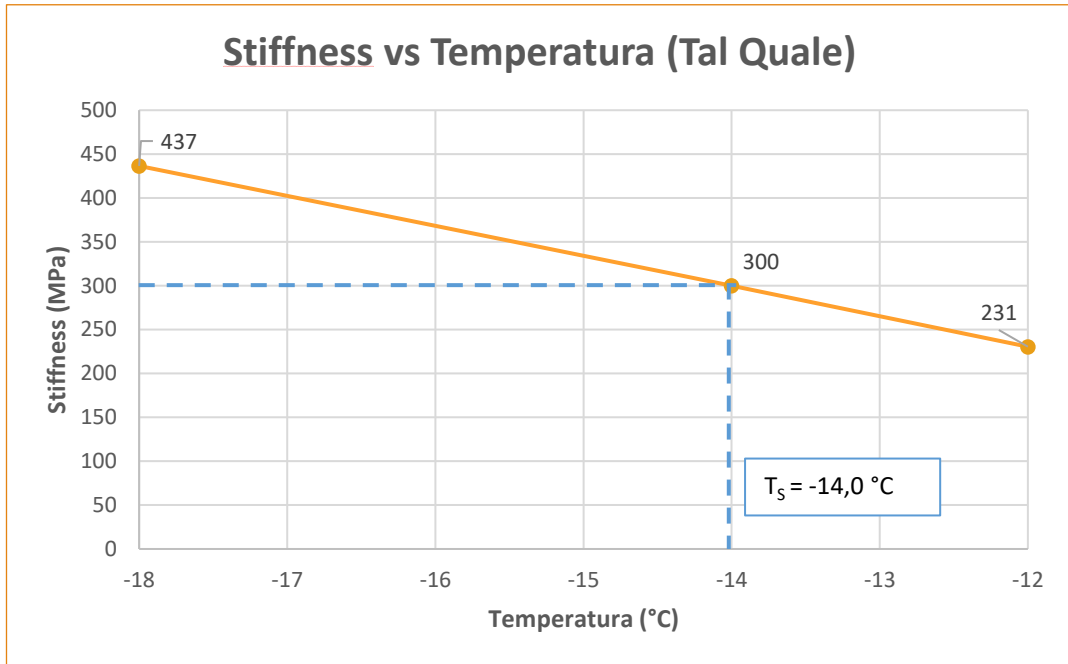


Figura 35: in alto) interpolazione valore T_s ; in basso) interpolazione valore T_m ;

Per il bitume tal quale, i valori di T_s e T_m risultano quindi uguali a:

$$T_s = -14,0 \text{ °C}$$

$$T_m = -13,1 \text{ °C}$$

Di conseguenza, il low PG per il bitume tal quale risulta essere

$$\text{lowPG (TQ)} = -12 - 10 = -22 \text{ °C}$$

Per il bitume modificato:

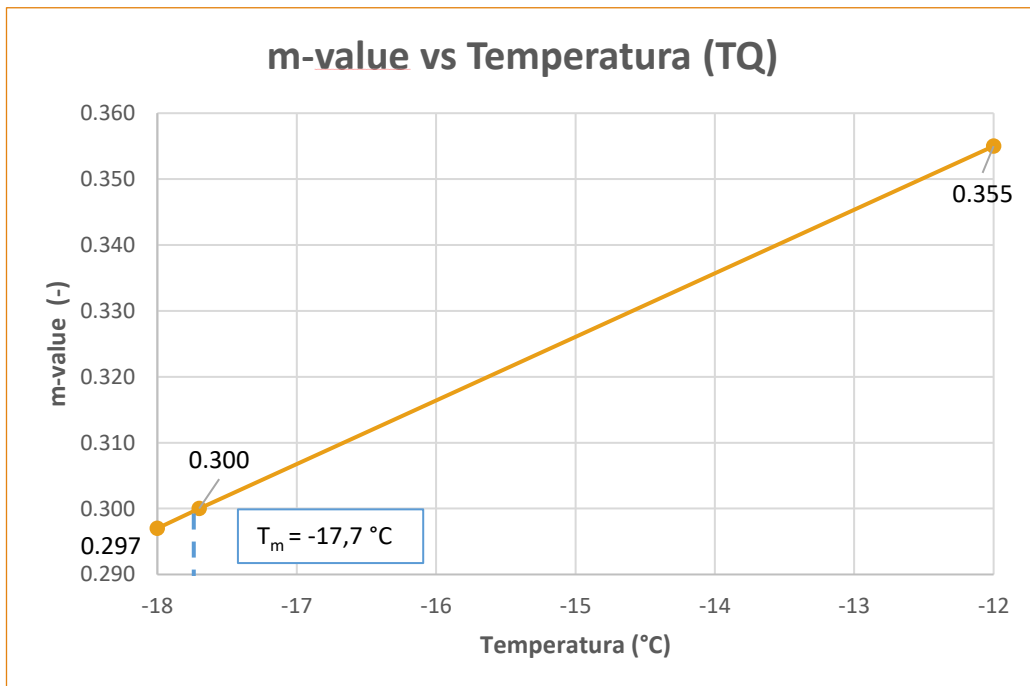
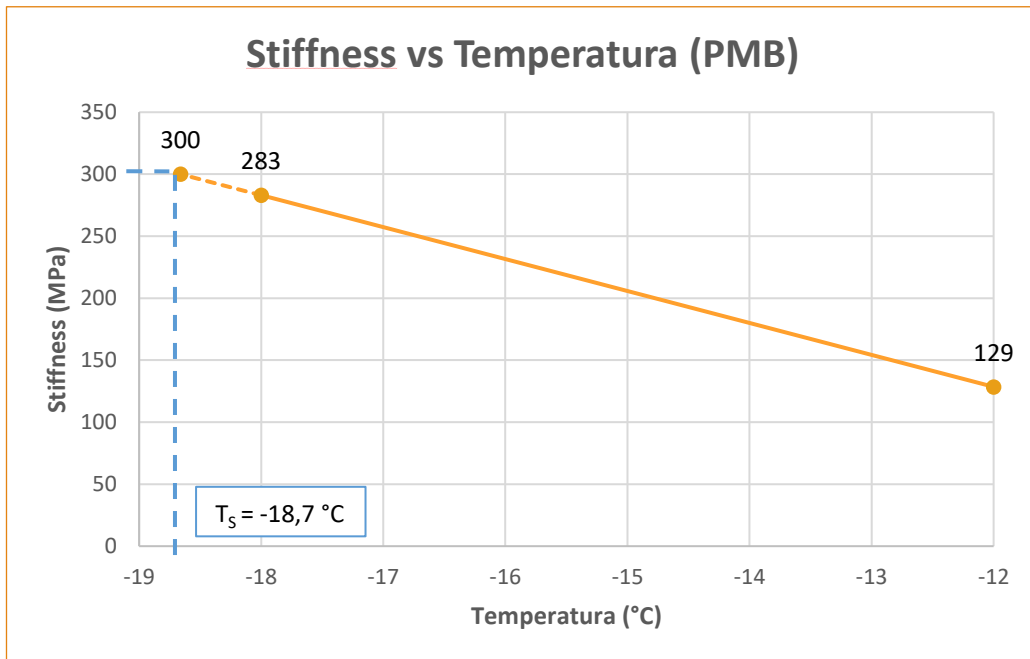


Figura 36: in alto) interpolazione valore T_s ; in basso) interpolazione valore T_m ;

Per il bitume modificato, i valori di T_s e T_m risultano quindi uguali a:

$$T_s = -18,7 \text{ °C}$$

$$T_m = -17,7 \text{ °C}$$

Di conseguenza, il low PG per il bitume tal quale risulta essere

$$\text{lowPG (TQ)} = -12 - 10 = -22 \text{ °C}$$

2.4.2 Multiple Stress Creep Recovery test

In figura 37, il Dynamic Shear Rheometer utilizzato per questo test.



Figura 37: Reometro utilizzato in laboratorio;

In questa tipologia di test alle alte temperature si utilizzano bitumi invecchiati a breve termine, poiché è la condizione più gravosa per il fenomeno dell'ormaiamento, principale causa di dissesto in ambienti caldi.

Il bitume invecchiato tramite RTFOT viene dapprima riscaldato per poter essere versato all'interno di uno stampo circolare di raggio 25 mm. Si attende il tempo necessario affinché il bitume si solidifichi. Successivamente, il campione viene riposto sul piatto inferiore del reometro. Il piatto superiore viene fatto discendere fino ad una quota tale che la distanza tra i due piatti sia di 1 millimetro: il provino viene leggermente schiacciato e la parte in eccesso "rigonfia" verso l'esterno. Con una spatola riscaldata, si elide la parte di bitume fuoriuscita, in modo tale da ottenere un campione cilindrico di altezza 1 mm e diametro 25 mm. Infine, viene fatto partire il test. Le varie fasi della prova sono riportate in figura 38.



Figura 38: 1) Provino MSCR liquido; 2) Provino con piatto inferiore e superiore; 3) fase di “schiacciamento del provino”; 4) fase di “trimming”; 5) provino ultimato;

Il test parte dalla temperatura di 52 °C e arriva, con salti di 6 °C, alla temperatura di 82 °C. Per ogni bitume in esame, sono state eseguite due ripetizioni.

Per valutare l’high PG, come spiegato nel capitolo precedente, si considera la media delle deformabilità dei cicli a 3,2 kPa, ovvero $J_{nr3,2}$. Questo parametro, detto anche “Non-recoverable creep compliance” è un indicatore di quanto un legante bituminoso sottoposto a carichi ciclici, come ad esempio il traffico, presenti delle deformazioni permanenti. In funzione del traffico di progetto, la norma limita il valore di $J_{nr3,2}$. Le soglie sono visualizzabili nella seguente tabella:

TRAFFICO							
STANDARD		HEAVY		VERY HEAVY		EXTREMELY H.	
Jnr3.2 max [kPa]	4.5	Jnr3.2 max [kPa]	2.0	Jnr3.2 max [kPa]	1.0	Jnr3.2 max [kPa]	0.5

Tabella 13: Valori di soglia Jnr3,2 in funzione dei livelli di traffico;

In questo frangente, si fa riferimento al livello di traffico più intenso, l'”extremely heavy traffic”. L’high PG del bitume, dunque, sarà la più alta temperatura testata che presenta un valore di $J_{nr3,2}$ inferiore al valore soglia di 0,5 kPa.

I risultati delle due ripetizioni per il legante bituminoso tal quale sono mostrate di seguito.

BITUME TAL QUALE RIPETIZIONE 1						
T [°]	R0.1 [%]	R3.2 [%]	Jnr0.1 [kPa]	Jnr3.2 [kPa]	Jnrdiff [%]	G*/Sinδ [kPa]
52	20.19	11.92	0.45	0.51	14.57	14.73
58	14.59	4.58	1.21	1.50	23.81	6.09
64	10.35	1.18	3.34	4.44	33.21	2.43
70	3.25	0.13	9.87	11.88	20.45	0.96
76	0.26	0.01	23.35	26.09	11.70	0.42
82	0.10	0.00	45.80	50.21	9.64	0.22

BITUME TAL QUALE RIPETIZIONE 2						
T [°]	R0.1 [%]	R3.2 [%]	Jnr0.1 [kPa]	Jnr3.2 [kPa]	Jnrdiff [%]	G*/Sinδ [kPa]
52	21.89	12.31	0.44	0.51	17.73	14.66
58	16.47	4.72	1.20	1.54	29.08	5.96
64	12.72	1.20	3.30	4.60	39.33	2.38
70	4.90	0.13	9.67	12.18	26.01	0.95
76	0.75	0.00	23.31	26.37	13.10	0.42
82	0.23	0.00	46.15	50.91	10.32	0.21

Tabella 14: Risultati test MSCR bitume tal quale;

Dato che, per entrambe le ripetizioni, il valore di $J_{nr3,2}$ a 52°C è maggiore di 0,5 kPa, si considera come high PG la temperatura immediatamente precedente, ovvero 46 °C (per il livello di traffico E).

$$highPG (Tal Quale) = 46 \text{ } ^\circ\text{C}$$

Per quanto concerne il bitume modificato, invece:

BITUME PMB RIPETIZIONE 1						
T [°]	R0.1 [%]	R3.2 [%]	Jnr0.1 [kPa]	Jnr3.2 [kPa]	Jnrdiff [%]	G*/Sinδ [kPa]
52	89.27	82.51	0.02	0.03	69.73	29.66
58	90.20	80.46	0.03	0.07	110.98	15.77
64	89.80	75.92	0.07	0.17	156.53	8.31
70	87.25	64.33	0.17	0.52	210.54	4.40
76	83.16	46.00	0.41	1.50	265.44	2.48
82	72.54	24.18	1.17	4.08	248.69	1.49

BITUME PMB RIPETIZIONE 2						
T [°]	R0.1 [%]	R3.2 [%]	Jnr0.1 [kPa]	Jnr3.2 [kPa]	Jnrdiff [%]	G*/Sinδ [kPa]
52	89.98	82.78	0.02	0.03	79.25	28.18
58	91.36	81.37	0.03	0.07	127.95	15.14
64	91.15	77.62	0.06	0.16	174.03	8.07
70	89.01	66.53	0.15	0.49	236.70	4.28
76	85.28	48.56	0.36	1.45	299.75	2.42
82	75.67	25.30	1.06	4.12	290.39	1.44

Tabella 15: Risultati test MSCR bitume modificato;

In questo caso, l'high PG è risultato essere:

$$highPG (PMB) = 64 \text{ } ^\circ\text{C}$$

2.4.3 Performance Grade

Alla luce dei risultati ottenuti tramite prova BBR e prova MSCR, è possibile consultare la normativa AASHTO M 322-22 per classificare i bitumi oggetto di studio. Considerando la tipologia di traffico più gravosa (E), il PG dei due bitumi è risultato essere:

Bitume	Low PG	Bitume	High PG
TQ	-22	TQ	46
PMB	-22	PMB	64

Tabella 16: PG dei due bitumi in esame;

In conclusione, i leganti bituminosi utilizzati in questo lavoro sono classificati così:

TAL QUALE

PG 46E – 22

PMB

PG 64E – 22

2.5 Prova MTL

2.5.1 Macchinario utilizzato

Nell'indagine sperimentale oggetto di tale elaborato di tesi è stato utilizzato un reometro rotazionale, nello specifico Anton Paar MCR 302 con configurazione di prova piatto-piatto da 4 mm. Tutte le prove e i dati sono stati reperiti presso il Laboratorio di Materiali Stradali del Politecnico di Torino. Tutte le prove sono state svolte da un solo operatore. In figura, il reometro utilizzato.



Figura 39: sx) reometro utilizzato; dx) Base in polistirolo;

Per consentire un adeguato condizionamento al provino, è stato utilizzato un disco in polistirolo (figura 39) costruito ad hoc per questa analisi: esso è necessario poiché, data l'insolita altezza del campione testato per il tipo di macchinario, la cappa climatica non raggiunge il piatto inferiore, causando notevoli dispersioni di calore che compromettono la buona riuscita del test.

2.5.2 Protocollo di prova

I vari step della prova MTL elencati nel capitolo precedente sono stati perseguiti senza modifiche in questa campagna sperimentale.

Il primo passo consiste nella creazione del provino cilindrico di diametro 4 mm e altezza circa 5 mm. È stato utilizzato, naturalmente, il piatto superiore da 4 millimetri, attorno al quale si realizza un cassero in alluminio di altezza circa 2,5 cm. Il cassero viene mantenuto a contatto col piatto utilizzando del nastro adesivo (figura 40).



Figura 40: Cassero in alluminio chiuso con nastro adesivo;

Secondo la procedura MTL, non sono state considerate altezze superiori a quella attualmente in esame. Ciò è dovuto al fatto che, seguendo il protocollo di prova attuale, campioni di altezza maggiore mostrano deformazioni significative prima della rottura, che non sono in linea con il comportamento previsto a temperature così basse. Inoltre, studi precedenti hanno evidenziato che, nonostante l'intento di prolungare il tempo di condizionamento del campione, si verificava una distorsione termica considerevole sia durante il condizionamento che durante l'esecuzione della prova stessa (Tozzi).

All'interno del cassero viene riposto un quantitativo di bitume a temperatura ambiente di circa 0,110 grammi. Per far prendere la forma cilindrica del cassero, rimuovere eventuali bolle d'aria e garantire una buona adesione tra materiale e piatto superiore, il bitume viene riscaldato per qualche istante alla temperatura di

300°C. Conclusa questa operazione, l'intero cassero viene riposto in congelatore per un tempo compreso tra i 15 e i 20 minuti. Superato questo tempo di raffreddamento tale per cui il campione di legante bituminoso diventi sufficientemente solido, si rimuove cautamente il cassero in alluminio. Con una piccola spatola riscaldata, si procede al taglio del bitume in eccesso, in modo tale da ottenere il cilindro di bitume di altezza 5 millimetri. In figura 41, il campioncino di bitume prima del test MTL.

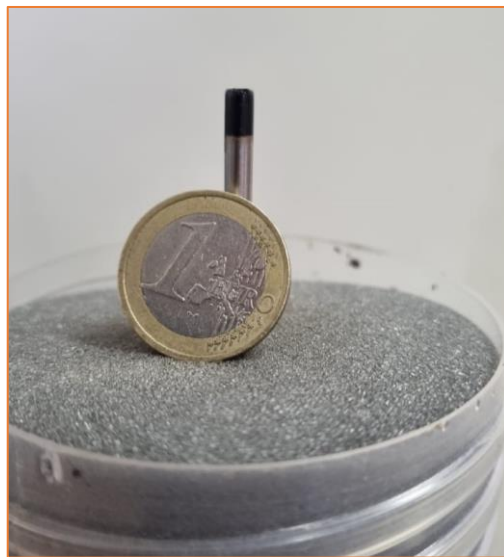


Figura 41: Provino MTL;

Prima di iniziare il test, il campione viene riposto nuovamente per qualche minuto in congelatore. Al contempo, si setta la temperatura del piatto inferiore a 60°C: in questo modo, quando il campione andrà a contatto, non si genereranno delle sollecitazioni interne e il materiale aderirà perfettamente al piatto.

Il piatto superiore viene inserito nel reometro, successivamente il provino cilindrico viene posizionato al gap desiderato, ossia fino a quando entra in contatto con il piatto inferiore. La cappa viene abbassata e la temperatura viene ridotta fino a raggiungere i 20°C. A questo punto, la prova viene avviata.

Gli step della prova sono stati precedentemente esposti. Segue una sintesi:

- Applicazione di un gradiente di -2°C/min da 20°C a 4°C;
- Applicazione di un gradiente di -1°C/min da 4°C alla T di prova;
- Condizionamento isothermico per 10 minuti alla T target;
- Test di frequency sweep alla temperatura di prova;

- Applicazione carico torsionale monotono in controllo di velocità di deformazione pari a $0,001 \text{ s}^{-1}$.

Lo scopo ultimo del test è ricercare la Temperatura critica T_{cr} , ovvero la temperatura in corrispondenza della quale l'indice di fragilità I_B risulta mediamente 0,95. Per ogni temperatura testata, sono state eseguite almeno cinque ripetizioni, per avere un dataset ampio e statisticamente valido. Per consentire una classificazione completa dei bitumi in esame, sono state indagate altre temperature, inferiori e superiori alla temperatura critica. La tabella seguente indica il numero di prove eseguite per ogni temperatura. Tra parentesi, invece, il numero di prove che sono successivamente utilizzate nell'analisi dei dati: come detto in precedenza, al fine di escludere gli outliers, è stata condotta l'analisi degli interquartili.

	T (°C)	Tal quale	PMB
Temperature investigate (°C)	-6	5 (5)	
	-9	5 (5)	
	-11	5 (3)	
	-12	12 (8)	5 (3)
	-13	5 (4)	
	-14	5 (4)	
	-15	5 (3)	5 (2)
	-18	5 (5)	5 (3)
	-21		5 (4)
	-24		3 (3)

Tabella 17: Test eseguiti nella sperimentazione MTL;

2.6 Analisi e discussione dei risultati

L'indagine sperimentale proposta in tale elaborato di tesi mira a caratterizzare la risposta dei leganti bituminosi alle basse temperature utilizzando la metodologia MTL proposta dal Politecnico di Torino. Si è scelto di investigare un solo gradiente di deformazione, pari a $0,001 \text{ s}^{-1}$ e per ogni temperatura sono state realizzate almeno 5 ripetizioni.

Lo scopo ultimo è la ricerca della temperatura critica corrispondente a un indice di fragilità I_B pari a 0,95. Si sono, dunque, investigate svariate temperature al fine di caratterizzare i leganti bituminosi in esame in modo esaustivo.

Da precedenti lavori, si possono individuare due zone:

- Zona con I_B compreso tra 0,75 e 0,95: in questa regione, il legante bituminoso presenta un comportamento di transizione duttile-fragile, e, come già osservato dagli studi precedenti condotti in tale ambito (Baglieri et al. 2021), i punti appartenenti a tale zona si disporranno lungo una retta. In tale regione d'interesse si necessita l'individuazione di almeno due risultati;
- Zona con I_B superiore a 0,95: in tale zona, il bitume si comporta in maniera fragile e perciò risente maggiormente di micro-difetti interni. Nel diagramma IB-Temperatura, si nota un brusco cambio di pendenza e le prove saranno caratterizzate da Failure Strain notevolmente inferiori.

A valle della sperimentazione, è stata condotta l'analisi statistica degli interquartili: lo scopo è escludere eventuali prove "fuori intervallo" in modo tale da ottenere un dataset coerente composto da risultati simili, senza valori outlier.

I parametri di riferimento selezionati al fine di condurre l'analisi statistica sono stati:

- lo sforzo a rottura τ_F ;
- la deformazione a rottura γ_F ;
- la norma del modulo complesso $|G^*|$ corrispondente alla frequenza angolare $\omega = 10 \text{ rad/s}$;
- l'angolo di fase δ corrispondente alla frequenza angolare $\omega = 10 \text{ rad/s}$;
- l'indice di fragilità I_B (Brittleness Index).

Ad una data temperatura, si calcola il valore di Brittleness Index per ogni ripetizione. Successivamente, si conduce l'analisi degli interquartili usando come parametri quelli precedentemente elencati: se anche solo un parametro ricade al di

fuori dell'intervallo, allora l'intera misurazione viene eliminata dall'analisi. L' I_B finale a quella temperatura sarà la media aritmetica degli I_B delle misurazioni non eliminate.

Come esempio, viene allegato il grafico Stress vs Strain (figura 42) e la tabella (tabella 18) delle cinque misurazioni condotte a temperatura -11°C .

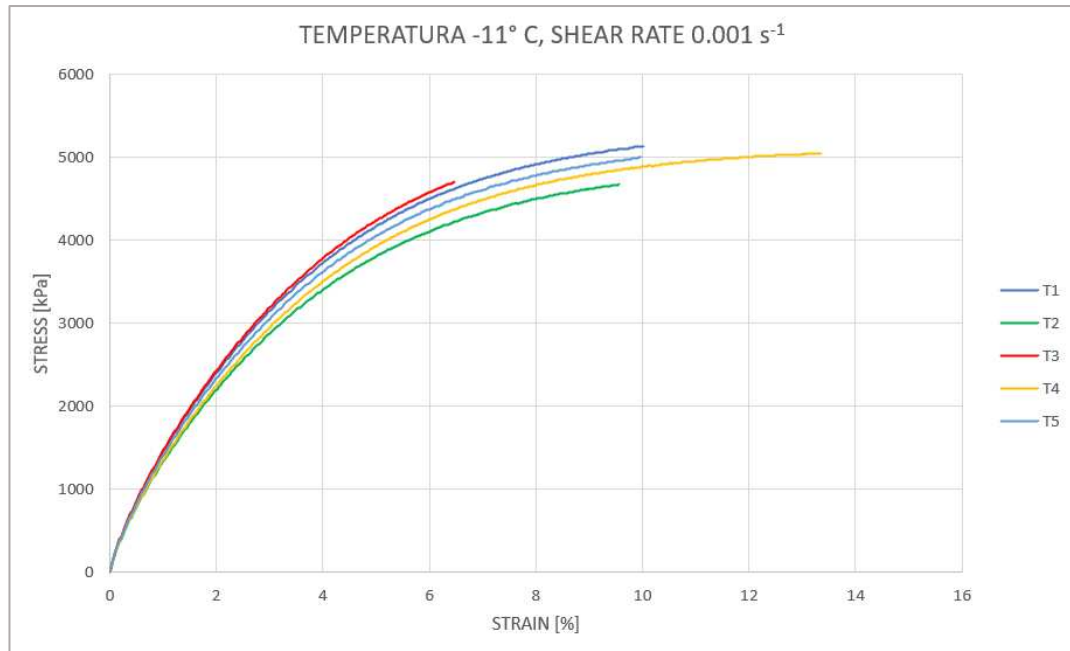


Figura 42: Grafico stress vs strain bitume A temperatura -11°C ;

TEMPERATURA -11°					
Test	Failure stress [kPa]	Failure strain [%]	$ G^* $ (10 rad/s) [Pa]	δ (10 rad/s) [$^\circ$]	I_B [-]
T1	5134.9	10.0	3.41E+08	1.44E+01	0.83
T2	4675.1	9.6	3.20E+08	1.45E+01	0.85
T3	4707.5	6.5	3.42E+08	1.43E+01	0.92
T4	5049.7	13.4	3.19E+08	1.44E+01	0.76
T5	4999.6	10.0	3.31E+08	1.45E+01	0.84

Tabella 18: Cinque ripetizioni bitume A temperatura -11°C ;

Questi parametri sono soggetti al Metodo degli interquartili:

$$Q_1 - 1.5 IQR < x_i < Q_3 + 1.5 IQR$$

$$IQR = Q_3 - Q_1$$

	Failure stress [kPa]	Failure strain [%]	$ G^* $ (10 rad/s) [Pa]	δ (10 rad/s) [°]	I_B [-]
1° quartile	4707.5	9.57	3.20E+08	14.44	0.83
3° quartile	5049.7	10.01	3.41E+08	14.50	0.84
IQR	342.2	0.44	2.10E+07	0.07	0.01
Q1-1.5*IQR	4194.2	8.91	2.89E+08	14.34	0.82
Q3+1.5*IQR	5563	10.67	3.73E+08	14.60	0.86

Tabella 19: Metodo degli interquartili (temperatura -11°C);

Tutti i valori esterni al range vengono esclusi dal successivo calcolo, e vengono evidenziati in rosso.

TEMPERATURA -11°					
Test	Failure stress [kPa]	Failure strain [%]	$ G^* $ (10 rad/s) [Pa]	δ (10 rad/s) [°]	I_B [-]
T1	5134.9	10.0	3.41E+08	1.44E+01	0.83
T2	4675.1	9.6	3.20E+08	1.45E+01	0.84
T3	4707.5	6.5	3.42E+08	1.43E+01	0.92
T4	5049.7	13.4	3.19E+08	1.44E+01	0.76
T5	4999.6	10.0	3.31E+08	1.45E+01	0.84

Tabella 20: Valori eliminati dall'analisi (Temperatura -11°C);

Di conseguenza, le prove considerate per questa temperatura sono solo le seguenti:

TEMPERATURA -11°					
Test	Failure stress [kPa]	Failure strain [%]	$ G^* $ (10 rad/s) [Pa]	δ (10 rad/s) [°]	I_B [-]
T1	5134.9	10.0	3.41E+08	1.44E+01	0.83
T2	4675.1	9.6	3.20E+08	1.45E+01	0.84
T3	4999.6	10.0	3.31E+08	1.45E+01	0.84

Tabella 21: Valori utilizzati nell'analisi (Temperatura -11°C);

L'indice I_B sarà calcolato come la media delle tre misurazioni, in questo caso:

$$I_B (11^\circ\text{C}) = 0,84$$

Questa operazione è stata svolta per tutte le temperature indagate. I risultati completi sono riportati nell'ALLEGATO 1. A valle di tale studio è possibile rappresentare gli andamenti dei diversi materiali espressi in termini di I_B in funzione della temperatura.

2.6.1 Bitume tal quale

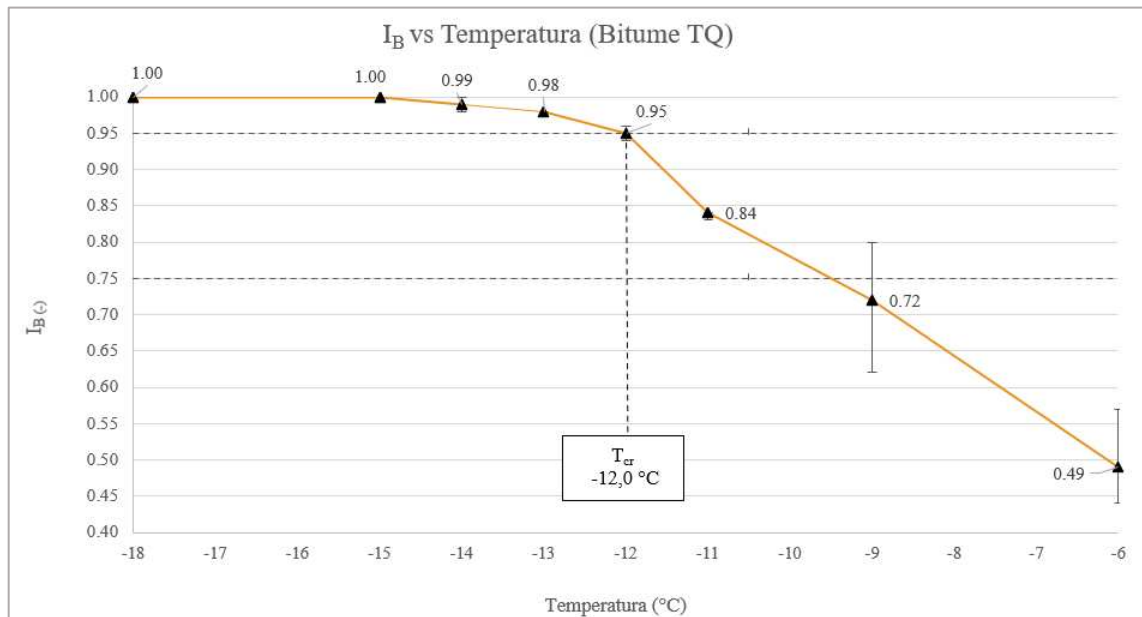


Figura 43: grafico I_B vs Temperatura bitume A (tal quale);

Nel grafico sovrastante (figura 43) è rappresentato l'andamento dell'indice I_B al variare della temperatura di prova. Per il bitume tal quale, sono state indagate otto temperature. Nel grafico, sono visualizzabili due rette corrispondenti ai valori di I_B pari a 0,75 e 0,95. La temperatura critica, ovvero la T in corrispondenza della quale l'indice di fragilità risulta essere 0,95, per il bitume tal quale in esame è pari a $-12,0^\circ\text{C}$. Si può notare, infatti, il cambio di pendenza della curva prima e dopo la T_{cr} , sintomo di un cambio di comportamento da duttile-fragile a fragile.

Un altro diagramma di notevole interesse è il grafico (figura 44) che mette in relazione, per ogni temperatura misurata, la deformazione a rottura media (Average failure strain) e lo stress a rottura media (Average failure stress).

BITUME 50/70		
T (°C)	Average failure strain [%]	Average failure stress [kPa]
-6	43.6	3191.3
-9	15.9	4262.5
-11	9.9	4936.5
-12	4.8	4256.1
-13	3.1	3884.2
-14	2.9	4099.3
-15	1.9	3346.7

Tabella 22: Average Failure strain e Average Failure stress bitume A;

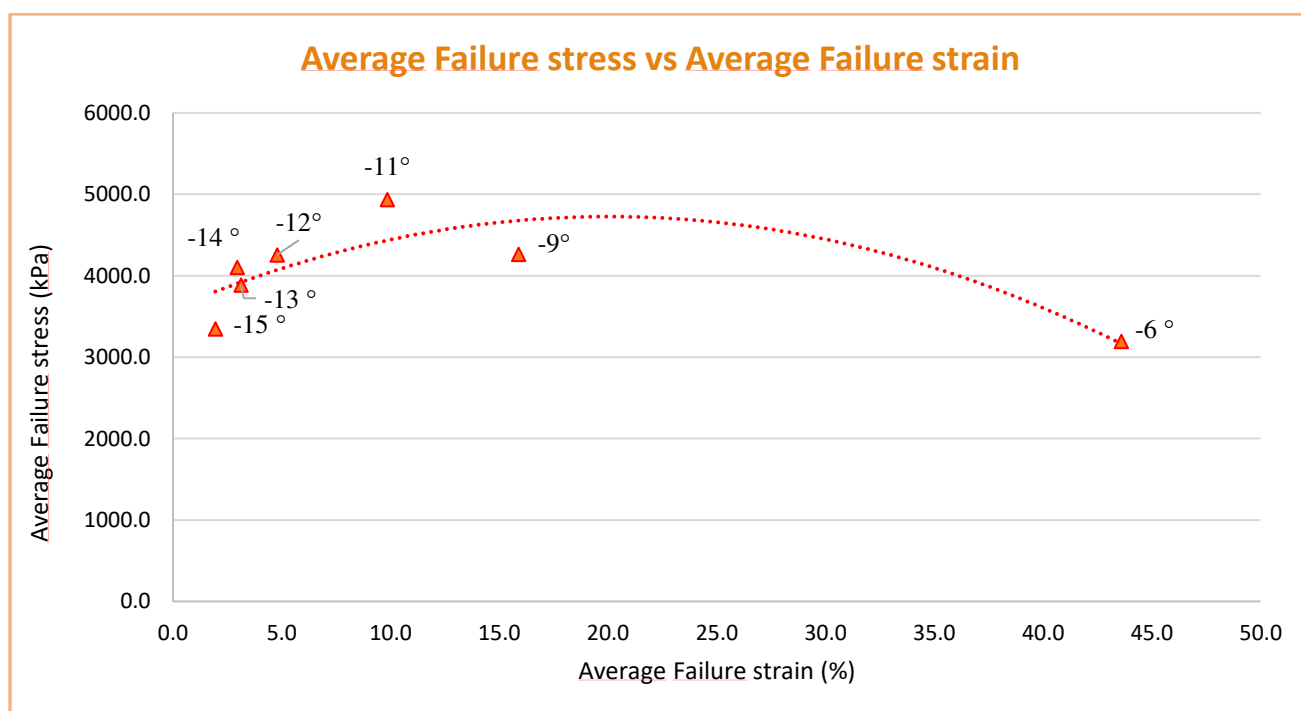


Figura 44: Grafico Average Failure strain vs Average Failure stress bitume A;

Si può notare che, al diminuire della temperatura testata, diminuisca mediamente anche la deformazione a rottura: questo poiché, alle basse temperature, il materiale assume un comportamento fragile, contraddistinto da failure strain più gravose.

Per quanto concerne il carico di picco medio, si può notare una brusca variazione di tendenza: prima della Temperatura critica (-12 °C), al diminuire della temperatura aumenta il carico di picco. Questo poiché un materiale maggiormente rigido esibisce carichi di rottura più elevati. Dopo la T_{cr} , ovvero per temperature più basse di -12°C, si inverte il trend: mediamente, più la temperatura è bassa, minore è il carico di picco. Questo comportamento può essere dovuto all'eccessiva fragilità

che contraddistingue il materiale a T così gravose: il minimo danneggiamento porta al collasso del campione, anche con valori di carico contenuti.

2.6.2 Bitume modificato

In figura 45 è rappresentato l'andamento dell' I_B in funzione della temperatura per il bitume modificato con polimero SBS.

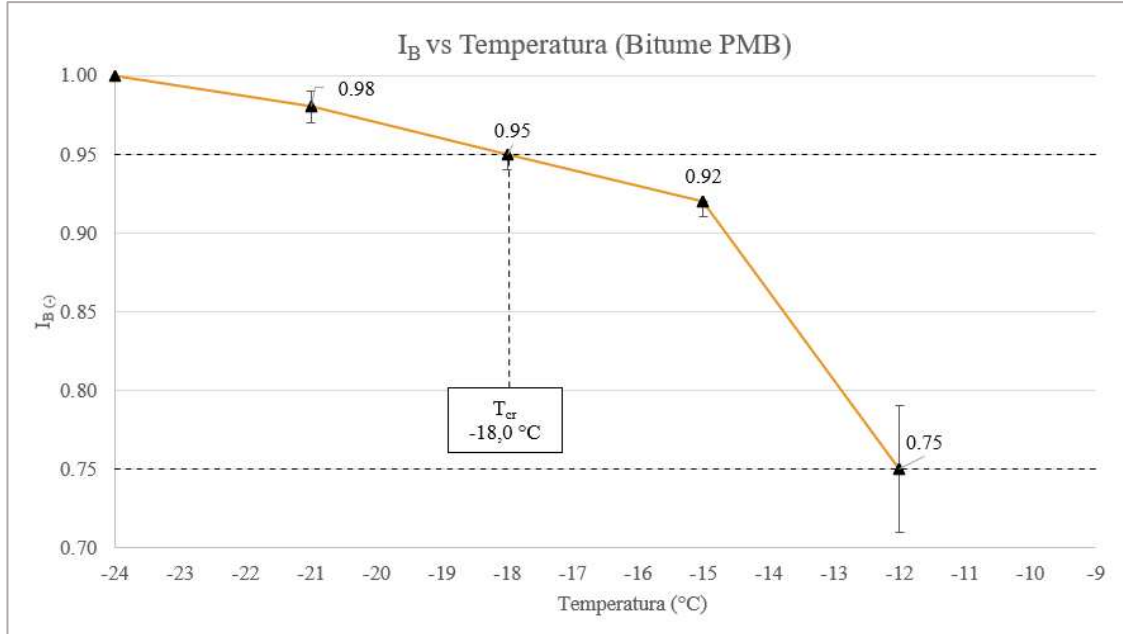


Figura 45: Grafico I_B vs Temperatura bitume B (PMB)

Per questo legante bituminoso, sono state analizzate cinque temperature, con salto di 3°C tra ognuna. Come previsto, il bitume modificato è caratterizzato da migliori prestazioni alle basse temperature rispetto il bitume vergine: la temperatura critica è risultata essere -18°C, sei gradi inferiore rispetto la controparte non modificata. Anche in questo caso, è possibile notare un cambio di tendenza, meno accentuato data la minor quantità di prove effettuate.

Viene poi allegato il grafico deformazione a rottura media vs stress a rottura medio.

PMB		
T (°C)	Average failure strain [%]	Average failure stress [kPa]
-12	13.2	3808.0
-15	7.5	4832.9
-18	5.3	6015.1
-21	3.5	5570.0
-24	2.2	4380.2

Tabella 23: Average Failure strain e Average Failure stress bitume B;

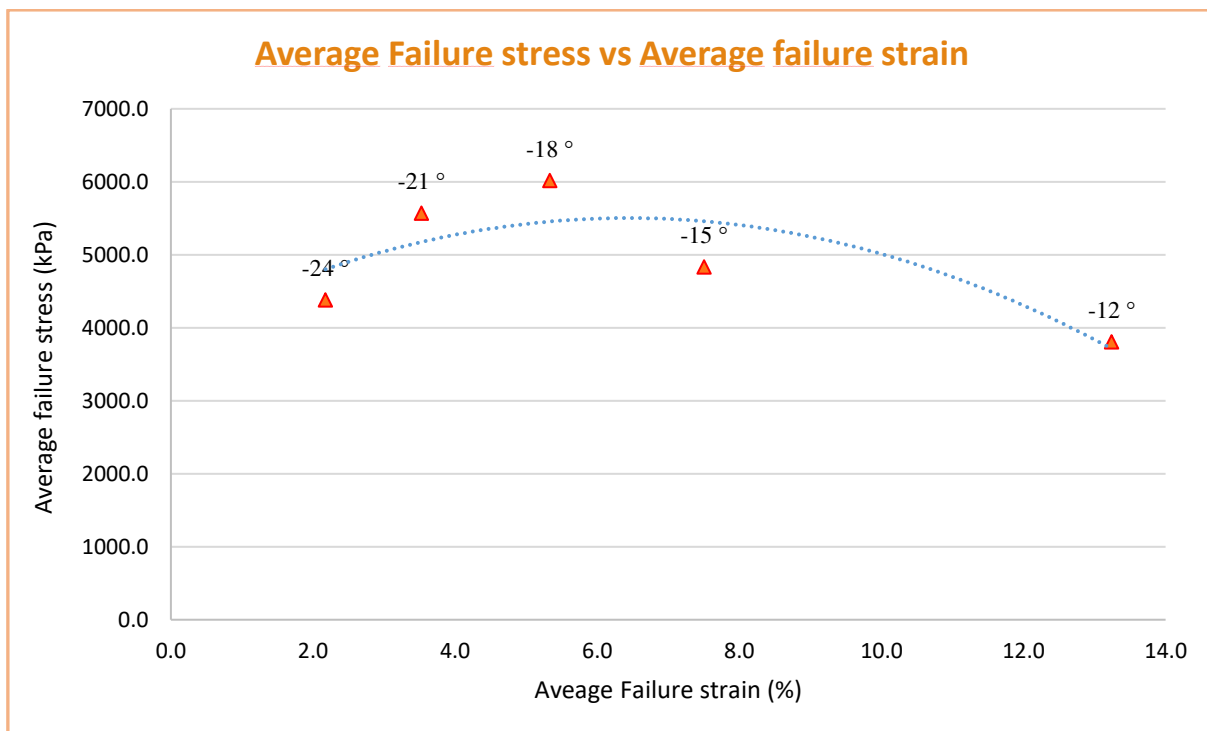


Figura 46: Grafico Average Failure strain vs Average Failure stress bitume B;

In questo diagramma, è ancora più evidente la diminuzione del Failure strain al diminuire della temperatura e l'andamento a “campana” dei punti, con punto massimo in corrispondenza proprio della T_{cr} .

2.6.3 Confronto tra le metodologie

Nella tabella sottostante sono sintetizzati i risultati ottenuti per ambo i bitumi sia dalla la prova MTL, sia dal test BBR.

Bitume	low PG	T_s (°C)	T_m (°C)	T_{cr} (°C)
TQ	-22	-14.0	-13.1	-12.0
PMB	-22	-18.7	-17.7	-18.0

Tabella 24: Confronto tra risultati del BBR (T_s , T_m) con MTL (T_{cr});

Si può subito notare che i risultati di entrambe le metodologie sono coerenti tra loro, essendo i valori di T_s , T_m e T_{cr} simili. Anche in questo caso si capta la netta differenza in termini prestazionali che sussiste tra i due bitumi: nello specifico, entrambe le metodologie certificano un miglior comportamento alle basse temperature per il bitume PMB. Tuttavia, in termini di classificazione Superpave, non risulta questa differenza, essendo entrambi classificati con un low PG di -22°C .

Questo denota una mancanza di correlazione tra tipo di classificazione e comportamento reale del legante bituminoso. A valle della prova MTL, si ottengono due temperature critiche, in funzione del valore di I_B . Utilizzando questa metrica come paragone, è molto più intuitivo comprendere la differenza che sussiste tra due leganti bituminosi e capire quale dei due sia più adatto ad essere esposto a temperature rigide.

CAPITOLO TERZO: SEMI CIRCULAR BENDING TEST

3.1 Introduzione

Lo scopo del seguente elaborato di tesi è indagare ulteriormente sulla fattibilità dell'innovativa metodologia MTL proposta dal Politecnico di Torino. Dopo aver esaustivamente condotto una sperimentazione reologica sui soli leganti bituminosi, si è voluto estendere la ricerca anche alla scala delle miscele bituminose: l'obiettivo è ricavare informazioni su un eventuale correlazione tra l'indice di fragilità e altri parametri di frattura. Il lavoro consiste nel confrontare i risultati del test MTL sul solo legante bituminoso con prove eseguite a basse temperature su campioni in conglomerato bituminoso.

Per quanto concerne, quindi, la caratterizzazione delle miscele bituminose alle basse temperature, esistono numerose tipologie di test che, coi loro pregi e difetti, certificano il comportamento del materiale sottoposto a temperature rigide. Ad esempio, uno dei test più diffusi per le basse temperature è il Thermal Stress Restrained Specimen Test (EN 12697-46), che consiste nel raffreddare rapidamente un campione di miscela bituminosa, applicando una restrizione alla dilatazione libera del campione che simula le condizioni di confinamento che possono verificarsi in una pavimentazione stradale. Diversi lavori hanno analizzato l'efficacia della prova TSRST nel prevedere la "low temperature cracking" delle miscele bituminose, considerando anche l'influenza di parametri quali il tempo di condizionamento, il tipo di bitume, gli additivi e la correlazione con field data. Ciononostante, c'è da considerare la difficoltà nel preparare campioni cilindrici partendo da provini compattati con pressa a taglio girevole e la forte sensibilità alle condizioni di prova.

Una delle prove più utilizzate attualmente per determinare le proprietà delle miscele bituminose alle basse temperature è la prova SCB (Semi Circular Bending Test). Questo test consiste nel portare a rottura un provino semicircolare mediante una flessione su tre punti, applicando un carico verticale in controllo di spostamento di 5 millimetri al minuto (BS EN 12697-44). Questa prova presenta numerosi vantaggi, tra cui:

- la velocità di esecuzione della prova stessa;

- la facilità di preparazione dei campioni sia in laboratorio, mediante compattazione con pressa a taglio giratoria, sia da campioni carotati sul campo.

In uno studio, Marasteanu et al. hanno constatato come la variabilità del test SCB nel valutare la resistenza alla frattura alle basse temperature di provini in conglomerato bituminoso sia bassa e che quindi sia un test affidabile. Inoltre, l'influenza di vari parametri quali i vuoti d'aria, la temperatura, il loading rate, la lunghezza d'intaglio e del tipo di legante sono stati analizzati. Il test SCB è stato efficacemente utilizzato per indagare sul comportamento a frattura alle basse temperature in vari campi applicativi: uno studio ha dimostrato che il test SCB a bassa temperatura è efficace per fare previsioni qualitative sulla "cracking performance" del conglomerato bituminoso in ambienti freddi. L'energia di frattura misurata nel test SCB ha mostrato una forte correlazione con i dati sul campo provenienti da dieci sezioni di pavimentazione in asfalto nel Minnesota e nell'Illinois (Zofka et al.).

Diversi parametri ottenuti dalla prova SCB sono stati studiati in vari esperimenti per comprendere il comportamento delle miscele bituminose alle basse temperature. L'energia di frattura (Gf) e l'indice di flessibilità (FI) sono spesso usati per prevedere la resistenza alla frattura. (AASHTO TP124-20)

Viene introdotto il Cracking Resistance Index (CRI), calcolato come Gf diviso per il carico massimo. Questa metrica è interessante poiché è in grado di evidenziare differenze tra miscele con stessa energia di frattura ma diverso carico massimo (Fawar Kaseer et al.).

Un altro parametro di notevole importanza nel test SCB è la tenacità a frattura Kic. Malek et al. hanno indagato l'influenza sul suddetto parametro a causa di temperatura, contenuto di vuoti e loading rate. Kic aumenta al diminuire della temperatura di prova. Tale risultato è funzione dell'aumento del modulo elastico del conglomerato bituminoso al diminuire della temperatura di prova.

In un altro lavoro si è valutata la tenacità a frattura variando lo spessore del provino. Ne è risultato che la Kic non è strettamente sensibile allo spessore del provino SCB. Ciononostante, gli autori consigliano di utilizzare campioni di spessore 50 millimetri (Xiongzhou).

Tuttavia, il parametro che più si presta al confronto con la scala reologica dei leganti bituminosi risulta essere l'energia di frattura G_f . In letteratura, viene proposto un metodo di individuazione di un "mixture based" performance grade PG basato sulla correlazione tra energia di frattura G_f valutata tramite test SCB e risultati reologici condotti tramite prova al Bending Beam Rheometer (BBR). Tale "mixture based PG" può essere identificato impostando un valore di soglia minimo dell'energia di frattura G_f (Ashani et al.).

L'obiettivo di questo elaborato di tesi è quello di indagare ulteriormente il metodo di caratterizzazione dei bitumi alle basse temperature MTL correlando i risultati ottenuti sul legante bituminoso al Dynamic Shear Rheometer e i parametri risultanti dal Semi Circular Bending Test (SCB) su miscele bituminose contenenti lo stesso legante precedentemente testato. In particolare, quattro diversi bitumi di differente composizione sono stati inizialmente caratterizzati mediante numerosi test MTL a diverse temperature al fine di valutare, l'andamento dell'indice di fragilità IB per ogni materiale. Successivamente, alle medesime temperature precedentemente investigate tramite MTL test sono stati eseguiti dei test SCB calcolando l'energia di frattura G_f , la tenacità a frattura K_{Ic} e il parametro Cracking Resistance Index. Infine, una correlazione tra i parametri di fragilità del solo legante bituminoso determinati sul test MTL e i parametri di frattura della miscela bituminosa è stata effettuata in modo tale da ricercare una temperatura operativa critica.

3.2 Test SCB

In questo capitolo, viene esplicitata la procedura di prova del Semi Circular Bending Test, usando come riferimento la norma europea BS EN 12697-44.

3.2.1 Protocollo di prova

Il metodo di prova Semi-Circular Bending (SCB) è principalmente utilizzato per valutare la resistenza alla frattura di una miscela bituminosa. In output dal test si ricava il carico massimo che un provino semicircolare con un intaglio nella parte inferiore può sopportare prima di rompersi. È importante specificare che il test descrive solo la fase di propagazione della crepa in un provino in conglomerato bituminoso, mentre la fase iniziale di innesco della crepa è considerata attraverso un altro tipo di test noto come test di fatica.

In sintesi, il test consiste nel sottoporre un provino semicilindrico con un "notch" (un intaglio) centrale ad uno sforzo di flessione su tre punti. In tal modo, la parte

centrale del provino, in corrispondenza dell'intaglio, sarà soggetta ad uno sforzo di trazione. La prova viene eseguita in controllo di spostamento verticale, il quale aumenta con un tasso costante di 5 mm/min. Il carico corrispondente aumenta fino a raggiungere un valore massimo, F_{max} , che è direttamente correlato alla tenacità alla frattura del campione di prova. In figura 47 viene fornito un esempio della struttura del test e del campione.

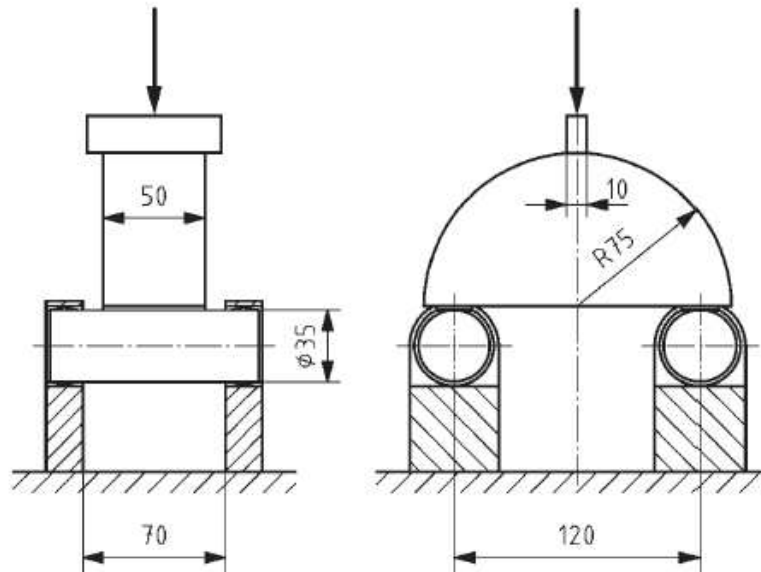


Figura 47: Test SCB (BS EN 12697-44);

I campioni di conglomerato bituminoso vengono compattati con un diametro di (150 ± 1) mm utilizzando una pressa a taglio giratoria secondo la norma EN 12697-31. Dopo il taglio, lo spessore del campione dovrebbe essere di (50 ± 3) mm e l'altezza del campione circa di (74 ± 1) mm. Per la buona riuscita della prova, è importante assicurarsi che le superfici superiore e inferiore del campione siano piatte. Infine, effettuare nella parte centrale del campione un intaglio con una larghezza nominale di $(0,40 \pm 0,20)$ mm e una profondità di $(10,0 \pm 1,0)$ mm. Nella figura seguente sono specificate le misure standard del campione.

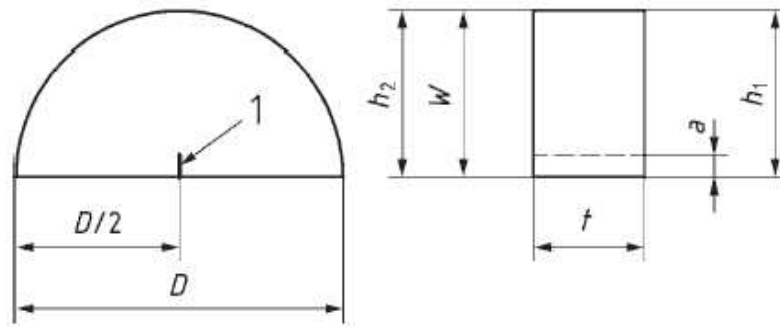


Figura 48: Dimensioni standard provino SCB (BS EN 12697-44);

Dove:

- D: diametro pari a 150 ± 1 mm;
- h_1 e h_2 : altezze misurate sui due lati estremi del provino pari a 74 ± 1 mm; inoltre deve valere la relazione $(h_1 - h_2) < 0,5$ mm;
- t: spessore del provino pari a 50 ± 3 mm;
- W: media delle altezze h_1 e h_2 ;
- a: profondità del notch pari a $10,0 \pm 1,0$ mm.

Prima della fase di condizionamento, è necessario assicurarsi che il campione sia asciutto: si può definire tale quando la variazione di massa tra due pesate distanti almeno 30 minuti è inferiore allo 0,1%.

Se i campioni devono essere testati a una temperatura T, allora prima del test i campioni devono essere condizionati in camera climatica a una temperatura di $(T \pm 1)$ °C per almeno 4 ore. Una volta terminato il tempo di condizionamento, rimuovere il campione dalla camera climatica e installarlo nella macchina di prova nel minor tempo possibile, assicurandosi che il campione sia posizionato in modo perfettamente centrato. Tra il campione e la base vengono posizionate, in corrispondenza dei punti di contatto, delle piastrine in metallo, per aumentare la superficie di contatto e non trasferire puntualmente il carico. Appena il campione è in posizione, impostare la deformazione verticale a zero e quindi applicare un carico al campione sufficiente a produrre una velocità di deformazione di $(5,0 \pm 0,2)$ mm/min. Registrare la forza con un'accuratezza di 1 N e lo spostamento verticale con un'accuratezza di 0,01 mm. In generale, il tempo tra la rimozione del campione dalla camera climatica e il collasso dello stesso deve essere inferiore a 60 secondi.

Un test è ritenuto valido se la crepa termina in uno spicchio di ± 15 mm (10 % del diametro del campione) dal centro della striscia di carico. Se la crepa termina al di fuori di questa area, il test viene considerato invalido. In figura 49 si specifica la differenza tra un test valido, all'interno della zona, e un test invalido, esterno alla zona.

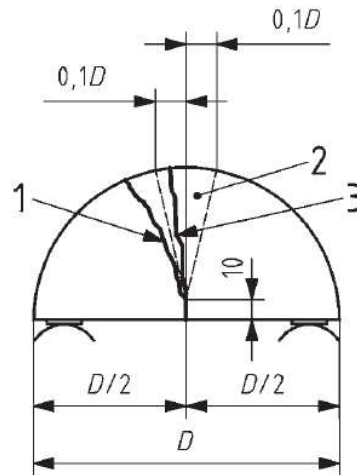


Figura 49: Differenza tra test valido e invalido;

Dove:

- 1: test invalido;
- 2: zona di accettabilità;
- 3: test valido.

3.2.2 Parametri di interesse

Il Semi Circular Bending Test è una prova rapida che porta a rottura il provino testato. Per tale motivo, è utile per valutare il comportamento a frattura dei provini in conglomerato bituminoso. In output, si ottiene la curva carico – spostamento (anche detto Load - LLD), visualizzabile in figura 50.

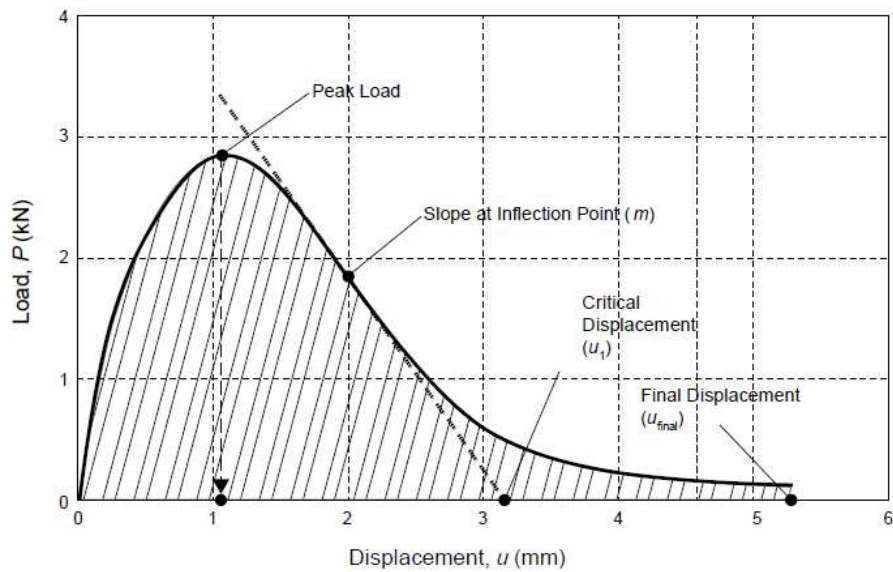


Figura 50: Curva Load – LLD

Uno dei parametri fondamentali ottenibili dalla prova SCB è l'energia di frattura. In questo studio, l'energia di frattura G_f è calcolata come segue:

$$G_f = \frac{W_f}{A_{lig}}$$

Dove:

- G_f : fracture energy (J/m^2);
- W_f : work of fracture (J), ovvero l'area sottesa dalla curva nel grafico Load-displacement;
- A_{lig} : area del legamento (m^2), ottenibile come $(r - a) \times t$.

Questo parametro (G_f) è di notevole importanza poiché rappresenta l'energia che il provino assorbe prima del collasso, ed è quindi una misura indiretta della resistenza del materiale. L'energia di frattura è dipendente dalla temperatura di prova. Generalmente, a temperature più basse si rilevano valori di G_f più piccoli. Questo accade perché il materiale alle basse temperature si comporta in modo fragile ed è necessaria meno energia per portare a collasso il provino.

Un'altra metrica analizzata in questo studio è la tenacità a frattura K_{Ic} , calcolata con la seguente equazione:

$$\frac{K}{\sigma_0 \sqrt{\pi a}} = Y_{I(0.8)}$$

Dove:

- $\sigma_0 = \frac{P}{2rt}$
- P = carico applicato in MN
- r = raggio del provino (m);
- t = spessore del provino (m);
- a = notch length (m);
- Y_I = lo stress intensity factor adimensionalizzato, calcolato come segue;

$$Y_{I(0.8)} = 4.782 + 1.219 \left(\frac{a}{r}\right) + 0.063 \exp\left(7.045 \left(\frac{a}{r}\right)\right)$$

Ne consegue che la tenacità a frattura dipende dal carico applicato P e dalla geometria del campione. Dato che in questo lavoro sono stati testati provini con geometria invariata, l'unica variabile è il carico di picco. Al diminuire della temperatura di prova, il provino si comporta in modo fragile e ciò comporta dei valori di carico di picco più elevati. È ragionevole dedurre che la tenacità a frattura aumenta al diminuire della temperatura di prova. La K_{Ic} è un parametro cruciale nel valutare il comportamento di un materiale sottoposto a carichi critici.

Infine, l'ultimo parametro investigato è il Cracking Resistance Index (CRI). Il CRI si misura secondo l'equazione seguente:

$$CRI = \frac{G_f}{Peak Load}$$

Con G_f in J/m^2 e Peak Load in kN.

La particolarità di questo indice consiste proprio nel tenere in conto anche l'influenza del carico di picco. In tal modo, ogni curva viene rapportata al valore massimo di carico: è possibile captare significative differenze tra due curve con valori di G_f pressoché uguali. Un esempio è visualizzabile nella figura seguente.

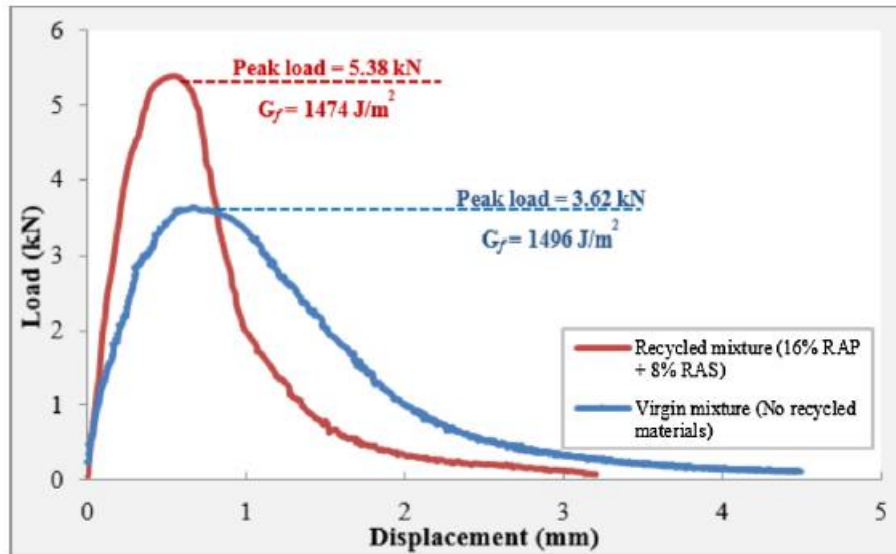


Figura 51: Prove con stessa energia di frattura ma comportamento differente;

Le due curve mostrate restituiscono lo stesso valore di energia di frattura, sebbene presentino un andamento del tutto diverso. Considerando come parametro la sola G_f , non si coglierebbe la differenza tra le due prove e questo sarebbe poco coerente con la realtà. Utilizzando il CRI, quindi andando a rapportare il valore di G_f con il massimo carico raggiunto (Peak load), si ottengono risultati completamente diversi, e ciò è utile per identificare se il provino è duttile o fragile. Nello specifico, è risaputo che un provino con comportamento duttile (curva blu) raggiunge spostamenti maggiori e sopporta carichi con picchi inferiori rispetto un campione con comportamento fragile (curva rossa). In questo esempio:

$$CRI_{red} = \frac{1474}{5,38} = 274$$

$$CRI_{blu} = \frac{1474}{3,62} = 407$$

Attraverso questo parametro risulta evidente la differenza in termini di duttilità tra le due prove, a parità di energia di frattura. Ne risulta che, maggiore è il valore del Cracking Resistance Index restituito dalla prova, più il campione testato ha esibito un comportamento duttile. Di conseguenza, ci aspettiamo che, al diminuire della temperatura, diminuisca il CRI, poiché il conglomerato bituminoso si comporta in maniera più fragile.

CAPITOLO QUARTO: SPERIMENTAZIONE

SCB

4.1 Introduzione e materiali utilizzati

Come accennato in precedenza, l'obiettivo di questo elaborato di tesi è indagare ulteriormente il metodo di caratterizzazione dei bitumi alle basse temperature MTL correlando i risultati ottenuti sul legante bituminoso al Dynamic Shear Rheometer e i parametri risultanti dal Semi Circular Bending Test (SCB) su miscele bituminose contenenti lo stesso legante precedentemente testato. Le prove SCB sono state condotte nel Laboratorio di materiali stradali presso il Dipartimento di Ingegneria dell'Ambiente, del Territorio e delle Infrastrutture (DIATI) del Politecnico di Torino.

Nella seguente sperimentazione, sono state testate quattro diverse miscele bituminose. Nello specifico, si è scelto di utilizzare una curva granulometrica comune per tutte le miscele, variando solamente il legante bituminoso. I materiali utilizzati sono elencati nello specifico nei seguenti paragrafi.

4.1.1 Aggregati

Come specificato in precedenza, le quattro miscele testate sono caratterizzate dalla stessa curva granulometrica. Nello specifico, gli aggregati utilizzati si suddividono in quattro diverse classi dimensionali, elencate con relative percentuali nella tabella sottostante.

Materiali	Dosaggio materiali %	Dosaggio miscela %	Per 1 tonnellata Kg
Sabbia f. 0-4	43.2%	41.3%	0.825
Pietrisco 2-6.3	14.1%	13.5%	0.269
Pietrisco 6.3-12.5	16.0%	15.3%	0.306
Pietrisco 10-20	20.7%	19.8%	0.395
Pietrisco 16-22	0.0%	0.0%	0.000
Gran. di CB vagliato	0.0%	0.0%	0.000
Filler di apporto	6.0%	5.7%	0.115
Totale aggregati	100.0%	95.5%	1.910
Bitume aggiunto	4.70%	4.49%	0.090
Totale	104.7%	100.0%	2.000

Tabella 25: dosaggio materiali utilizzato

La distribuzione granulometrica conseguente fa riferimento a una miscela AC16 per strati di binder mostrata in Figura 52.

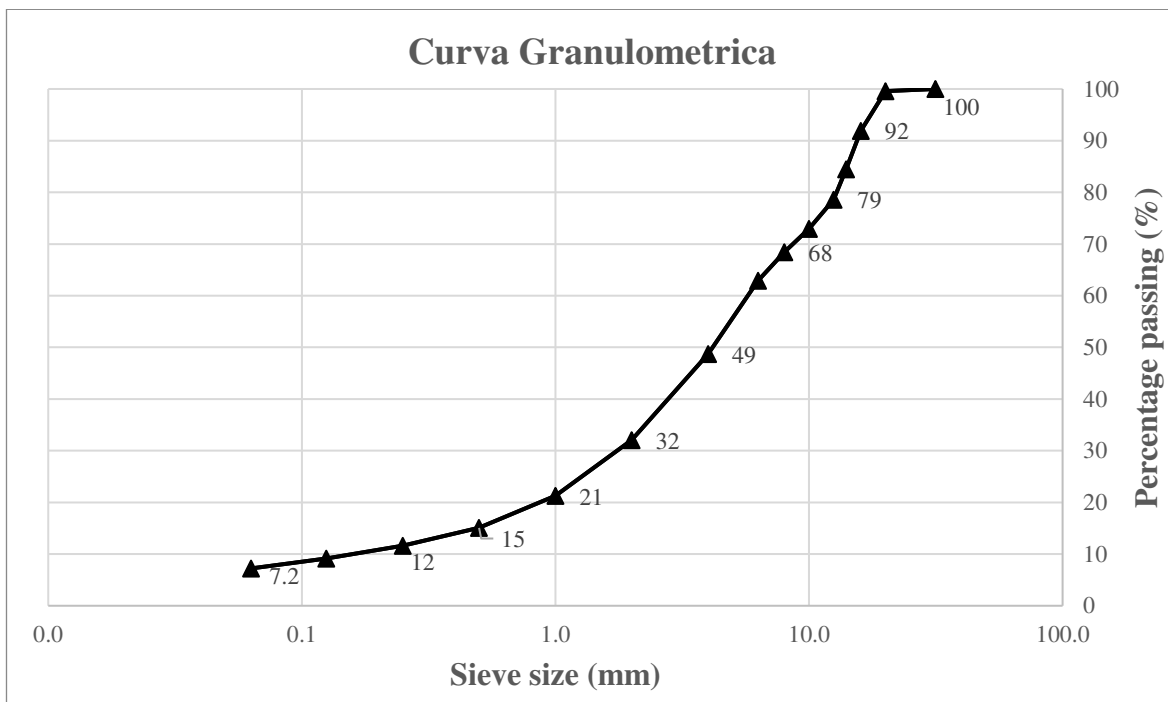


Figura 52: distribuzione granulometrica;

4.1.2 Leganti bitumosi

Le quattro miscele in esame si differenziano sostanzialmente nel bitume utilizzato. In questa sperimentazione sono stati impiegati quattro diversi bitumi, tutti caratterizzati precedentemente tramite Monotonic Torsional Loading (MTL). Sono stati testati due ulteriori bitumi in aggiunta a quelli presentati nei seguenti capitoli.

Di seguito vengono specificati i leganti bituminosi oggetto di studio:

- Bitume A: bitume tal quale 50/70, caratterizzato reologicamente in questo elaborato di tesi;
- Bitume B: bitume tal quale 50/70, caratterizzato con MTL in precedenti elaborati di tesi;
- Bitume C: bitume modificato con polimero, caratterizzato in questo elaborato di tesi;
- Bitume D: bitume modificato con polimero, caratterizzato con MTL in precedenti elaborati di tesi.

Lo scopo di estendere il numero di materiali utilizzati è quello di verificare e confrontare tra loro miscele che, per nomenclatura, contengono lo stesso tipo di bitume. Infatti, si vuole dimostrare che bitumi con stessa nomenclatura si comportano in modo differente: questa discrepanza non è intuibile tramite prove tradizionali ma è visualizzabile sulla base dei risultati MTL.

Viene allegata la caratterizzazione reologica dei quattro bitumi.

Bitume	low PG	Ts (°C)	Tm (°C)	Tcr (°C)
A	-22	-14.0	-13.1	-12.0
B	-16	-14.1	-10.7	-6.0
C	-22	-18.7	-17.7	-18.0
D	-16	-18.4	-9.0	-19.0

Tabella 26: caratterizzazione reologica dei quattro bitumi;

Dalla tabella sovrastante, si evince una grande variabilità in termini di comportamento: si può notare che bitumi con lo stesso low PG presentano temperature critiche notevolmente diverse. L'obiettivo, dunque, è testare delle miscele contenenti questi leganti e verificare se anche per la scala delle miscele sussistono tali discrepanze.

Dato che il successivo confronto avviene basandosi sull'indice di fragilità I_B , vengono allegati per ogni bitume i diagrammi I_B vs Temperatura.

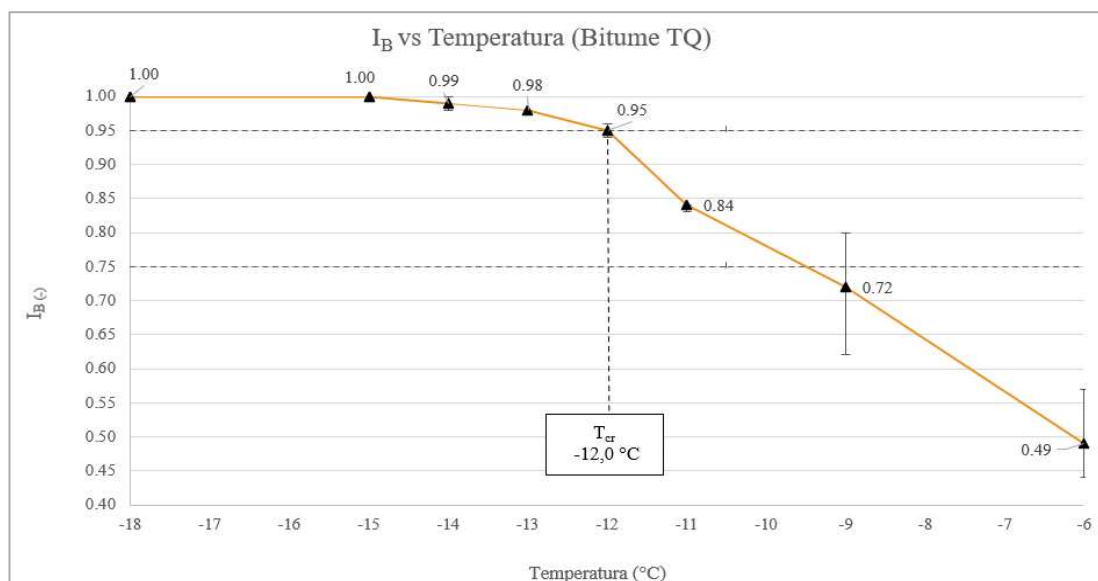


Figura 53: I_B vs Temperatura BITUME A

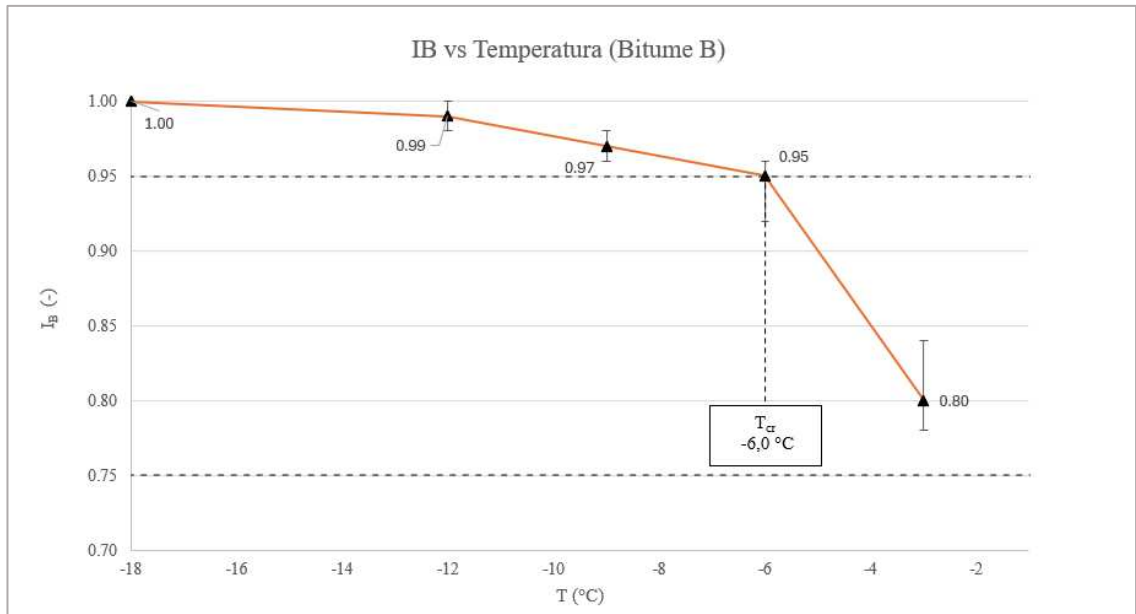


Figura 54: I_B vs Temperatura BITUME B

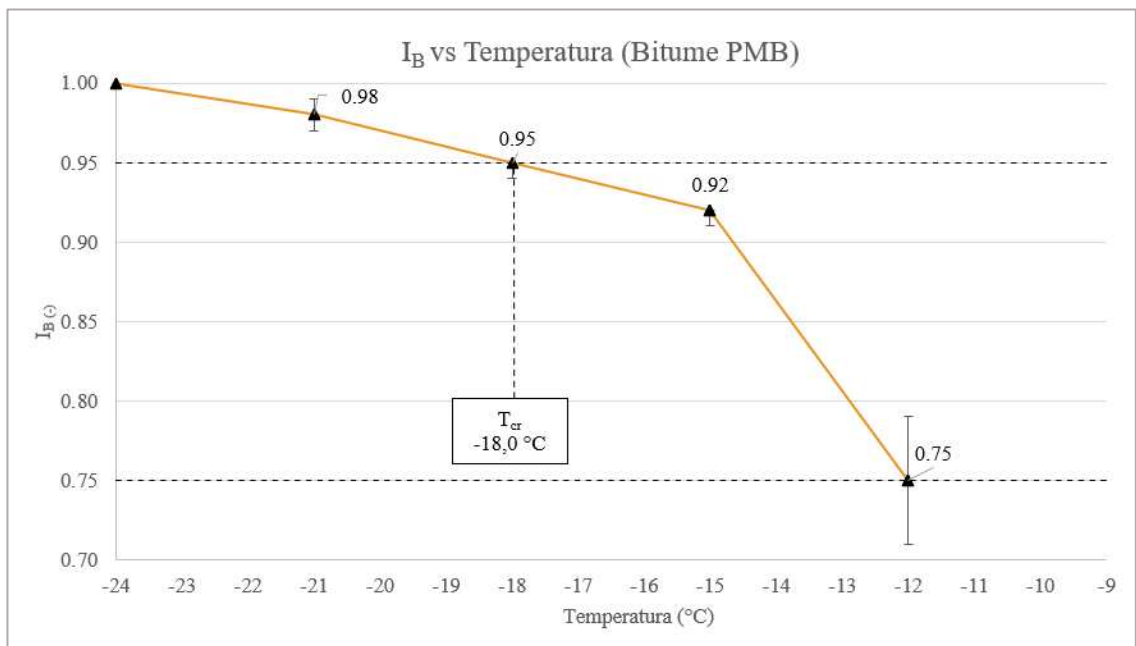


Figura 55: I_B vs Temperatura BITUME C

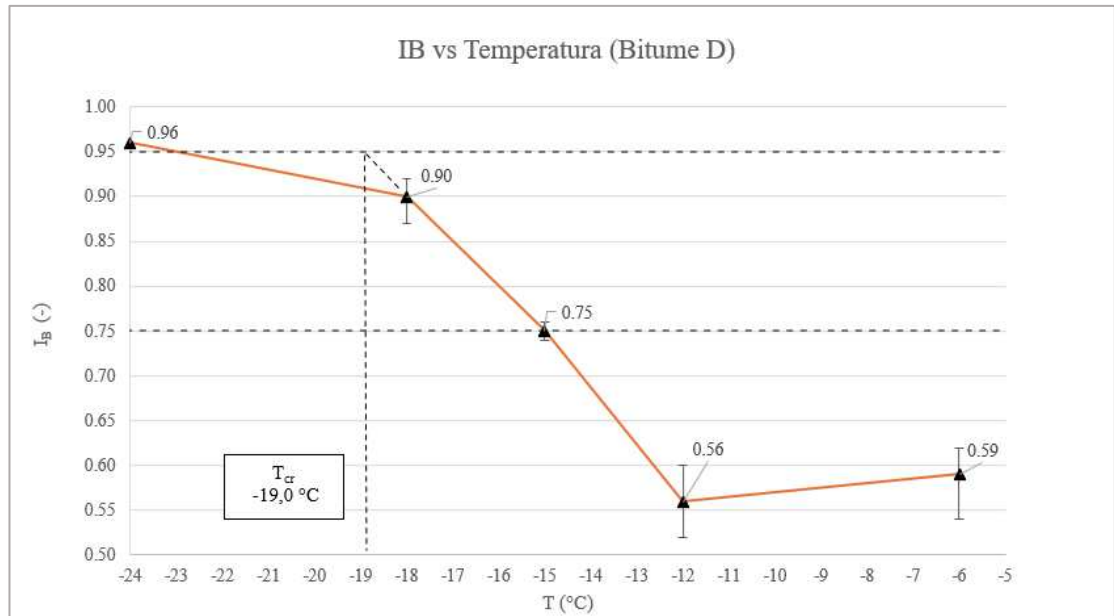


Figura 56: I_B vs Temperatura BITUME D

4.1.3 Miscela bituminose

In conclusione, le suddette quattro miscele si differenziano solo per il legante bituminoso, e sono state nominate come segue:

- Miscela A: contenente bitume A tal quale;
- Miscela B: contenente bitume B tal quale;
- Miscela C: contenente bitume C modificato con polimero;
- Miscela D: contenente bitume D modificato con polimero.

4.2 Preparazione dei campioni

In questo paragrafo, viene sintetizzato l'intero processo di preparazione dei provini semicircolari utilizzati nei test SCB. Nello specifico, le fasi perseguite sono le seguenti:

- Miscelazione;
- Valutazione della Massima massa volumica teorica (MMVT);
- Compattazione mediante pressa a taglio giratoria;
- Valutazione del contenuto di vuoti;
- Taglio e preparazione del “notch”;
- Condizionamento.

4.2.1 Miscelazione

Le quattro miscele sono state eseguite con miscelatore BBMAX 80 raffigurato in foto.



Figura 57: miscelatore automatico utilizzato

Gli aggregati sono stati pesati nelle giuste quantità, divisi in teglie ed essiccati in forno a 110° per una notte, in modo tale da diminuire al minimo il contenuto di acqua/umidità al loro interno. Il bitume è stato riscaldato a 160 °C il tempo necessario affinché diventi idoneo per la miscelazione.

In totale, per ogni miscela sono stati utilizzati 25 kg di materiale, così divisi:

Classe	Quantità (Kg)
Sabbia f. 0-4	10.32
Pietrisco 2-6.3	3.37
Pietrisco 6.3-12.5	3.82
Pietrisco 10-20	4.94
Filler di apporto	1.43
Totale aggregati	23.88
Bitume aggiunto	1.12
Totale	25.00

Tabella 27: quantità di classi granulometriche utilizzate;

Le fasi della miscelazione, eseguita alla Temperatura di 165 °C, seguono pedissequamente la norma BS EN 12697-35, e sono le seguenti:

- Inserire gli aggregati dal più grande al più fine (senza filler) e miscelare per 30 secondi a bassa velocità;
- Versare 1/3 del bitume e miscelare per 30 secondi a bassa velocità;
- Versare 1/3 del bitume e ½ del filler e miscelare per 30 secondi a bassa velocità;
- Versare 1/3 del bitume e ½ del filler e miscelare per 3 minuti a bassa velocità;
- Miscelare 1 minuto ad alta velocità;

Al termine della miscelazione, il conglomerato bituminoso è stato diviso in sacchi da circa 6 kg l'uno.



Figura 58: Prelievo della miscela;

4.2.2 Determinazione massima massa volumica teorica (MMVT)

L'obiettivo è ottenere, per ogni miscela, campioni di diametro 150 mm, con la stessa altezza (140 mm) e con lo stesso quantitativo di vuoti, all'incirca il 5% di vuoti reali. Per valutare il quantitativo di miscela da utilizzare, è necessario valutare la massima massa volumica teorica di ogni miscela. Per fare ciò, innanzitutto bisogna prendere in considerazione un quantitativo di materiale omogeneo. La norma perseguita in questa fase è la BS EN 12697-28.

Viene pesato circa un kg di miscela sciolta. Inizialmente vi è una fase di sgranamento, ovvero l'operatore separa nel più breve tempo possibile eventuali aggregati uniti per ottenere un campione di materiale quanto più sciolto possibile (figura 59).



Figura 59: fase di sgranamento;

Successivamente, vi è una fase di “omogeneizzazione della miscela”. L'operatore, con una spatola, forma un cumulo conico (figura 60) depositando il materiale volta per volta sulla sommità del cono. In tal modo, il materiale viene uniformemente distribuito lungo i lati del cono. Curarsi di spingere verso il bordo del cumulo eventuali pezzi più grandi di aggregato che potrebbero disperdersi intorno alla base. Questa operazione viene ripetuta tre volte.



Figura 60: formazione del cumulo conico

In seguito, si appiattisce delicatamente il terzo cono ottenuto, e si “quarta” il materiale (fig. 61), ovvero si divide il materiale in quattro spicchi uguali e sostanzialmente omogenei.

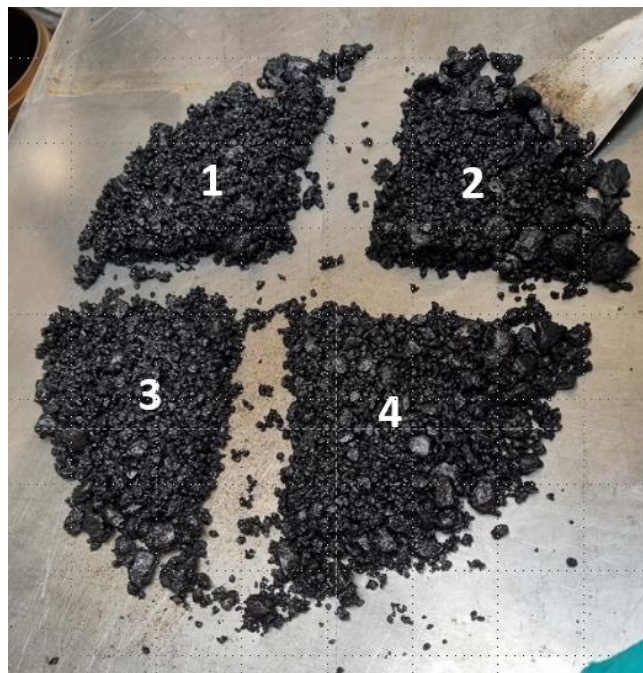


Figura 61: materiale quartato

A questo punto, si ottengono due campioni di materiale prendendo gli spicchi a due a due (dalla foto sovrastante, unendo spicchio 1 con 4, unendo spicchio 2 con 3).

Questi due “campioni sciolti” di materiale vengono usati per la determinazione della MMVT, secondo la norma BS EN 12697-5.

Per fare ciò, si utilizzano due picnometri con tappo (con volume e peso valutati precedentemente). Inizialmente, si ripone all'interno del picnometro il materiale sciolto e si pesa. Viene poi inserita dell'acqua distillata e si misura la temperatura. Per eliminare il più possibile l'aria all'interno del campione, il sistema viene sottoposto a degasaggio per circa 30 minuti.



Figura 62: picnometri utilizzati;

Successivamente, si riempie di acqua distillata fino all'orlo del tappo, creando il cosiddetto "menisco", e si effettua il peso su bilancia. Questa procedura si effettua per due diversi campioni dello stesso materiale: la massima massa volumica teorica sarà il valore medio dei due risultati.

Per determinare la MMVT si utilizza la seguente equazione:

$$\rho_{MMVT} = \frac{m_2 - m_1}{V_{pyk} - \frac{m_3 - m_2}{\rho_w}}$$

Dove:

- ρ_{MMVT} è la massima massa volumica teorica in g/cm^3 ;
- m_1 è la massa del solo picnometro con tappo;
- m_2 è la massa del picnometro con tappo con materiale al suo interno;

- m_3 è la massa del picnometro con tappo con al suo interno materiale e acqua distillata e degassata fino all'orlo;
- V_{pyk} è il volume del picnometro;
- ρ_w è la densità dell'acqua, calcolata come segue in funzione della temperatura t :

$$\rho_w = 1,00025205 + \left(\frac{7,59 \times t - 5,32 \times t^2}{10^6} \right)$$

Come detto in precedenza, per ogni miscela si effettuano due misurazioni. La norma specifica che, per considerare il procedimento valido, le due misurazioni non devono differire di una certa quantità. Nello specifico, viene richiesto:

- Deviazione standard dei due risultati inferiore a $0,004 \text{ Mg/m}^3$;
- Ripetibilità, ovvero la differenza tra le due misure di ρ_{MMVT} inferiore a $0,011 \text{ Mg/m}^3$.

Nel caso in cui queste due condizioni siano rispettate, la MMVT sarà il valore medio dei due risultati. Altrimenti, la prova va ripetuta.

Nel caso in esame, si riporta la massima massa volumica teorica della miscela A.

MISURAZIONE 1			MISURAZIONE 2		
T	21.0	°C	T	21.9	°C
ρ_w	0.998	Mg/m^3	ρ_w	0.998	Mg/m^3
m_1	917.0	g	m_1	889.2	g
m_2	1688.6	g	m_2	1692.5	g
m_3	2731.0	g	m_3	2682.3	g
V_{pyk}	0.001348089	m^3	V_{pyk}	0.00130872	m^3
ρ_{MMVT}	2.541	g/cm^3	ρ_{MMVT}	2.536	g/cm^3

MISCELA A		
ANALISI STATISTICA		
ρ_{MMVT}	2.538	g/cm^3
dev.standard	0.0037	g/cm^3
ripetibilità	0.005	g/cm^3

Tabella 28: massima massa volumica teorica per la miscela A;

Le verifiche sono soddisfatte, quindi la MMVT è $2,538 \text{ g/cm}^3$.

Per ottenere, come detto in precedenza, un provino di diametro 150 mm, altezza 140 mm e vuoti reali di circa 5% (impostando quindi un target di vuoti geometrici di 7%), conoscendo la MMVT della miscela, si calcola la massa da utilizzare per il singolo campione (tabella 29).

Dprovino	150	mm
hprovino	140	mm
Vprovino	2474	cm ³
% vuoti	7.00	%
% conglomerato	93.00	%
massa provino	5840.16	g

Tabella 29: quantità di miscela per un singolo provino (miscela A)

I risultati relativi alle altre miscele sono riportati in ALLEGATO 2.

4.2.3 Compattazione

Una volta stabilito il quantitativo di conglomerato bituminoso da assegnare per ogni provino, è stata eseguita la compattazione con pressa a taglio giratoria (in figura 63), seguendo la norma UNI EN 12697-31.



Figura 63: Pressa a taglio giratoria

Il programma sperimentale prevede la compattazione di 12 provini, 3 per miscela. Come detto in precedenza, i provini avranno diametro 150 mm, altezza 140 mm e percentuale dei vuoti circa 5 %.

Le fasi seguite per la compattazione dei provini sono le seguenti:

- Condizionamento termico della miscela (a 160° C) e della fustella con piatto superiore e inferiore (a 180 °C);
- Quando sufficientemente riscaldato, inserire celermente la giusta quantità di miscela nella fustella e reinserire tutto in forno a 160 °C;
- Attendere che il materiale al cuore nella fustella raggiunga la temperatura di 150 °C;
- Una volta raggiunta, inserire filtro e piatto superiore e velocemente iniziare il test.

Essendo una compattazione ad altezza fissata, si è optato per una compattazione ad altezza e non a numero di giri: per tale ragione, le diverse miscele hanno raggiunto l'altezza di 140 mm con un numero di giri mediamente differente.

Terminato il test, i campioni sono stati estratti dalla fustella, capovolti e lasciati condizionare a temperatura ambiente per un giorno.



Figura 64: campioni compattati di altezza 140 mm;

4.2.4 Determinazione della densità satura a superficie asciutta (ρ_{SSD})

Dopo aver eseguito la compattazione ed aver aspettato il tempo necessario affinché il campione sia asciutto, è stata determinata la densità satura a superficie asciutta per valutare la percentuale dei vuoti reali all'interno del provino in conglomerato. Va specificato che la percentuale dei vuoti risultata in questa fase è riferita al campione alto 140 mm. Da questo campione, si otterranno quattro provini SCB i cui vuoti verranno successivamente analizzati. Per determinare la ρ_{SSD} e, dunque, i vuoti d'aria presenti, si segue la norma BS EN 12697-6, che fornisce la seguente metodologia:

- Il campione asciutto viene pesato (massa denominata m_1);
- Si immerge il campione in acqua (a temperatura nota) per un'ora, scuotendolo ogni dieci minuti per consentire ad eventuali bolle di fuoriuscire;
- Si pesa il campione immerso in acqua con una bilancia (massa denominata m_2);
- Si estrae il campione dall'acqua, velocemente viene asciugato solo superficialmente con un panno in camoscio umido e viene pesato (massa denominata m_3);

Al termine di queste fasi (raffigurate in fig. 65), la ρ_{SSD} viene valutata con la seguente formula:

$$\rho_{SSD} = \frac{m_1}{m_3 - m_2} \times \rho_w$$

Dove ρ_w è la densità dell'acqua.



Figura 65: 1) peso del campione asciutto; 2) immersione del provino; 3) pesata in acqua; 4) fase di asciugamento del provino mediante panno in camoscio;

Nella tabella seguente, vengono riportati i risultati ottenuti sui 12 campioni compattati.

Specimen Code	M ₁ [g]	M ₂ [g]	M ₃ [g]	T [°C]	ρ _w [Mg/m ³]	ρ _{SSD} [Mg/m ³]	v [%]	
A1	5835.6	3426.9	5847.1	20.6	0.9982	2.407	5.18%	5.2%
A2	5833.9	3429.2	5844.9	20.6	0.9982	2.411	5.03%	
A3	4718.3	2774.5	4735.2	20.8	0.9981	2.402	5.37%	
B1	5869.8	3475.2	5895.7	20.6	0.9982	2.421	5.24%	5.2%
B2	5868.9	3472.6	5893.9	20.7	0.9981	2.419	5.29%	
B3	5871.7	3470.8	5889.5	20.7	0.9981	2.423	5.14%	
C1	5819.6	3432.0	5847.0	20.7	0.9981	2.405	5.03%	5.0%
C2	5810.3	3421.9	5832.0	20.6	0.9982	2.406	4.99%	
C3	5814.9	3422.9	5837.6	20.6	0.9982	2.404	5.09%	
D1	5887.0	3495.6	5910.8	20.6	0.9982	2.433	4.99%	4.9%
D2	5880.6	3498.0	5907.2	20.8	0.9981	2.436	4.86%	
D3	5885.7	3497.4	5911.7	20.8	0.9981	2.433	4.98%	

Tabella 30: densità saturata a superficie asciutta campioni compattati;

Si può notare che, mediamente, tutte i campioni hanno una percentuale dei vuoti di circa il 5%.

4.2.5 Taglio dei campioni

Come detto in precedenza, dai campioni compattati a 140 mm di altezza si ottengono 4 campioni SCB. I tagli sono stati eseguiti con una sega circolare professionale con lama spessa circa 3 mm, raffigurata di seguito.



Figura 66: Lama circolare utilizzata per i tagli;

Lo schema dei tagli eseguiti è il seguente:

- Taglio di 15 mm la parte superiore (ottengo un'altezza di 122 mm);
- Taglio di 15 mm la parte inferiore (ottengo un'altezza di 104 mm);
- Taglio esattamente a metà il campione rimanente, ottenendo due cilindri di altezza circa 50 mm l'uno;
- Ogni cilindro viene tagliato lungo il diametro, ottenendo due campioni semicircolari di spessore 50 mm e altezza 75 mm circa;

Una rappresentazione schematica è allegata in figura.

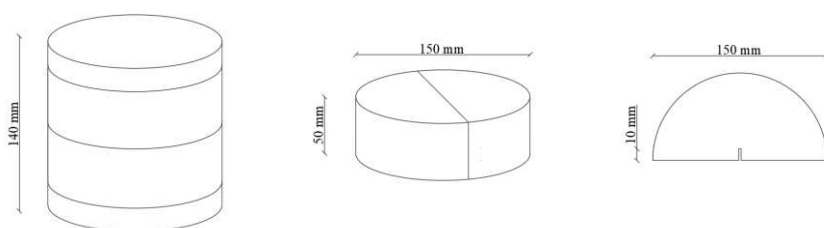


Figura 67: Rappresentazione schematica dei tagli eseguiti;

Infine, utilizzando un'altra lama circolare apposita. Si esegue l'intaglio centrale in ogni campione semicircolare (figura 68)



Figura 68: sx) formazione dell'intaglio; dx) campione SCB completato;

In totale, sono stati realizzati 48 campioni SCB, 12 per ogni miscela. Per riconoscere ogni provino, è stato assegnato ad ognuno un codice alfanumerico così composto:

- Il primo termine è una lettera che specifica la miscela di appartenenza (A, B, C, D);
- Il secondo termine è un numero che identifica da quale provino compattato di 140 mm (1, 2, 3) è stato tagliato il campione SCB;
- Il terzo termine è una lettera (B per Bottom, T per Top) e specifica se il campione SCB è stato tagliato dalla parte inferiore o superiore del provino compattato;
- Il quarto termine è un numero (1 o 2), inserito semplicemente perché da ogni cilindro si ottengono due campioni semicircolari differenti.

Ad esempio, il campione A1T1 è un campione SCB composto dalla miscela A, ricavato dal provino compattato numero 1. T sta a significare che il provino è ottenuto dalla parte superiore del provino compattato. L'ultima cifra è forfettaria e identifica quale sia tra i due campioni semicircolari tagliati.

Utilizzando tali codici, è stato possibile organizzare la sperimentazione. In figura 69, tutti i provini ricavati.



Figura 69: i 48 provini SCB;

4.2.6 Valutazione dei vuoti campioni SCB

L'ultima fase prima dell'esecuzione dei test è la determinazione del contenuto dei vuoti dei campioni SCB. Questa analisi si effettua per considerare la variabile dei vuoti nei successivi risultati delle prove ed eventualmente eliminare dei dati

anomali probabilmente dovuti ad una percentuale dei vuoti anormale. La procedura perseguita è la medesima spiegata in precedenza, seguendo la norma BS EN 12697-6. In tabella 31, vengono riportati tutti i risultati.

Specimen Code	M ₁ [g]	M ₂ [g]	M ₃ [g]	T [°C]	ρ _w [Mg/m ³]	ρSSD [Mg/m ³]	v [%]	
A1B1	985.5	583.4	987.6	20.7	0.9981	2.434	4.1%	
A1B2	1035.1	613.9	1038.1	20.7	0.9981	2.436	4.0%	
A1T1	1033.2	608.2	1038.2	20.7	0.9981	2.398	5.5%	
A1T2	1021.9	602.7	1026.1	20.7	0.9981	2.409	5.1%	
A2B1	998.1	591.9	1001.6	20.7	0.9981	2.432	4.2%	
A2B2	990.9	585.9	995.1	20.7	0.9981	2.417	4.8%	
A2T1	1018.4	605.7	1021.9	20.7	0.9981	2.442	3.8%	
A2T2	1002.6	593.4	1006.4	20.7	0.9981	2.423	4.5%	
A3B1	931.8	547.1	936.0	20.4	0.9982	2.392	5.8%	
A3B2	1028.3	608.8	1033.1	20.4	0.9982	2.419	4.7%	
A3T1	1036.7	613.2	1039.8	20.4	0.9982	2.426	4.4%	
A3T2	1050.6	621.5	1054.2	20.4	0.9982	2.424	4.5%	
B1B1	1088.7	645.6	1093.3	20.7	0.9981	2.427	5.0%	
B1B2	1080.7	646.3	1087.4	20.7	0.9981	2.445	4.3%	
B1T1	1049.9	628.0	1054.8	20.8	0.9981	2.455	3.9%	
B1T2	1007.5	598.2	1011.8	20.8	0.9981	2.431	4.8%	
B2B1	1074.0	641.5	1079.4	20.8	0.9981	2.448	4.2%	
B2B2	1093.2	649.2	1098.2	20.8	0.9981	2.430	4.9%	
B2T1	1074.6	634.3	1079.8	20.8	0.9981	2.408	5.8%	
B2T2	1076.1	639.2	1080.8	20.8	0.9981	2.432	4.8%	
B3B1	1082.7	646.3	1086.5	20.8	0.9981	2.455	3.9%	
B3B2	1115.5	666.2	1119.2	20.8	0.9981	2.458	3.8%	
B3T1	1057.4	628.2	1061.7	20.8	0.9981	2.435	4.7%	
B3T2	1044.7	619.3	1049.3	20.8	0.9981	2.425	5.1%	
C1B1	1062.6	627.6	1066.9	20.9	0.9981	2.414	4.7%	
C1B2	1080.6	643.1	1086.7	20.9	0.9981	2.431	4.0%	
C1T1	1028.0	607.4	1032.7	20.9	0.9981	2.412	4.7%	
C1T2	1068.4	631.8	1074.4	20.9	0.9981	2.409	4.9%	
C2B1	1014.6	603.0	1018.8	20.9	0.9981	2.435	3.8%	
C2B2	987.2	582.6	990.6	20.9	0.9981	2.415	4.6%	
C2T1	1029.5	608.6	1033.4	20.9	0.9981	2.419	4.5%	
C2T2	997.1	585.3	1001.0	20.9	0.9981	2.394	5.5%	
C3B1	1005.5	595.9	1009.0	20.9	0.9981	2.429	4.1%	
C3B2	985.7	581.9	988.6	20.9	0.9981	2.419	4.5%	
C3T1	1040.3	612.2	1043.5	20.9	0.9981	2.407	4.9%	
C3T2	1050.8	624.8	1054.3	20.9	0.9981	2.442	3.6%	
D1B1	1057.3	630.7	1060.8	20.9	0.9981	2.454	4.2%	
D1B2	1041.6	622.1	1045.0	20.9	0.9981	2.458	4.0%	
D1T1	1062.0	630.5	1064.7	20.9	0.9981	2.441	4.7%	
D1T2	1016.3	604.5	1019.4	20.9	0.9981	2.445	4.5%	
D2B1	977.5	585.1	980.1	20.9	0.9981	2.470	3.5%	
D2B2	971.8	579.8	975.3	20.9	0.9981	2.452	4.2%	
D2T1	1050.5	629.3	1053.1	20.9	0.9981	2.474	3.4%	
D2T2	1047.7	625.2	1050.9	20.9	0.9981	2.456	4.1%	
D3B1	1045.9	627.6	1048.5	20.3	0.9982	2.480	3.1%	
D3B2	1074.8	639.9	1077.2	20.3	0.9982	2.453	4.2%	
D3T1	1075.8	640.9	1079.3	20.3	0.9982	2.450	4.3%	
D3T2	1039.2	618.4	1042.0	20.3	0.9982	2.449	4.4%	

Tabella 31: percentuale di vuoti d'aria nei provini SCB;

Si può notare una certa variabilità tra i provini in termini di contenuto di vuoti. Prima di eseguire il test, i campioni sono stati condizionati alla temperatura di 25 °C per una settimana all'interno di una cella di condizionamento (in figura 70).



Figura 70: Campioni in cella di condizionamento

4.3 Test SCB

A valle della preparazione dei provini e terminato il periodo di condizionamento necessario, si è finalmente eseguito il Semi Circular Bending Test.

4.3.1 Programmazione dei test

In questa fase si sono scelte le temperature da testare per ogni miscela: essendo lo scopo ultimo di questo elaborato il confronto tra risultati del test SCB sulle miscele con il test MTL sui soli leganti bituminosi, si è optato per testare temperature in linea con quelle precedentemente indagate al Dynamic Shear Rheometer. In particolare:

- Ogni miscela è stata testata in quattro diverse temperature, con tre ripetizioni a temperatura;
- Tutte le miscele sono testate a 0 °C, temperatura consigliata da norma, per avere un confronto tra le miscele anche a temperature non eccessivamente rigide;
- Le miscele contenenti bitumi tal quali (A, B) sono state testate alle temperature di -6°C, -12°C, -18°C;

- Le miscele contenenti bitumi modificati (C, D) sono state testate alle temperature di -12°C, -18°C, -24°C;

Si è optato per un gap di 6 °C tra le temperature di prova per estendere il campo di ricerca. Si può notare come, per le miscele contenenti bitume modificato, si è scelto di indagare temperature più rigide, in linea coi risultati ottenuti nella caratterizzazione reologica.

Un ulteriore step consiste nell’assegnare i provini da testare ad ogni temperatura. Dato il processo di produzione precedentemente illustrato, i provini SCB presentano diverse variabili (percentuale di vuoti d’aria, dimensioni geometriche, eventuali differenze granulometriche). Si vuole quindi distribuire equamente i campioni al fine di ottenere un dataset quanto più “statisticamente” equilibrato. In tal senso, si è scelto di dividere, per ogni miscela, i campioni in 3 classi differenti in funzione del numero di vuoti (alta percentuale, media percentuale, bassa percentuale). Un esempio, relativo alla miscela A, è raffigurato in tabella.

Specimen Code	M ₁ [g]	M ₂ [g]	M ₃ [g]	T [°C]	ρ _w [Mg/m ³]	ρ _{SSD} [Mg/m ³]	v [%]	
A1B1	985.5	583.4	987.6	20.7	0.9981	2.434	4.1%	
A1B2	1035.1	613.9	1038.1	20.7	0.9981	2.436	4.0%	
A1T1	1033.2	608.2	1038.2	20.7	0.9981	2.398	5.5%	
A1T2	1021.9	602.7	1026.1	20.7	0.9981	2.409	5.1%	
A2B1	998.1	591.9	1001.6	20.7	0.9981	2.432	4.2%	
A2B2	990.9	585.9	995.1	20.7	0.9981	2.417	4.8%	
A2T1	1018.4	605.7	1021.9	20.7	0.9981	2.442	3.8%	
A2T2	1002.6	593.4	1006.4	20.7	0.9981	2.423	4.5%	
A3B1	931.8	547.1	936.0	20.4	0.9982	2.392	5.8%	
A3B2	1028.3	608.8	1033.1	20.4	0.9982	2.419	4.7%	
A3T1	1036.7	613.2	1039.8	20.4	0.9982	2.426	4.4%	
A3T2	1050.6	621.5	1054.2	20.4	0.9982	2.424	4.5%	

Tabella 32: Percentuale dei vuoti nei provini della miscela A;

Le barre colorate adiacenti alla tabella identificano tre range di percentuale dei vuoti, con quattro provini ciascuno (chiaro per provini con percentuale minore di 4,2%, intermedio per provini con percentuale compresa tra 4,2% e 4,8%, scuro per provini con percentuale maggiore di 4,8%). Essendo quattro le temperature da testare ed essendo quattro i provini contenuti in ogni range, si sceglie semplicemente di assegnarne uno per ogni temperatura. In tal modo, ad ogni temperatura performata verranno assegnati tre provini con tre percentuali di vuoti differenti, rendendo il dataset il più equilibrato possibile. Questa operazione è stata

condotta per ogni miscela e la distribuzione finale utilizzata è allegata nella tabella sottostante (tab. 33).

		TEMPERATURA (°C)				
		0	-6	-12	-18	-24
A	A2B1	A1B1	A1B2	A2T1	-	
	A1T2	A3B1	A2B2	A1T1	-	
	A3B2	A2T2	A3T1	A3T2	-	
B	B2B2	B2T1	B1B1	B3T2	-	
	B1T2	B3T1	B2T2	B1B2	-	
	B3B2	B1T1	B3B1	B2B1	-	
C	C1T2	-	C3T1	C2T2	C1B1	
	C3T2	-	C2B1	C3B1	C1B2	
	C2B2	-	C1T1	C2T1	C3B2	
D	D3B2	-	D2B2	D1B1	D2T2	
	D2B1	-	D3B1	D2T1	D1B2	
	D1T2	-	D1T1	D3T1	D3T2	

Tabella 33:Assegnazione dei provini;

4.3.2 Modalità di prova

Terminata la fase di programmazione e organizzazione, si è dato il via ai test. La macchina utilizzata è una UTM-30. La prova segue pedissequamente la norma BS EN 12697-44 descritta in precedenza. Tuttavia, vengono elencati i punti salienti:

- Il campione è condizionato alla temperatura di prova per un minimo di 4 ore all'interno di una cella climatica;
- Il provino viene rimosso dalla cella e celermente viene posizionato nell'apposita base (figura 71), curandosi che sia posto centralmente e che le piastrine in acciaio siano ben posizionate sui punti di contatto coi rulli;
- Il pistone scende fino a contatto con la base superiore, dunque viene applicato un pre -carico pari a 45 N;
- Inizia il test in controllo di spostamento con un gradiente di 5 mm/min;
- Il test termina quando, dopo la rottura del provino, il carico scende fino all'1% del carico massimo raggiunto oppure al di sotto di 100 N;
- Si valuta se la rottura del provino sia congrua con la normativa (figura 71);



Figura 71: sx) campione in posizione; dx) campione rotto (rottura valida);

Nel capitolo successivo verrà presentata l'analisi dei risultati.

4.4 Analisi dei risultati

Come ampiamente spiegato in precedenza, lo scopo di questo elaborato di tesi è ricercare una correlazione tra test MTL e test SCB. Più precisamente, si investiga sul confronto tra il parametro di fragilità I_B ottenuto testando il solo bitume con altri parametri di frattura ottenibili tramite Semi Circular Bending test su campioni di conglomerato bituminoso. In questo lavoro, sono stati valutati tre diversi parametri:

- Energia di frattura G_f ;
- Cracking Resistance Index (CRI);
- Tenacità a frattura K_{Ic} ;

Queste tre metriche sono state introdotte e spiegate in capitoli precedenti.

Dunque, questi valori sono stati calcolati per ogni prova eseguita e sono stati inseriti in una tabella che sintetizza tutti i risultati in funzione della miscela e della temperatura di prova. Ogni riga della suddetta tabella corrisponde ad una prova SCB e presenta:

- Miscela testata;
- Codice alfanumerico del provino;
- Percentuale di vuoti d'aria del provino;
- Numero di ripetizione;
- Temperatura del test;
- Peak Load (kN), ovvero il carico di picco raggiunto nel grafico Forza-spostamento;
- Deformation at Peak Load (mm), ovvero lo spostamento corrispondente al picco;
- Fracture Work (J), ovvero l'aria sottesa alla curva nel grafico Forza-spostamento;
- Energia di frattura G_f (J/m^2);
- Cracking Resistance Index (CRI);
- Tenacità a frattura K_{Ic} ($N/mm^{-1.5}$);

Per i tre parametri di riferimento, sono stati calcolati i valori medi delle tre ripetizioni ad ogni temperatura. Viene riportata la tabella per la miscela A:

Mix	Provino	v %	REP	Temperatura °C	Peak Load kN	Deformation at Peak Load [mm]	Fracture Work J	Fracture Energy J/m2	Kic N/mm1,5	CRI	Average GF J/m2	Average Kic N/mm1,5	Average CRI
A	A1T2	5.1%	1	0 °C	8.94	0.57	2.37	729.2	31.95	81.5	736.9	31.6	83.4
A	A2B1	4.2%	2		9.03	0.51	2.32	714.5	32.25	79.2			
A	A3B2	4.7%	3		8.57	0.60	2.49	766.9	30.61	89.5			
A	A1B1	4.1%	1	-6 °C	7.93	1.25	4.12	1266.9	28.35	159.7	755.1	28.1	95.7
A	A2T2	4.5%	2		8.28	0.57	1.70	523.1	29.58	63.2			
A	A3B1	5.8%	3		7.39	0.52	1.54	475.2	26.39	64.3			
A	A1B2	4.0%	1	-12 °C	10.64	0.50	2.38	731.8	38.01	68.8	683.0	35.2	69.3
A	A2B2	4.8%	2		9.21	0.54	1.97	605.1	32.92	65.7			
A	A3T1	4.4%	3		9.71	0.55	2.31	712.1	34.69	73.3			
A	A1T1	5.5%	1	-18 °C	8.66	0.61	1.81	557.2	30.94	64.3	512.8	29.8	61.3
A	A2T1	3.8%	2		8.33	0.65	1.76	542.7	29.77	65.1			
A	A3T2	4.5%	3		8.04	0.47	1.42	438.4	28.72	54.5			

Tabella 34: Risultati test SCB miscela A

In questa tabella sono, quindi sintetizzati tutti i risultati. Il prossimo step consiste nel filtrare il dataset ed eliminare degli “outliers” che potrebbero compromettere l’intera analisi. Generalmente, sono state escluse dall’analisi quelle prove con risultati totalmente in disaccordo con le altre ripetizioni alla stessa temperatura, oppure prove che hanno interessato campioni difettosi (granulometria evidentemente falsata, direzione della fessura al di fuori del range stabilito dalla normativa). Viene riportata in allegato la tabella finale depurata dai risultati outliers per tutte e quattro le miscele.

Mix	Provino	v %	REP	Temperatura °C	Peak Load kN	Deformation at Peak Load [mm]	Fracture Work J	Fracture Energy J/m2	Kic N/mm1,5	CRI	Average GF J/m2	Average Kic N/mm1,5	Average CRI
A	A1T2	5.1%	1	0 °C	8.94	0.57	2.37	729.2	31.95	81.5	736.9	31.6	83.4
A	A2B1	4.2%	2		9.03	0.51	2.32	714.5	32.25	79.2			
A	A3B2	4.7%	3		8.57	0.60	2.49	766.9	30.61	89.5			
A	A1B1	4.1%	1	-6 °C	7.93	1.25	4.12	1266.9	28.35	159.7	755.1	28.1	95.7
A	A2T2	4.5%	2		8.28	0.57	1.70	523.1	29.58	63.2			
A	A3B1	5.8%	3		7.39	0.52	1.54	475.2	26.39	64.3			
A	A1B2	4.0%	1	-12 °C	10.64	0.50	2.38	731.8	38.01	68.8	683.0	35.2	69.3
A	A2B2	4.8%	2		9.21	0.54	1.97	605.1	32.92	65.7			
A	A3T1	4.4%	3		9.71	0.55	2.31	712.1	34.69	73.3			
A	A1T1	5.5%	1	-18 °C	8.66	0.61	1.81	557.2	30.94	64.3	512.8	29.8	61.3
A	A2T1	3.8%	2		8.33	0.65	1.76	542.7	29.77	65.1			
A	A3T2	4.5%	3		8.04	0.47	1.42	438.4	28.72	54.5			
B	B1T2	4.8%	1	0 °C	10.28	0.61	2.75	845.4	36.73	82.2	819.4	34.9	84.1
B	B2B2	4.9%	2		9.23	0.54	2.58	793.3	32.98	85.9			
B	B3B2	3.8%	3		10.15	0.44	2.10	645.0	36.26	63.6			
B	B1T1	3.9%	1	-6 °C	10.15	0.44	2.10	645.0	36.26	63.6	679.6	35.6	68.2
B	B2T1	5.8%	2		9.79	0.55	2.32	714.1	34.99	72.9			
B	B3T1	4.7%	3										
B	B1B2	4.3%	1	-12 °C	10.21	0.59	2.18	670.3	36.46	65.7	682.3	36.6	66.7
B	B2T2	4.8%	2		10.26	0.47	2.26	694.2	36.65	67.7			
B	B3B1	3.9%	3										
B	B1B1	5.0%	1	-18 °C	9.99	0.53	2.14	632.0	35.68	63.3	572.2	33.2	61.5
B	B2B1	4.2%	2		9.42	0.64	1.90	577.1	33.67	61.2			
B	B3T2	5.1%	3		8.46	0.46	1.65	507.5	30.21	60.0			

Tabella 35: risultati filtrati test SCB miscela A e B;

Mix	Provino	v %	REP	Temperatura °C	Peak Load kN	Deformation at Peak Load [mm]	Fracture Work J	Fracture Energy J/m ²	K _{ic} N/mm ^{1,5}	CRI	Average GF J/m ²	Average K _{ic} N/mm ^{1,5}	Average CRI	
C	C1T2	4.9%	1	0 °C	9.55	0.52	3.32	1022.2	34.13	107.0	1072.4	34.3	111.7	
C	C2B2	4.6%	2											
C	C3T2	3.6%	3			9.64	0.96	3.65	1122.5	34.43				116.5
C	C1T1	4.7%	1	-12 °C	9.98	0.54	2.65	814.3	35.67	81.6	906.1	39.2	82.3	
C	C2B1	3.8%	2			12.11	0.58	3.48	1069.6	43.26				88.3
C	C3T1	4.9%	3			10.82	0.51	2.71	834.4	38.67				77.1
C	C2T1	4.5%	1	-18 °C	11.43	0.47	2.56	788.9	40.84	69.0	782.2	40.1	69.6	
C	C3B1	4.1%	2			11.04	0.53	2.52	775.5	39.45				70.2
C	C2T2	5.5%	3			9.07	0.46	1.74						
C	C1B1	4.7%	1	-24 °C	10.20	0.52	2.25	692.9	36.43	68.0	736.3	37.0	71.1	
C	C2B2	4.6%	2											
C	C3B2	4.5%	3			10.49	0.66	2.53	779.7	37.49				74.3
D	D1T2	4.5%	1	0 °C	8.81	0.61	3.48	1069.6	31.46	121.5	1070.6	34.3	112.4	
D	D2B1	3.5%	2			8.68	0.54	2.36						
D	D3B2	4.2%	3			10.37	0.62	3.48	1071.5	37.05				103.3
D	D1T1	4.7%	1	-12 °C	12.25	0.57	3.16	973.0	43.77	79.4	862.8	37.8	81.7	
D	D2B2	4.2%	2			9.37	0.61	2.47	758.8	33.47				81.0
D	D3B1	3.1%	3			10.11	0.53	2.78	856.6	36.13				84.7
D	D1B1	4.2%	1	-18 °C	11.06	0.51	2.39	735.3	39.51	66.5	788.0	40.9	68.8	
D	D2T1	3.4%	2			11.72	0.51	2.55	784.1	41.88				66.9
D	D3T1	4.3%	3			11.54	0.69	2.74	844.5	41.23				73.2
D	D1B2	4.0%	1	-24 °C	10.81	0.57	2.61	802.5	38.61	74.2	751.1	38.2	69.9	
D	D2T2	4.1%	2			12.28	0.51	2.83	870.5	43.89				70.9
D	D3T2	4.4%	3			8.98	0.51	1.89	580.2	32.10				64.6

Tabella 36: risultati filtrati test SCB miscela C e D

Considerando i valori medi per ogni temperatura, si sintetizzano ulteriormente i dati nelle tabelle sottostanti.

	T (°C)	Average GF (J/m ²)	Average K _{ic} (N/mm ^{1,5})	Average CRI	IB (-)
A	0	736.9	31.6	83.4	-
	-6	755.1	28.1		0.49
	-12	683.0	35.2	69.3	0.95
	-18	512.8	29.8	61.3	1.00
B	0	819.4	34.9	84.1	-
	-6	679.6	35.6	68.2	0.95
	-12	682.3	36.6	66.7	0.99
	-18	572.2	33.2	61.5	1.00
C	0	1072.4	34.3	111.7	-
	-12	906.1	39.2	82.3	0.77
	-18	782.2	40.1	69.6	0.95
	-24	736.3	37.0	71.1	1.00
D	0	1070.6	34.3	112.4	-
	-12	862.8	37.8	81.7	0.56
	-18	788.0	40.9	68.8	0.90
	-24	751.1	38.2	69.9	0.96

Tabella 37: Risultati medi della sperimentazione SCB;

Si procede, dunque, ad effettuare l'analisi parametro per parametro.

4.4.1 Energia di frattura

L'energia di frattura è un parametro che indirettamente restituisce una misura di resistenza del provino in esame. G_f è direttamente proporzionale al lavoro a frattura, ovvero l'area sottesa dalla curva nel grafico Forza – Spostamento, quindi ciò implica che, a parità di condizioni al contorno, un valore più alto di energia di frattura è associato a campioni più resistenti. Si riporta, per ogni miscela, il grafico di confronto tra “Average Fracture Energy”, indice di fragilità I_B e temperatura di prova (fig. 72-75). Trattandosi di valori medi tra più ripetizioni, vengono inserite anche le barre di errore per ogni punto di misurazione.

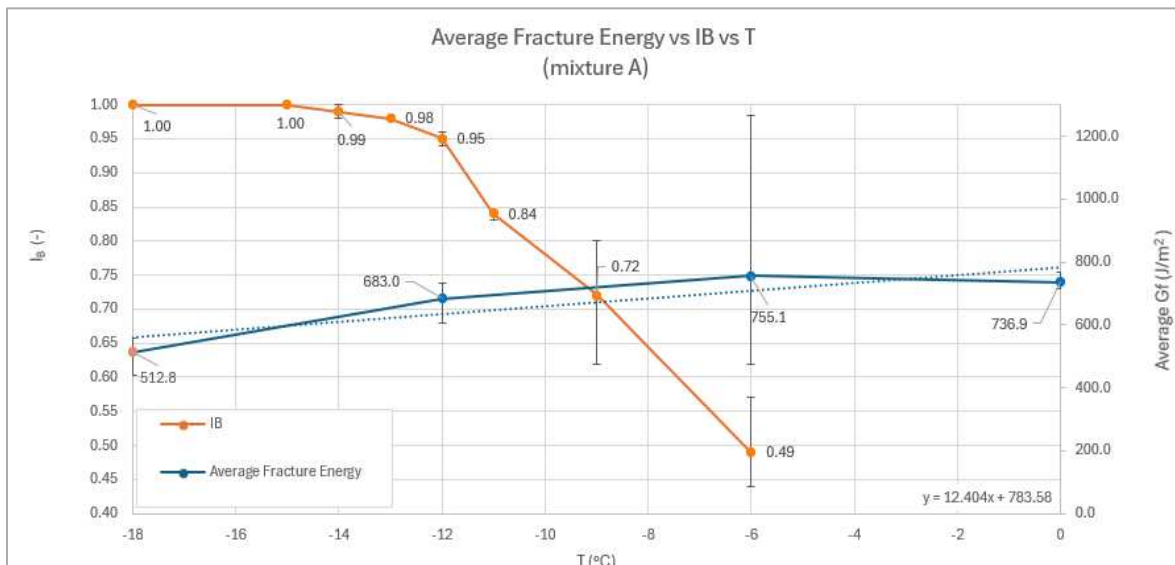


Figura 72: Average Fracture Energy vs I_B vs T miscela A;

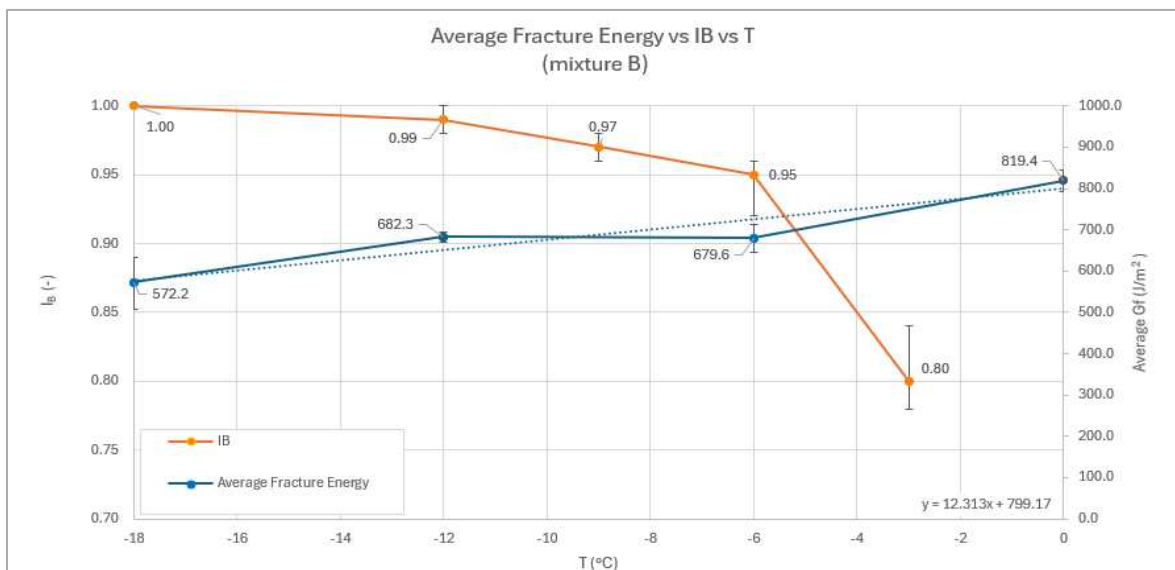


Figura 73: Average Fracture Energy vs I_B vs T miscela B;

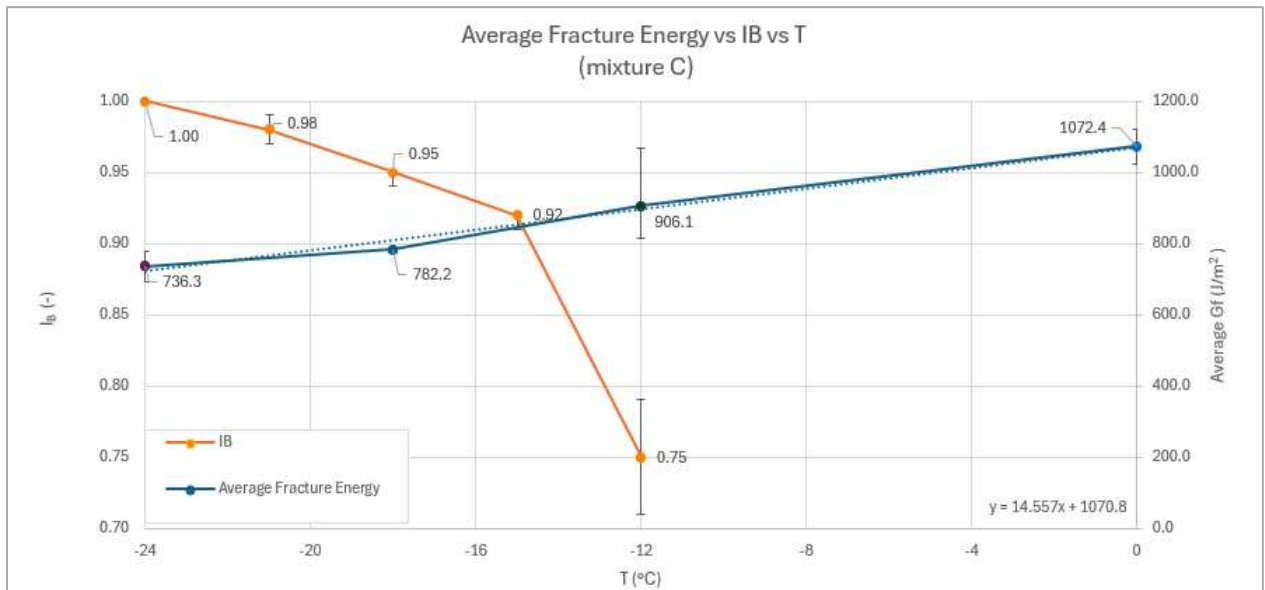


Figura 74: : Average Fracture Energy vs I_B vs T miscella C;

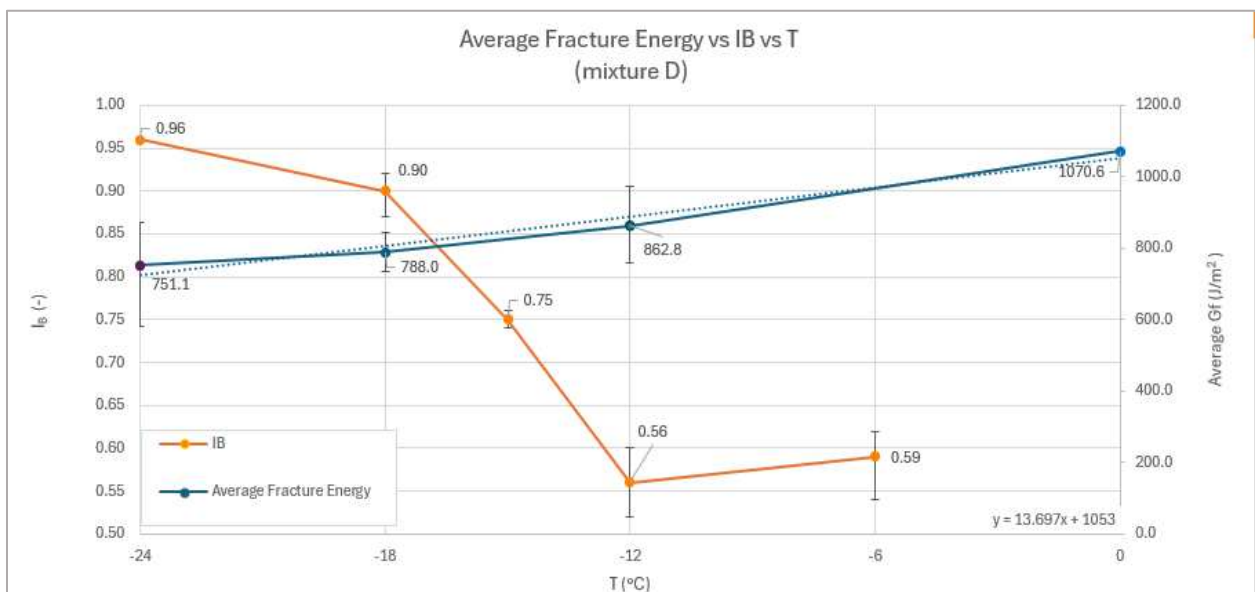


Figura 75: : Average Fracture Energy vs I_B vs T miscella D;

Come si può notare dalle linee di tendenza per la funzione energia (in blu), tutte le miscele presentano un trend discendente al diminuire della temperatura di prova: questo è in linea con le aspettative, poiché temperature più rigide implicano maggiore fragilità. Per avere una visione più generale, si riporta il grafico (figura 76) in cui sono inserite tutte le curve energia di frattura vs Temperatura.

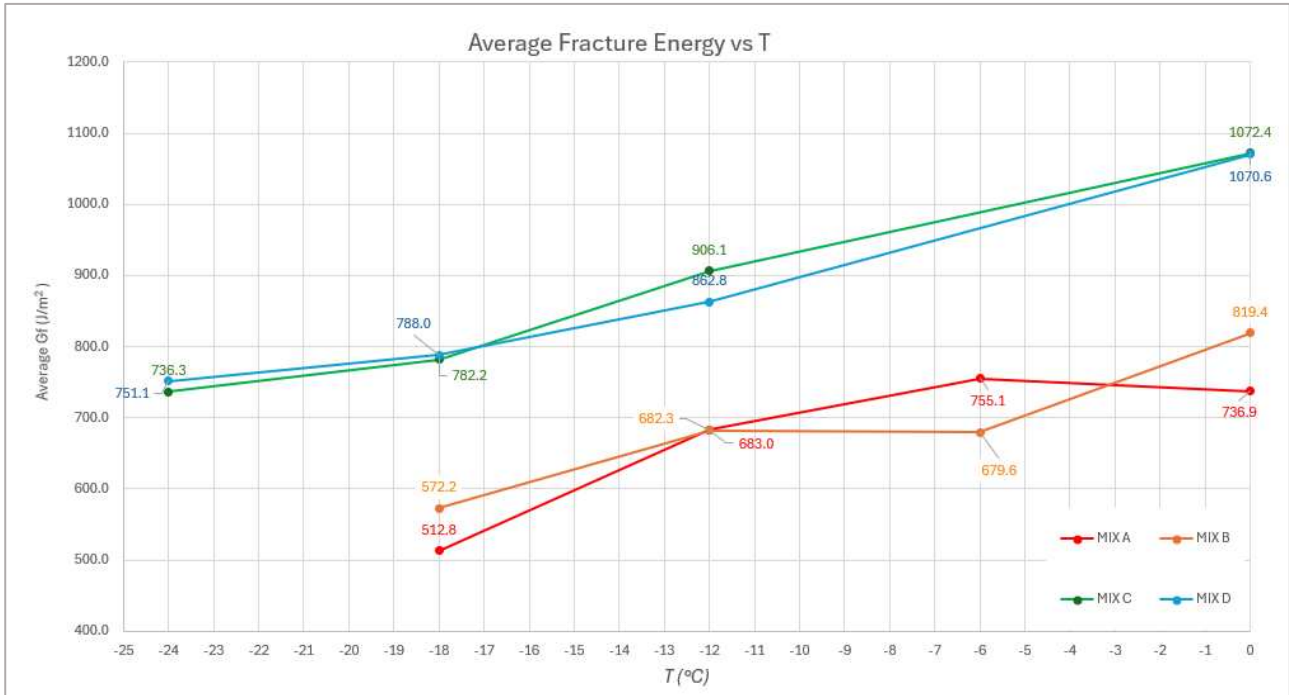


Figura 76: Grafico Average Fracture Energy vs T per tutte le miscele;

Si può notare da subito la differenza che sussiste tra miscela A e B (contenenti bitumi tal quali) e miscele C e D (contenenti bitumi modificati). Naturalmente, il bitume tal quale presenta delle proprietà meno performanti rispetto il legante modificato, e ciò si può leggere facilmente in questo grafico: a parità di temperatura, i valori di energia di frattura delle miscele A e B sono notevolmente inferiori. Ciò comporta, naturalmente, una sostanziale differenza in termini di applicabilità: le miscele A e B sono molto più fragili e non è consigliato utilizzarle in luoghi con temperature molto rigide. Per mostrare un confronto coi risultati reologici, si riporta nuovamente la tabella riassuntiva (tab. 38) dei risultati del test BBR e MTL per le quattro miscele.

Bitume	low PG	Ts (°C)	Tm (°C)	Tcr (°C)
A	-22	-14.0	-13.1	-12.0
B	-16	-14.1	-10.7	-6.0
C	-22	-18.7	-17.7	-18.0
D	-16	-18.4	-9.0	-19.0

Tabella 38: Sintesi risultati reologici dei quattro bitumi;

Si può da subito notare, confrontando i risultati in tabella coi grafici reali sulla scala delle miscele, una grande incongruenza in termini di PG: miscele che si comportano in maniera completamente diversa presentano lo stesso low Performance Grade. In questo caso, il test BBR non mostra una grande correlazione coi dati ottenuti, dimostrando tutti i limiti del metodo Superpave. Per quanto concerne, invece, i risultati del test MTL, è molto più evidente la differenza (in termini di $T_{critico}$) tra i bitumi tal quali e modificati: l'indice I_B dimostra avere, dunque, una buona correlazione con i risultati delle prove sulle miscele.

Per analizzare al meglio questa correlazione, si è deciso di mostrare i valori di energia di frattura per ogni miscela in funzione di un ΔT pari alla Temperatura di prova meno la temperatura critica di quella determinata miscela testata. In tal modo, si esegue uno “shift” che permette di leggere i dati a parità di ΔT , ovvero a parità di distanza dalla Temperatura critica, e ciò permette un confronto più diretto tra le quattro miscele. Il grafico è riportato di seguito.

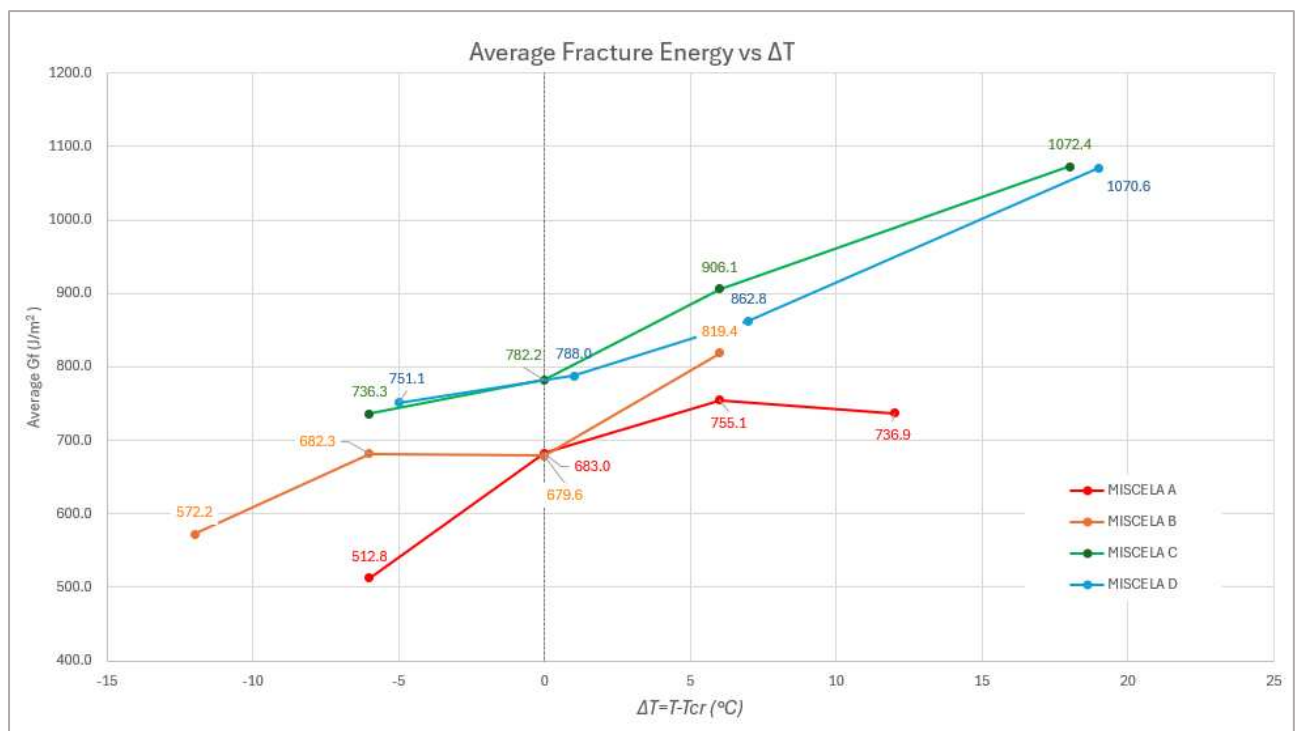


Figura 77: : Average Fracture Energy vs ΔT ;

Anche in questo caso, è evidente la sostanziale differenza tra miscele A e B e miscele C e D. Nel grafico, la retta corrispondente a ΔT pari a zero individua i valori di energia di frattura in corrispondenza della Temperatura critica stabilita sulla base dell'indice di fragilità I_B . Si può notare come, per ambo le miscele con bitume tal

quale, in corrispondenza della temperatura critica si ottiene un valore di G_f di circa 680 J/m^2 . Mentre, per le miscele modificate, si ottiene un valore di G_f di 780 J/m^2 . Ciò potrebbe stabilire un valore di soglia “mixture based”, ovvero un valore di energia di frattura critico corrispondente alla condizione di criticità del solo legante.

Per quanto concerne il confronto vero e proprio tra I_B e G_f si è optato per una rappresentazione ad istogrammi. Il diagramma è riportato di seguito (fig. 78) e mostra l’andamento dei valori di energia di frattura media e l’andamento dell’indice di fragilità alle varie temperature.

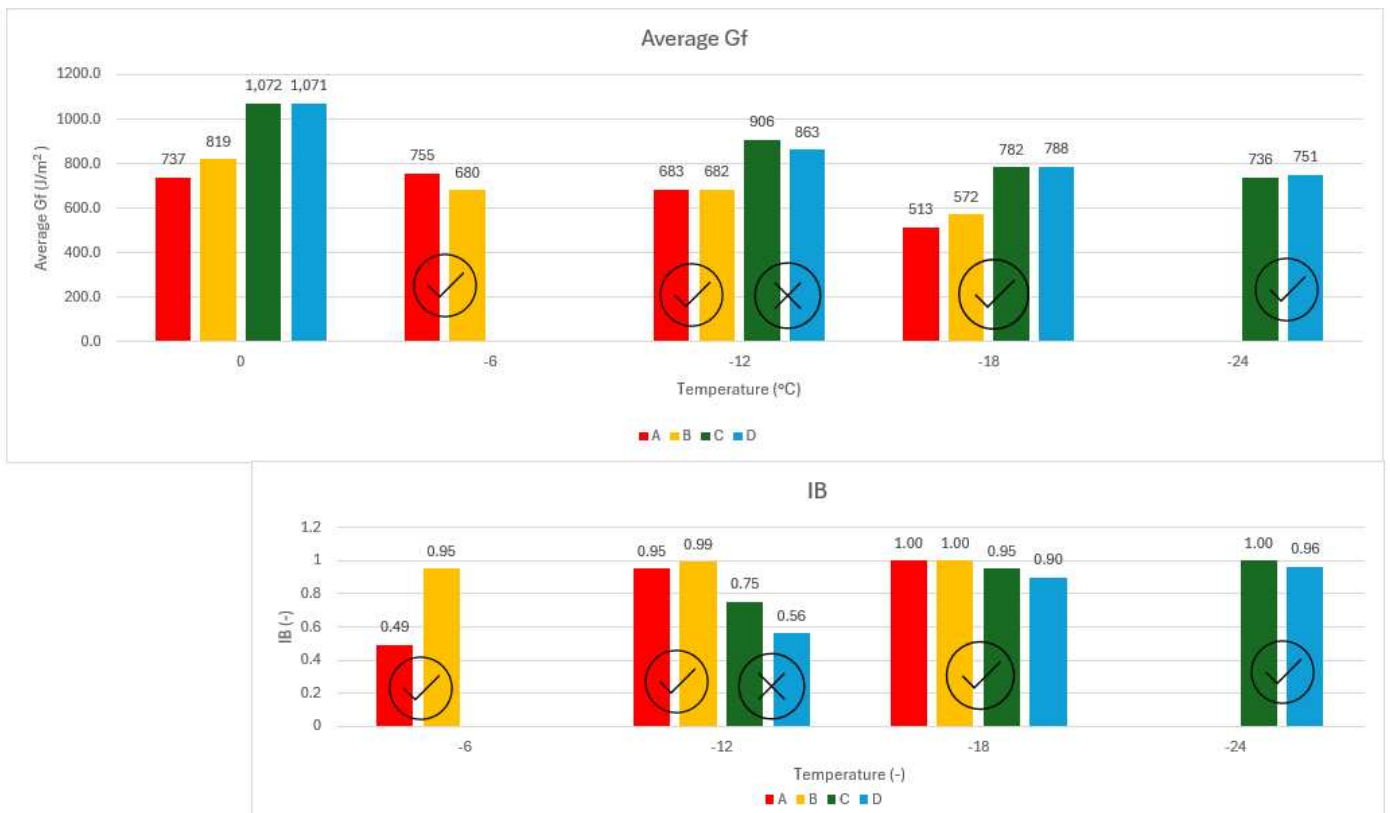


Figura 78: sopra) istogramma Average Fracture energy vs T; sotto) istogramma I_B vs T;

Dai diagrammi sovrastanti si evince che, nella maggior parte dei casi, ad un basso indice di fragilità I_B corrisponde un valore di energia di frattura G_f più elevato. Questo certifica un’ottima correlazione tra i due indici e una buona capacità predittiva dell’indice di fragilità: ad una determinata temperatura, miscele contenenti bitumi con indice di fragilità bassi si comporterà mediamente meglio rispetto miscele contenenti bitumi con I_B elevati.

4.4.2 Tenacità a frattura

Il secondo parametro investigato è la tenacità a frattura K_{ic} . Questa metrica, come detto in precedenza, è una misura indiretta della duttilità (o fragilità) di un campione in conglomerato bituminoso. Come nel caso precedente, vengono riportati i diagrammi con tenacità a frattura e I_B in funzione della temperatura di prova, inserendo le barre di errore (trattandosi di valori medi).

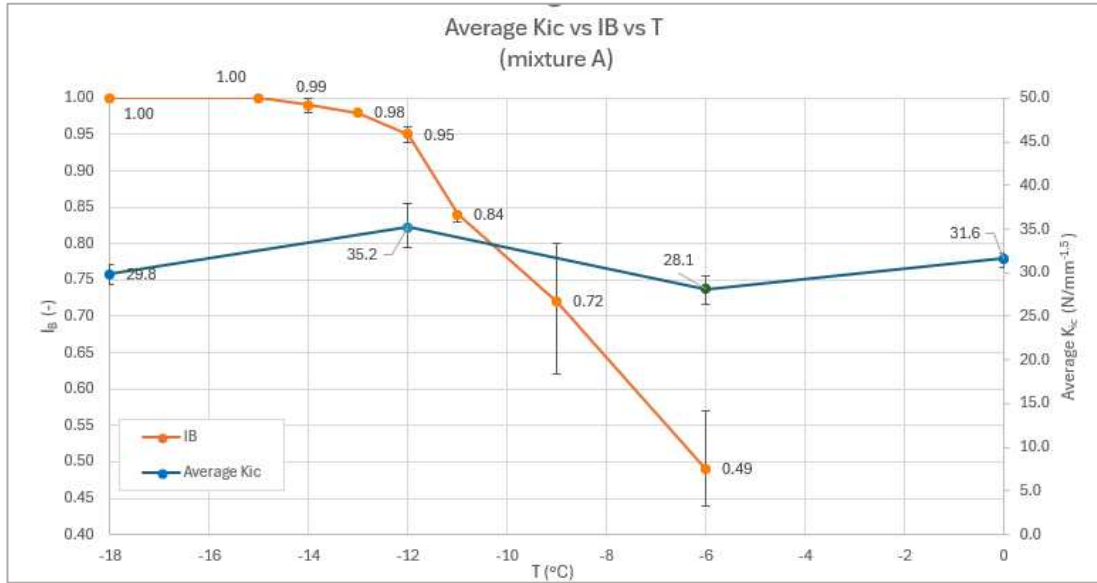


Figura 79: Average K_{ic} vs I_B vs T miscela A;

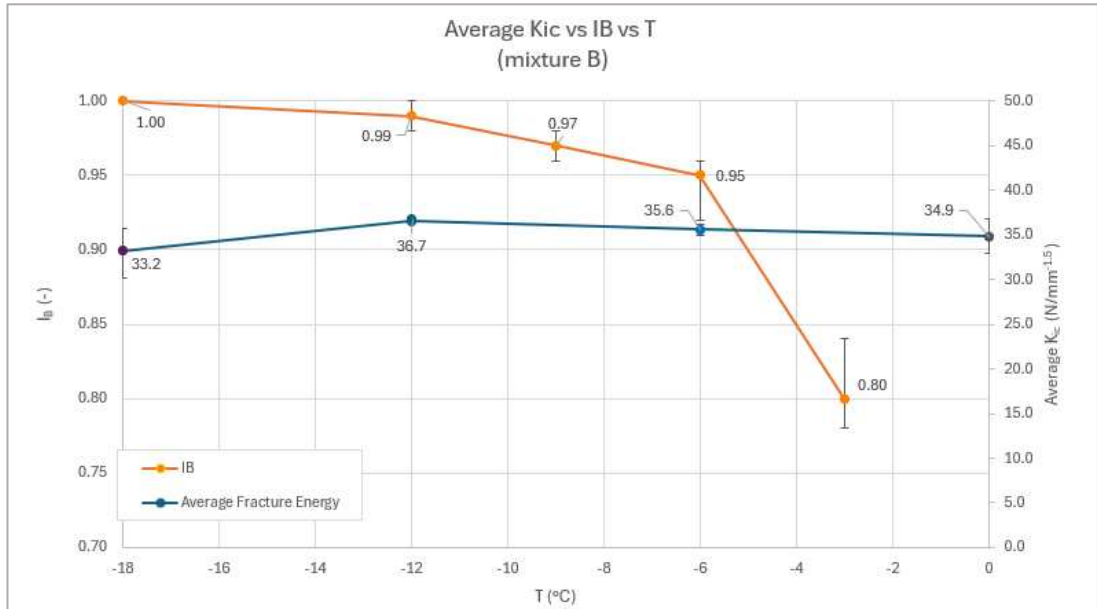


Figura 80: Average K_{ic} vs I_B vs T miscela B;

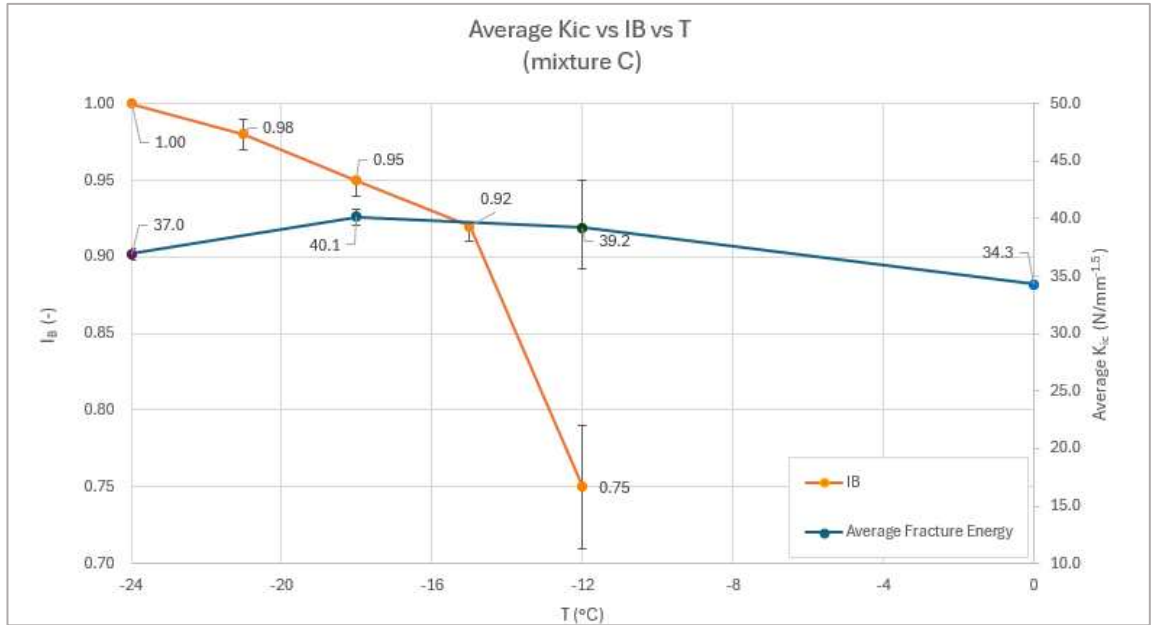


Figura 81: Average K_{ic} vs I_B vs T miscela C;

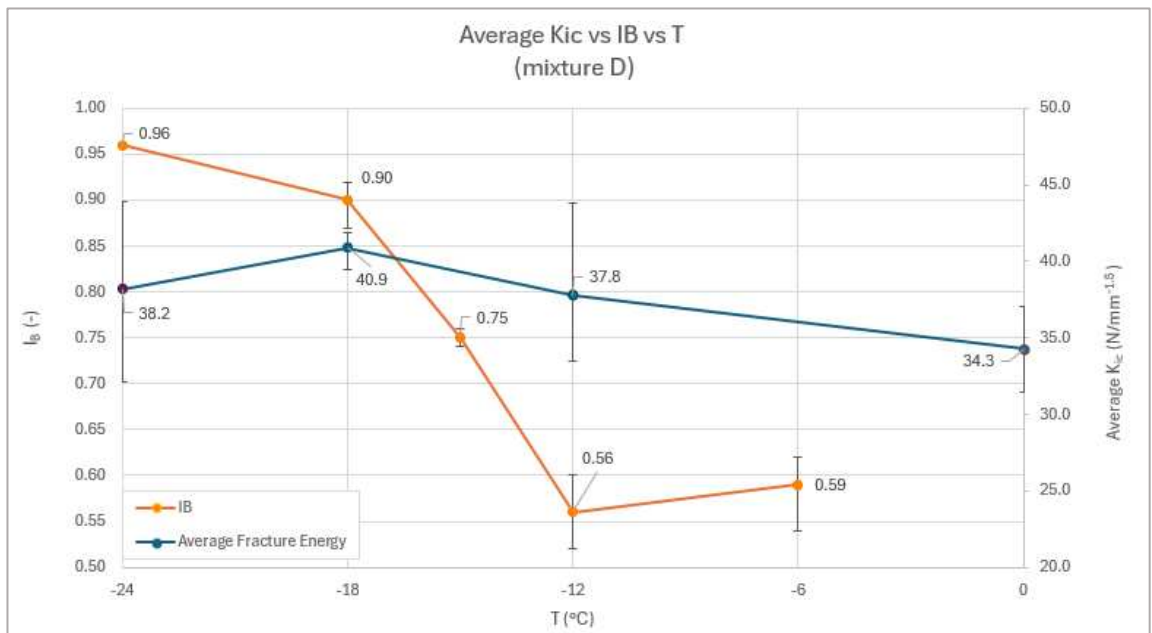


Figura 82: Average K_{ic} vs I_B vs T miscela D;

Analizzando questi grafici, si è notato come, per i test eseguiti, non si riscontra un trend specifico per questo parametro: mediamente i valori tendono ad aumentare verso le temperature più rigide, per poi avere un crollo alla temperatura più bassa testata. Essendo un andamento variabile e diverso miscela per miscela, si è scelto di concentrare l'analisi su altre metriche.

4.4.3 Cracking Resistance Index

L'ultimo parametro investigato è il Cracking Resistance Index. Essendo dipendente dall'energia di frattura, ci si aspetta un trend simile a quanto visto in precedenza, ovvero a valori alti di CRI corrispondono campioni con prestazioni migliori. In particolare, il CRI "normalizza" il valore di G_f , dividendolo per il carico di picco raggiunto: essendo un parametro "normalizzato" si presta meglio ad un confronto con l'indice I_B adimensionale. Vengono riportati di seguito i diagrammi CRI vs T vs I_B (con relative barre di errore).

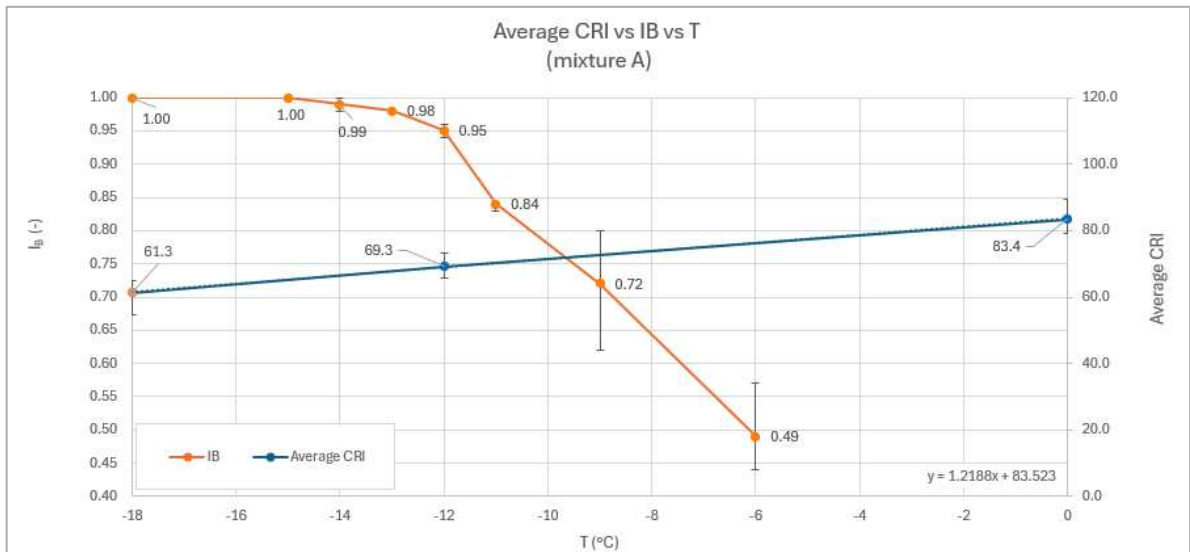


Figura 83: Average CRI vs I_B vs T miscela A;

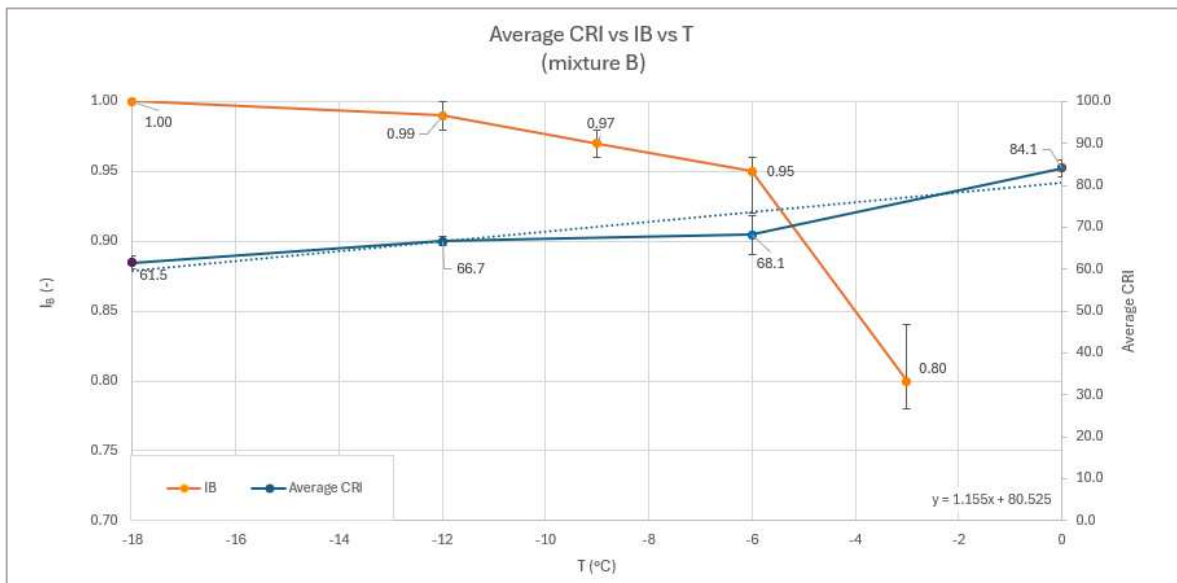


Figura 84: Average CRI vs I_B vs T miscela B;

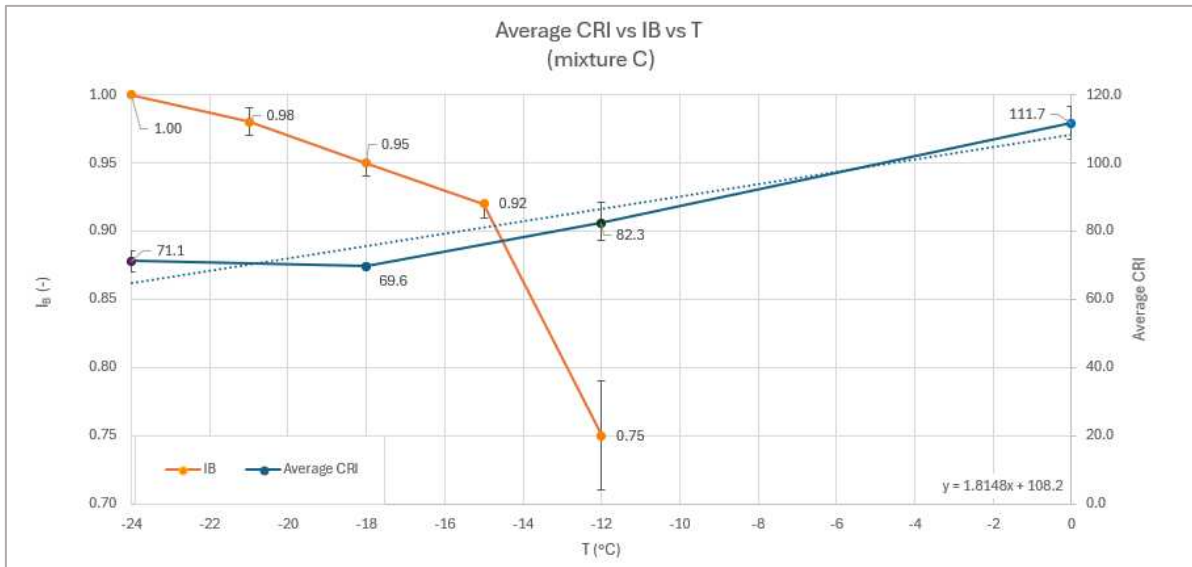


Figura 85: Average CRI vs IB vs T miscela C;

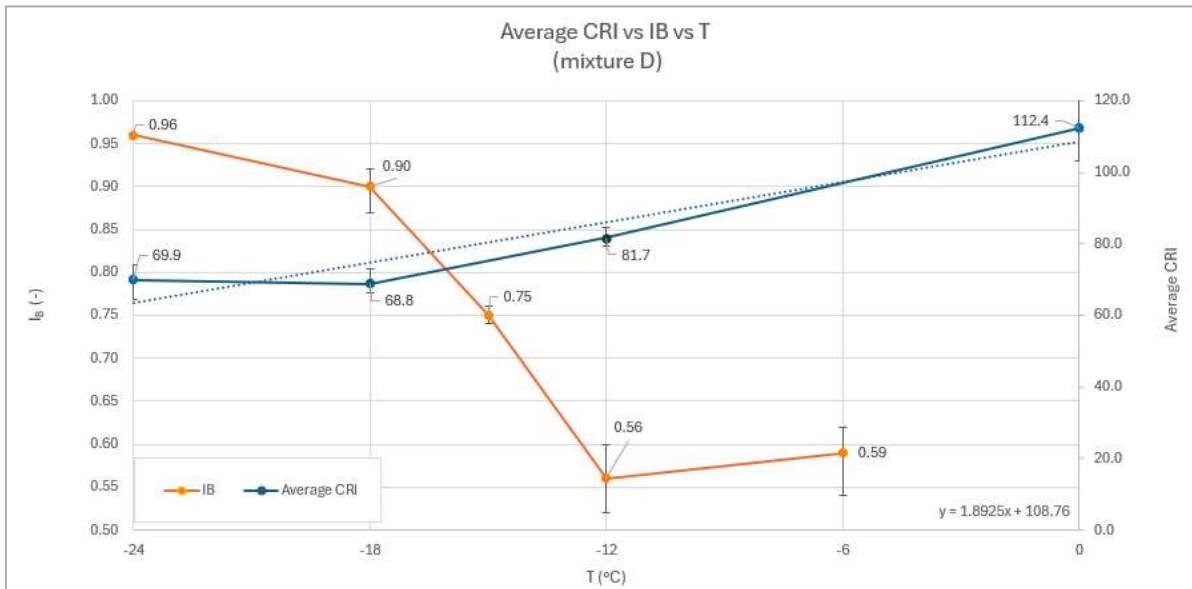


Figura 86: Average CRI vs IB vs T miscela D;

Analizzando questi grafici, si può subito riscontrare un andamento mediamente decrescente dell'indice. Essendo il CRI ottenuto da un rapporto, il valore diminuisce per due ragioni:

- L'energia di frattura, posta al numeratore, diminuisce al diminuire della temperatura;
- Il carico di picco, posto al denominatore, generalmente aumenta al diminuire della temperatura;

Come fatto in precedenza col G_f , anche in questo caso si raggruppano i risultati in un unico diagramma (figura 87).

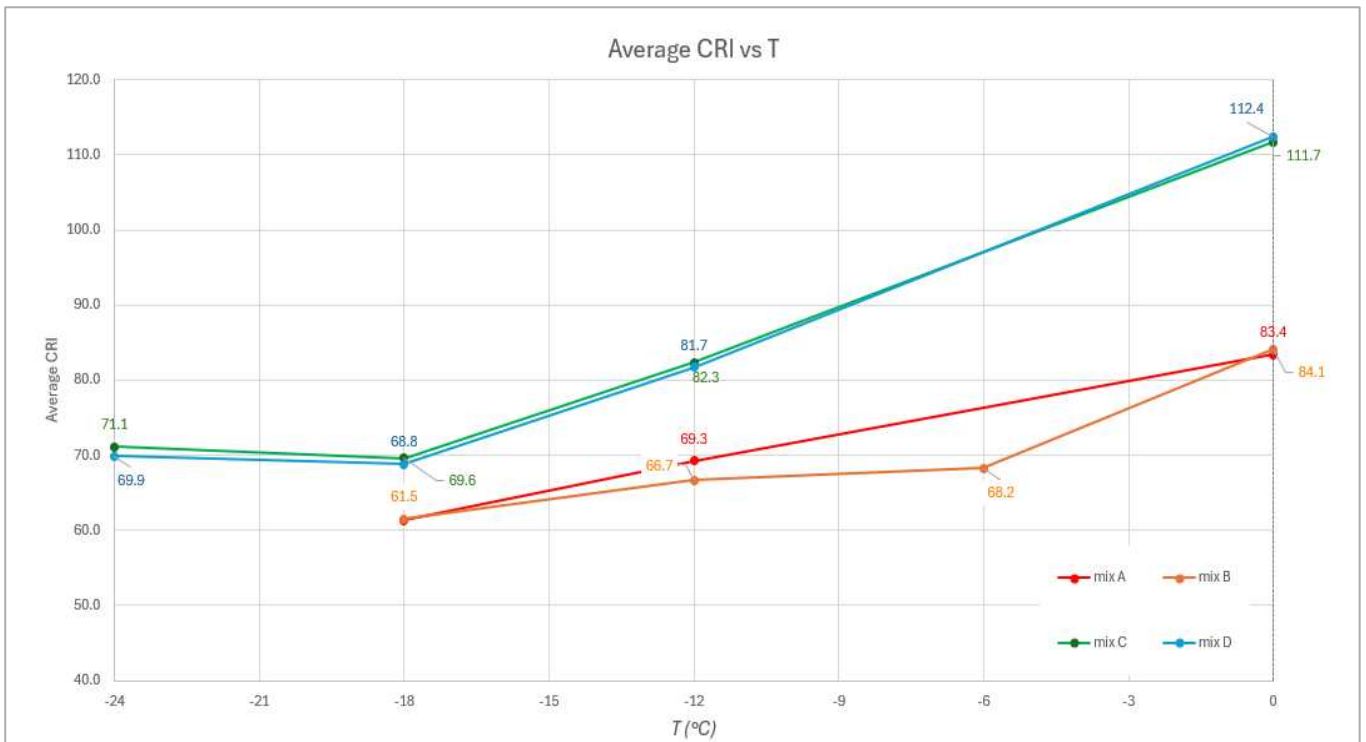


Figura 87: Average CRI vs T per ogni miscela;

Analizzando il grafico sovrastante, è facilmente intuibile la differenza che sussiste tra miscele A e B (con bitumi vergini) e miscele C e D (con bitumi modificati). Per effettuare il confronto con le prove reologiche sui soli leganti, viene nuovamente riproposta la tabella che sintetizza i risultati dei test sui bitumi.

Bitume	low PG	Ts (°C)	Tm (°C)	Tcr (°C)
A	-22	-14.0	-13.1	-12.0
B	-16	-14.1	-10.7	-6.0
C	-22	-18.7	-17.7	-18.0
D	-16	-18.4	-9.0	-19.0

Tabella 39: sintesi risultati reologici;

È evidente come l'andamento delle curve mostrate in figura rispecchino totalmente i risultati ottenuti tramite MTL test:

- la miscela B scende più rapidamente a valori più bassi di CRI rispetto alla miscela A, mostrando quindi un comportamento più fragile. Difatti, la temperatura critica del bitume B è maggiore rispetto la T_{cr} del bitume A.
- Le due miscele contenenti PMB sono quasi sovrapposte, presentando un andamento molto simile e quindi affini caratteristiche alle basse temperature. Questo è in linea con quanto ottenuto dai test sui soli bitumi, dove i leganti C e D presentano una temperatura critica molto simile.

L'indice di fragilità I_B , dunque, dimostra mediamente un'ottima affinità con il Cracking Resistance Index.

Al fine di approfondire ulteriormente questa connessione, si allega il grafico (fig. 88) del CRI in funzione del ΔT , come prima, pari alla Temperatura di prova meno la temperatura critica (stabilita tramite MTL test) di quella determinata miscela testata.

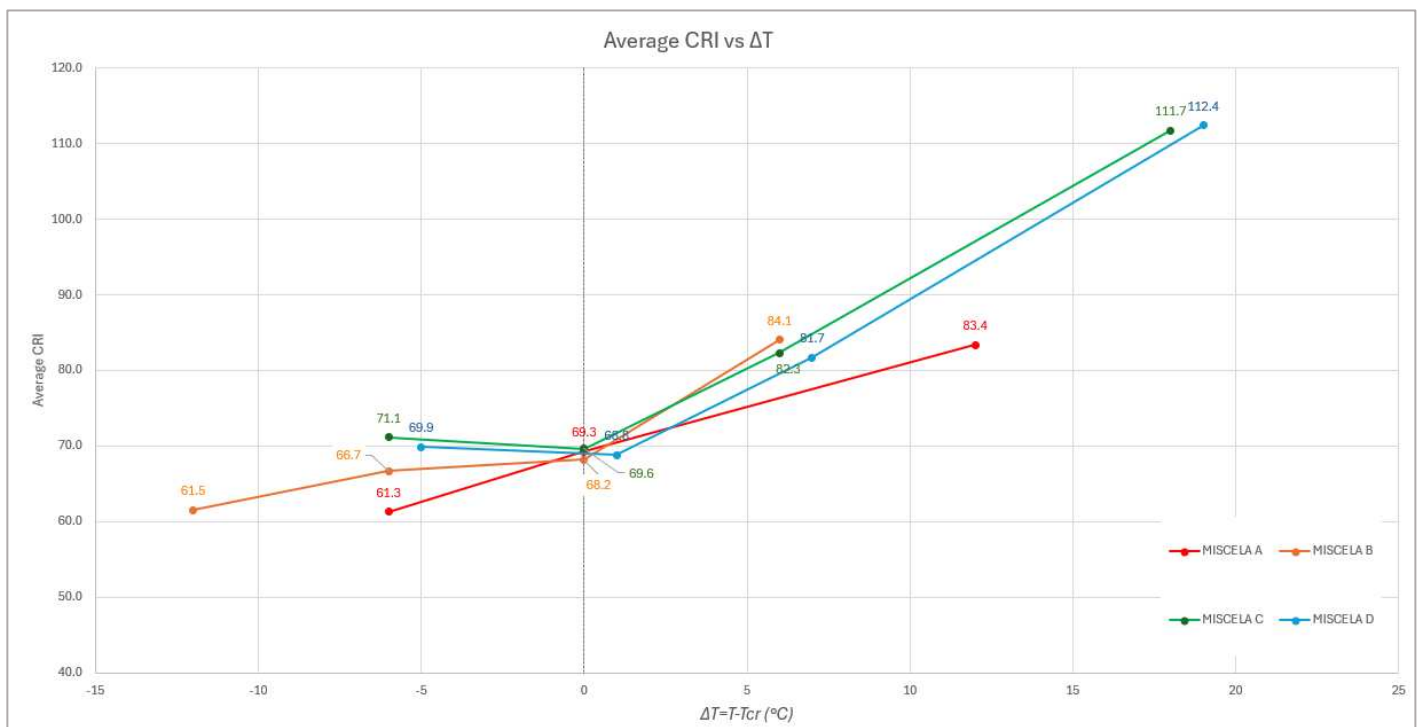


Figura 88: Average CRI vs ΔT per tutte le miscele

Il risultato è soddisfacente: tutte le miscele ad un ΔT nullo (ovvero in corrispondenza della temperatura critica), presentano valori molto simili di CRI, in un intervallo tra 68,2 e 69,6. Questo grafico attesta che, per il dataset ottenuto, è

possibile affermare che il valore di CRI corrispondente alla temperatura critica per tutte le miscele è simile ed è circa 69,0.

CONCLUSIONI

Lo scopo di questo elaborato di tesi è stato quello di caratterizzare alle basse temperature i bitumi oggetto di analisi mediante Monotonic Torsional Loading test, perseguendo una procedura già consolidata da precedenti studi. Inoltre, ci si è posti l'obiettivo di indagare ulteriormente il suddetto metodo, correlando i risultati ottenuti sul legante bituminoso al Dynamic Shear Rheometer e i parametri risultanti dal Semi Circular Bending Test (SCB) su miscele bituminose contenenti lo stesso legante precedentemente testato. Il fine ultimo è valutare le potenzialità della metodologia MTL non solo nel campo reologico dei leganti bituminosi, ma anche sulla scala delle miscele bituminose.

La sperimentazione condotta ha interessato quattro diversi bitumi di differente composizione: essi sono stati caratterizzati sia tramite classificazione Superpave, sia mediante numerosi test MTL a diverse temperature, al fine di valutare l'andamento dell'indice di fragilità I_B per ogni materiale. Una prima verifica, dunque, consiste nel valutare, nella pratica, analogie e differenze che sussistono tra i metodi di classificazione convenzionali e il nuovo sistema di classificazione introdotto dal Politecnico di Torino.

Successivamente, alle medesime temperature precedentemente investigate tramite prova MTL, sono stati eseguiti dei test SCB, calcolando parametri di frattura quali l'energia di frattura G_f e la tenacità a frattura K_{Ic} e Cracking Resistance Index (CRI).

Come ultimo step, è stata individuata una correlazione tra i parametri di fragilità del solo legante bituminoso determinati con il test MTL e i parametri di frattura della miscela bituminosa, al fine di verificare l'efficacia della suddetta metodologia nel prevedere il comportamento del conglomerato bituminoso alle basse temperature.

Le conclusioni specifiche ottenute da tale studio possono essere sintetizzate come segue. Per quanto concerne l'analisi e il confronto puramente reologico:

- I bitumi analizzati tramite MTL test hanno mostrato comportamenti differenti alle medesime temperature di prova: tale risultato certifica la capacità nel metodo di cogliere differenze in termini di performance alle basse temperature. In generale, ciò si traduce nell'ottenimento di T_{cr} differenti per ogni legante bituminoso testato;
- Suddetta differenza comportamentale non è colta, invece, dal sistema di classificazione Superpave: i due leganti bituminosi oggetto di studio, testati

al BBR, hanno ottenuto lo stesso “low temperature Performance Grade”. Questo risultato dimostra l’incapacità del metodo di prevedere accuratamente eventuali disuguaglianze tra bitumi con caratteristiche diverse;

- Alla luce di quanto scritto in precedenza, si può assumere che l’indice I_B e, di conseguenza, la temperatura critica T_{cr} , siano parametri efficaci nel classificare i bitumi alle basse temperature. Il metodo Superpave, invece, mostra delle lacune nel cogliere differenze comportamentali tra leganti bituminosi diversi;

Per quanto riguarda il confronto tra dati reologici e risultati sperimentali su miscele bituminose ottenuti tramite Semi Circular Bending test:

- L’energia di frattura G_f mostra una buona correlazione con l’indice di fragilità I_B . Questo è intuibile poiché, a parità di temperatura di prova, miscele contenenti bitumi con un indice I_B minore presentano, nella maggior parte dei casi, valori di G_f maggiori. Ciò è in linea con le aspettative, poiché, teoricamente, ad energia di frattura maggiori si associano materiali più resistenti, e dunque caratterizzati da un indice di fragilità basso;
- Analizzando l’andamento della G_f in funzione del ΔT , ovvero del delta che sussiste tra temperatura di prova e temperatura critica della miscela, è possibile cogliere le sostanziali differenze comportamentali tra miscele contenenti bitumi vergini e miscele contenenti bitumi modificati. Questa differenza è in linea coi risultati ottenuti tramite test MTL, mentre invece non coerente con la classificazione Superpave.
- Non è stato ritrovato alcun trend specifico tra tenacità a frattura K_{Ic} e indice di fragilità I_B ;
- L’indice di fragilità I_B e il Cracking Resistance Index (CRI) presentano un’ottima interdipendenza: l’andamento in funzione della temperatura del CRI rispecchia mediamente i risultati attesi dai test reologici sui soli bitumi. Nello specifico, miscele contenenti bitumi con T_{cr} più alto (quindi più scadenti) mostrano un abbassamento dell’indice CRI a temperature più alte, sintomo di una repentina perdita di resistenza e quindi una minor capacità prestazionale alle basse temperature. Contemporaneamente, le due miscele con bitume modificato, caratterizzate da una temperatura critica simile, mostrano un

andamento quasi sovrapposto, in linea con quanto atteso dalla caratterizzazione reologica;

- Il grafico Average CRI vs ΔT dimostra quanto scritto in precedenza: vi è una corrispondenza tra CRI e T_{cr} . Nello specifico, si è notato che, in corrispondenza della temperatura critica, tutte le miscele presentano lo stesso valore di CRI, pari a circa 69,0.

Il bilancio finale di questa campagna di indagini risulta positivo: è stato possibile evidenziare analogie e corrispondenze tra i parametri ottenuti tramite test MTL e parametri di frattura riportati mediante SCB test.

Tuttavia, la sperimentazione condotta non permette di giungere a conclusioni definitive, questo data la massiccia presenza di variabili nell'intero processo che dovrebbero essere analizzate ampliando il dataset e il numero di prove. Inoltre, sarebbe necessario estendere la ricerca anche ad altre prove caratterizzanti i conglomerati bituminosi alle basse temperature (es. TSRST), per poter ulteriormente validare la procedura e certificare ancora di più le grandi potenzialità del Monotonic Torsional Loading test.

BIBLIOGRAFIA

- UNI EN 1426:2015 “Bitumi e leganti bituminosi - Determinazione della penetrazione con ago”;
- UNI EN 1427:2015 “Bitumi e leganti bituminosi - Determinazione del punto di rammollimento - Metodo biglia e anello”;
- UNI EN 12593:2015 “Bitumi e leganti bituminosi - Determinazione del punto di rottura secondo il metodo Fraass”;
- BS EN 12591 “Bitumen and bituminous binders. Specifications for paving grade bitumens”;
- BS EN 14023 “Bitumen and bituminous binders. Specification framework for polymer modified bitumens”;
- AASHTO M 320 “Standard Specification for Performance-Graded Asphalt Binder”;
- AASHTO T 313-12 “Standard Method of Test for Determining the Flexural Creep Stiffness of Asphalt Binder Using the Bending Beam Rheometer (BBR) “;
- AASHTO T 350-19 “Standard Method of Test for Multiple Stress Creep Recovery (MSCR) Test of Asphalt Binder Using a Dynamic Shear Rheometer (DSR)”;
- AASHTO M332-22 “Performance-Graded Asphalt Binder Using Multiple Stress Creep Recovery (MSCR) Test”;
- Wright J.R., Weathering, (1965). “Theoretical and practical aspects of asphalt durability.” Hoiberg AJ, editor. Bituminous Materials: Asphalts, Tars and Pitches. New York: Interscience Publishers; 1965. p. 249–306. Vol. 2, Part 1;
- Montepara A., Giuliani F. “L’invecchiamento Primario Dei Bitumi Stradali: Analisi Sperimentale Sulle Proporzioni E Sull’evoluzione Chimica Dei Gruppi Costituenti”. X Convegno Nazionale Della Società Italiana Infrastrutture Viarie (Siiv), Milano, 1998;
- Petretto, “La reologia dei leganti bituminosi stradali: studio delle proprietà meccaniche a seguito dei processi di “aging” in laboratorio”, 2012;

- Baglieri, Orazio, et al. "A novel methodology for the evaluation of low temperature failure properties of asphalt binders." *Materials and Structures* 54.1 (2021): 22.
- Tozzi, Chiara. "Indagine sperimentale e modellazione del comportamento a rottura di leganti bituminosi alle basse temperature = Experimental investigation and modeling of failure properties of bituminous binders at low temperature." Diss. Politecnico di Torino, 2017.
- Tozzi, Chiara. "A novel methodology for the evaluation of low temperature failure properties of asphalt binders." (2022): 1-153.
- Tozzi, Chiara, et al. "Experimental evaluation and modelling of low temperature failure properties of asphalt binders by means of the monotonic torsional loading test." *Construction and Building Materials* 347 (2022): 128344.
- Corso di Infrastrutture Viarie, Politecnico di Torino;
- "Strade. Teoria e tecnica delle costruzioni stradali", Santagata et al.;
- UNI EN 12607-1:2015 "Bitumi e leganti bituminosi - Determinazione della resistenza all'indurimento per effetto del calore e dell'aria - Parte 1: Metodo RTFOT";
- AASHTO T 240-13 "Effect of Heat and Air on a Moving Film of Asphalt Binder (Rolling Thin-Film Oven Test)";
- UNI EN 14769:2023 "Bitume e leganti bituminosi - Invecchiamento accelerato a lungo termine mediante l'utilizzo dell'apparecchio di invecchiamento pressurizzato (PAV)";
- UNI EN 12697-46:2020 "Miscele bituminose - Metodi di prova - Parte 46: Fessurazione a bassa temperatura mediante prove di tensione monoassiale";
- Baumanis, Janis, Arturs Riekstins, and Andris Balodis. "Investigation of comparability of TSRST and SCB cracking tests for evaluation of low-temperature properties in asphalt mixtures and use in quality control." *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. Vol. 1202. No. 1. IOP Publishing, 2021;
- Kanerva, Hannele K., Ted S. Vinson, and Huayang Zeng. *Low-temperature cracking: field validation of the thermal stress restrained specimen test*. No. SHRP-A-401. 1994;

- Pszczola, Marek, Cezary Szydłowski, and Mariusz Jaczewski. "Influence of cooling rate and additives on low-temperature properties of asphalt mixtures in the TSRST." *Construction and Building Materials* 204 (2019): 399-409;
- BS EN 12697-44:2019 "Bituminous mixtures. Test methods Crack propagation by semi-circular bending test";
- Li, X-J., and M. O. Marasteanu. "Using semi circular bending test to evaluate low temperature fracture resistance for asphalt concrete." *Experimental mechanics* 50 (2010): 867-876;
- Zofka, Adam, and Andrew Braham. "Comparison of low-temperature field performance and laboratory testing of 10 test sections in the Midwestern United States." *Transportation research record* 2127.1 (2009): 107-114;
- AASHTO TP 124-20. July 2020. "Standard Method of Test for Determining the Fracture Potential of Asphalt Mixtures Using the Illinois Flexibility Index Test"
- Kaseer, Fawaz, et al. "Development of an index to evaluate the cracking potential of asphalt mixtures using the semi-circular bending test." *Construction and Building Materials* 167 (2018): 286-298.
- Malek, M., and M. Keymanesh. "Impact of thickness, void content, temperature and loading rate on tensile fracture toughness and work of fracture of asphalt mixtures-An experimental study using the SCB test." *Engineering Solid Mechanics* 11.2 (2023): 163-174.
- Xiongzhou, Yuan, et al. "K_{Ic} and K_{IIc} measurement for hot mix asphalt mixtures at low temperature: Experimental and theoretical study using the semicircular bend specimen with different thicknesses." *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures* 44.3 (2021): 832-846.
- Ashani, Saeid Salehi, et al. "Investigation of low-temperature cracking resistance of asphalt mixtures by conducting Disc-Shaped Compact Tension (DC (T)) and Semi-Circular Bend (SCB) tests." *Construction and Building Materials* 359 (2022): 129275.
- UNI EN 12697-35:2016 "Miscela bituminosa - Metodi di prova - Parte 35: Miscelazione in laboratorio";
- UNI EN 12697-28:2020 "Miscela bituminosa - Metodi di prova - Parte 28: Preparazione dei campioni per la determinazione del contenuto di legante, di acqua e della gradazione";
- UNI EN 12697-5:2019 "Miscela bituminosa - Metodi di prova - Parte 5: Determinazione della massa volumica massima";

- UNI EN 12697-6:2020 “Miscele bituminose - Metodi di prova - Parte 6: Determinazione della massa volumica in mucchio di provini bituminosi”;
- UNI EN 12697-31:2019 “Miscele bituminose - Metodi di prova - Parte 31: Preparazione del provino con pressa giratoria”.

ALLEGATO 1: Prove MTL

In questo allegato sono riportati, per ogni bitume e per ogni temperatura testati, le tabelle delle prove MTL con relativo filtraggio dei dati tramite metodo degli interquartili. Per ogni T viene poi allegato il grafico stress-strain delle ripetizioni considerate nell'analisi.

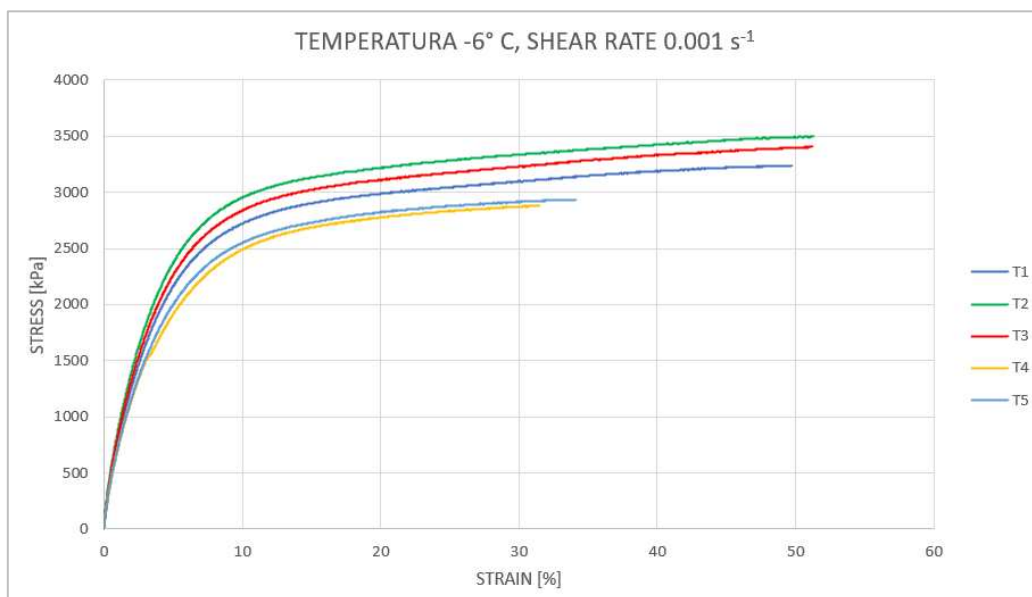
BITUME A

Temperatura -6 °C

TEMPERATURA -6°					
Test	Failure stress [kPa]	Failure strain [%]	$ G^* (10 \text{ rad/s})$ [Pa]	$\delta(10 \text{ rad/s})$ [°]	I_B [-]
T1	3237.2	49.8	2.14E+08	1.75E+01	0.45
T2	3496.5	51.3	2.40E+08	1.76E+01	0.44
T3	3404.3	51.3	2.28E+08	1.77E+01	0.45
T4	2884.2	31.5	2.00E+08	1.78E+01	0.57
T5	2934.3	34.1	2.01E+08	1.78E+01	0.55

1° quartile	2934.3	34.119	2.01E+08	17.62	0.45
3° quartile	3404.3	51.26127	2.28E+08	17.779	0.55
IQR	470	17.14226	26700000	0.159	0.1
Q1-1.5*IQR	2229.3	8.405611	1.61E+08	17.3815	0.3
Q3+1.5*IQR	4109.3	76.97466	2.68E+08	18.0175	0.7

I_B [-]	0.49
-----------	------

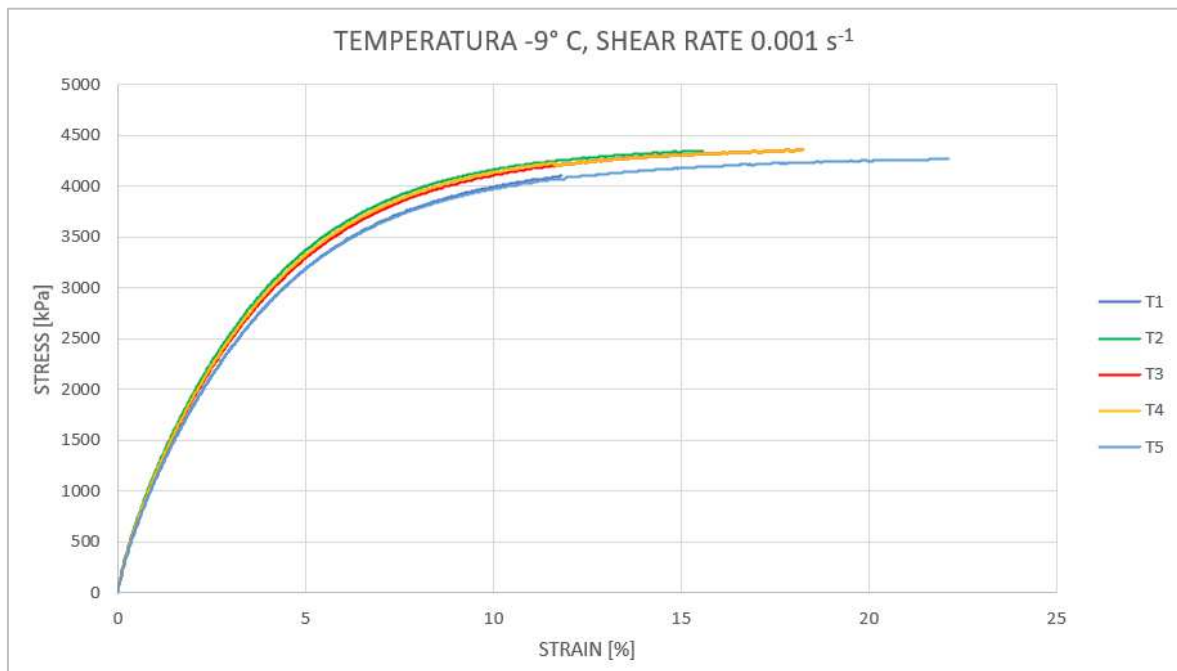


Temperatura -9 °C

TEMPERATURA -9°					
Test	Failure stress [kPa]	Failure strain [%]	$ G^* $ (10 rad/s) [Pa]	δ (10 rad/s) [°]	I_B [-]
T1	4100.9	11.8	2.75E+08	1.55E+01	0.80
T2	4350.0	15.6	2.99E+08	1.56E+01	0.71
T3	4361.5	18.3	2.88E+08	1.56E+01	0.68
T4	4231.4	11.6	2.88E+08	1.55E+01	0.80
T5	4268.5	22.1	2.78E+08	1.56E+01	0.62

1° quartile	4231.4	11.81	277860000	15.495	0.68
3° quartile	4350	18.27	288200000	15.571	0.8
IQR	118.6	6.46	10340000	0.076	0.12
Q1-1.5*IQR	4053.5	2.12	262350000	15.381	0.5
Q3+1.5*IQR	4527.9	27.96	303710000	15.685	0.98

I_B [-]	0.72
-----------	-------------



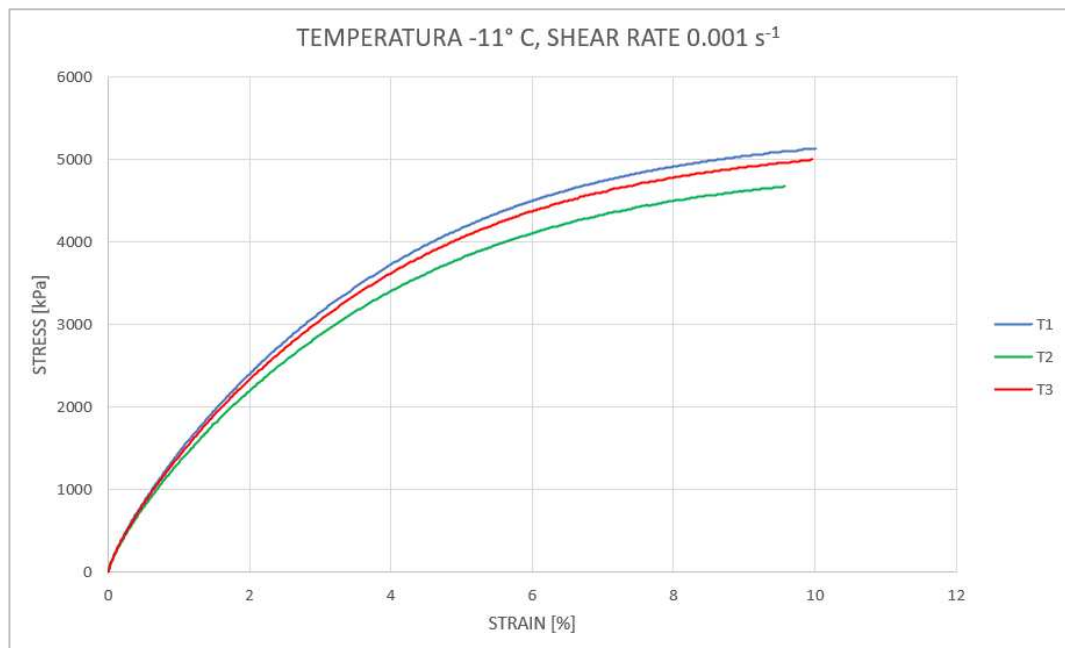
Temperatura -11 °C

TEMPERATURA -11°					
Test	Failure stress [kPa]	Failure strain [%]	$ G^* $ (10 rad/s) [Pa]	δ (10 rad/s) [°]	I_B [-]
T1	5134.9	10.0	3.41E+08	1.44E+01	0.83
T2	4675.1	9.6	3.20E+08	1.45E+01	0.84
T3	4707.5	6.5	3.42E+08	1.43E+01	0.92
T4	5049.7	13.4	3.19E+08	1.44E+01	0.76
T5	4999.6	10.0	3.31E+08	1.45E+01	0.84

1° quartile	4707.5	9.57	3.20E+08	14.44	0.83
3° quartile	5049.7	10.01	3.41E+08	14.50	0.84
IQR	342.2	0.44	2.10E+07	0.07	0.01
Q1-1.5*IQR	4194.2	8.91	2.89E+08	14.34	0.82
Q3+1.5*IQR	5563	10.67	3.73E+08	14.60	0.86

I_B [-]	0.84
-----------	------

TEMPERATURA -11°					
Test	Failure stress [kPa]	Failure strain [%]	$ G^* $ (10 rad/s) [Pa]	δ (10 rad/s) [°]	I_B [-]
T1	5134.9	10.0	3.41E+08	1.44E+01	0.83
T2	4675.1	9.6	3.20E+08	1.45E+01	0.84
T3	4999.6	10.0	3.31E+08	1.45E+01	0.84



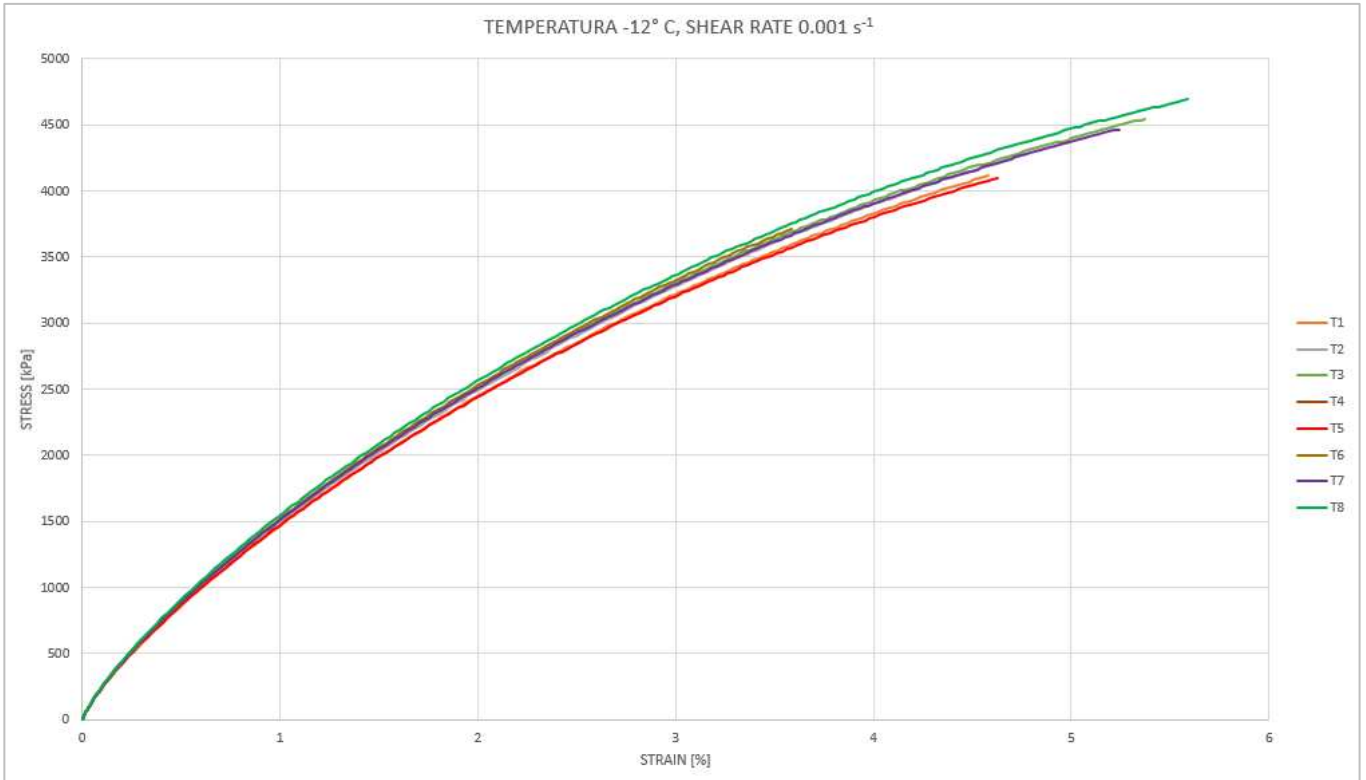
Temperatura -12 °C

TEMPERATURA -12°					
Test	Failure stress [kPa]	Failure strain [%]	$ G^* $ (10 rad/s) [Pa]	δ (10 rad/s) [°]	I_B [-]
T1	2829.8	2.7	3.12E+08	1.39E+01	0.99
T2	4115.1	4.6	3.34E+08	1.38E+01	0.96
T3	4279.3	4.8	3.39E+08	1.38E+01	0.96
T4	5664.2	11.5	3.58E+08	1.39E+01	0.80
T5	5337.7	9.4	3.45E+08	1.39E+01	0.85
T6	4539.10	5.4	3.43E+08	1.38E+01	0.94
T7	5563.80	12.3	3.44E+08	1.39E+01	0.78
T8	4140.40	4.4	3.51E+08	1.41E+01	0.96
T9	4101.30	4.6	3.43E+08	1.42E+01	0.96
T10	3714.60	3.6	3.49E+08	1.39E+01	0.96
T11	4465.90	5.2	3.53E+08	1.42E+01	0.95
T12	4692.70	5.6	3.58E+08	1.41E+01	0.94

1° quartile	4111.65	4.55024	3.42E+08	13.8555	0.9175
3° quartile	4853.95	6.529766	3.51E+08	14.0885	0.96
IQR	742.3	1.979526	9720000	0.233	0.0425
Q1-1.5*IQR	2998.2	1.58095	3.27E+08	13.506	0.85375
Q3+1.5*IQR	5967.4	9.499056	3.66E+08	14.438	1.02375

I_B [-]	0.95
-----------	------

TEMPERATURA -12°					
Test	Failure stress [kPa]	Failure strain [%]	$ G^* $ (10 rad/s) [Pa]	δ (10 rad/s) [°]	I_B [-]
T1	4115.1	4.6	3.34E+08	1.38E+01	0.96
T2	4279.3	4.8	3.39E+08	1.38E+01	0.96
T3	4539.10	5.4	3.43E+08	1.38E+01	0.94
T4	4140.40	4.4	3.51E+08	1.41E+01	0.96
T5	4101.30	4.6	3.43E+08	1.42E+01	0.96
T6	3714.60	3.6	3.49E+08	1.39E+01	0.96
T7	4465.90	5.2	3.53E+08	1.42E+01	0.95
T8	4692.70	5.6	3.58E+08	1.41E+01	0.94



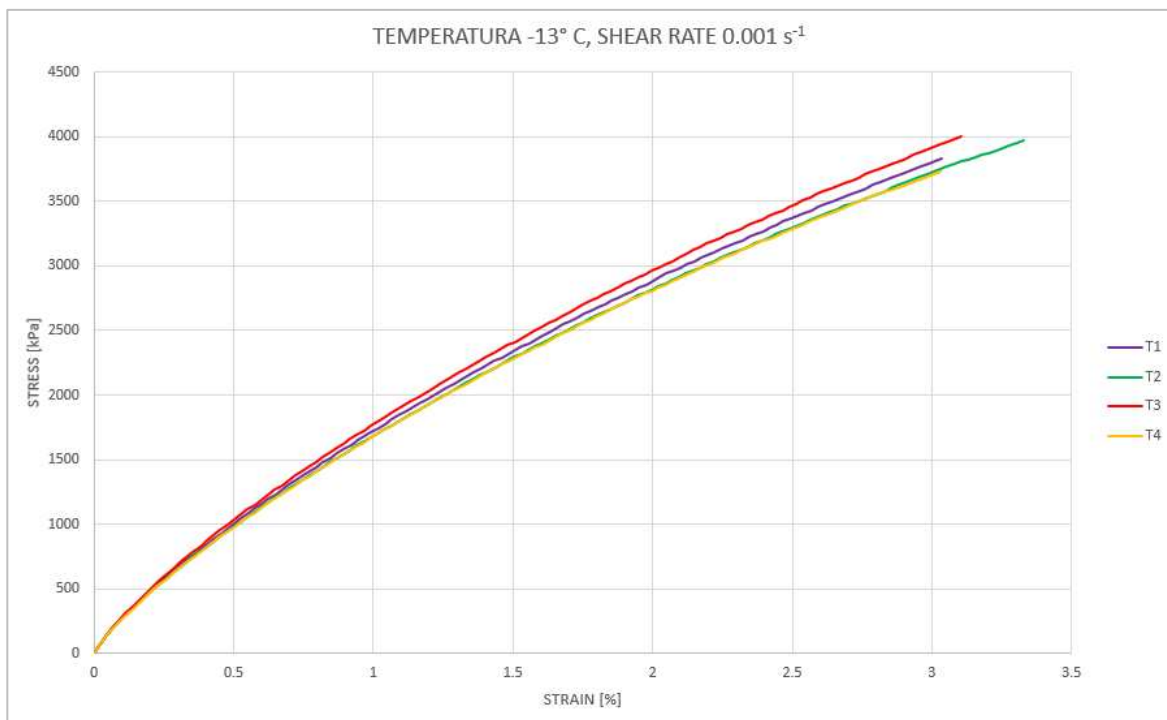
Temperatura -13 °C

TEMPERATURA -13°					
Test	Failure stress [kPa]	Failure strain [%]	$ G^* $ (10 rad/s) [Pa]	δ (10 rad/s) [°]	I_B [-]
T1	3831.90	3.04	3.81E+08	1.32E+01	0.98
T2	3970.20	3.33	3.75E+08	1.33E+01	0.98
T3	4000.70	3.11	3.93E+08	1.32E+01	0.98
T4	3733.90	3.03	3.72E+08	1.32E+01	0.98
T5	4187.60	3.63	3.84E+08	1.35E+01	0.98

1° quartile	3831.9	3.037167	3.75E+08	13.214	0.98
3° quartile	4000.7	3.327821	3.84E+08	13.291	0.98
IQR	168.8	0.290654	9690000	0.077	0
Q1-1.5*IQR	3578.7	2.601187	3.6E+08	13.0985	0.98
Q3+1.5*IQR	4253.9	3.763802	3.99E+08	13.4065	0.98

I_B [-]	0.98
-----------	------

TEMPERATURA -13°					
Test	Failure stress [kPa]	Failure strain [%]	$ G^* $ (10 rad/s) [Pa]	δ (10 rad/s) [°]	I_B [-]
T1	3831.90	3.04	3.81E+08	1.32E+01	0.98
T2	3970.20	3.33	3.75E+08	1.33E+01	0.98
T3	4000.70	3.11	3.93E+08	1.32E+01	0.98
T4	3733.90	3.03	3.72E+08	1.32E+01	0.98



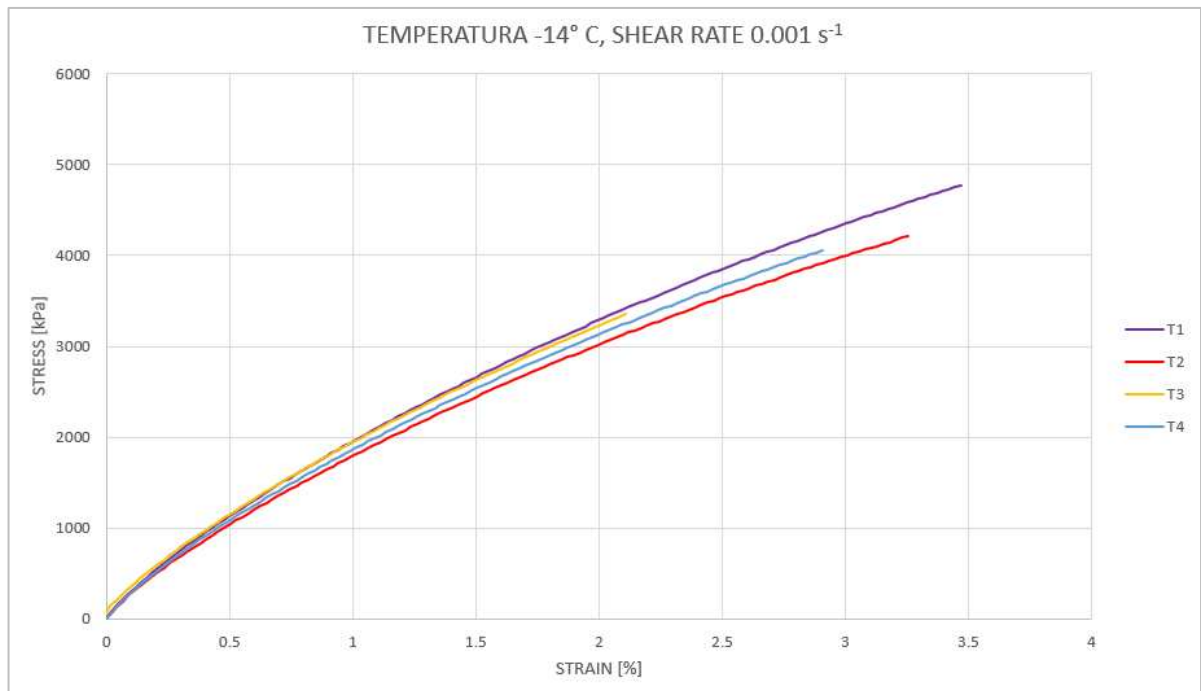
Temperatura -14 °C

TEMPERATURA -14°					
Test	Failure stress [kPa]	Failure strain [%]	$ G^* $ (10 rad/s) [Pa]	δ (10 rad/s) [°]	I_B [-]
T1	4771.0	3.5	4.18E+08	1.25E+01	0.98
T2	5617.9	5.6	3.99E+08	1.29E+01	0.94
T3	4214.3	3.3	3.86E+08	1.27E+01	0.98
T4	3354.2	2.1	4.14E+08	1.28E+01	1.00
T5	4057.6	2.9	4.03E+08	1.26E+01	0.99

1° quartile	4057.6	2.9	3.99E+08	12.64	0.98
3° quartile	4771	3.470068	4.14E+08	12.754	0.99
IQR	713.4	0.570068	14820000	0.114	0.01
Q1-1.5*IQR	2987.5	2.044898	3.77E+08	12.469	0.965
Q3+1.5*IQR	5841.1	4.32517	4.36E+08	12.925	1.005

I_B [-]	0.99
-----------	------

TEMPERATURA -14°					
Test	Failure stress [kPa]	Failure strain [%]	$ G^* $ (10 rad/s) [Pa]	δ (10 rad/s) [°]	I_B [-]
T1	4771.0	3.5	4.18E+08	1.25E+01	0.98
T3	4214.3	3.3	3.86E+08	1.27E+01	0.98
T4	3354.2	2.1	4.14E+08	1.28E+01	1.00
T5	4057.6	2.9	4.03E+08	1.26E+01	0.99



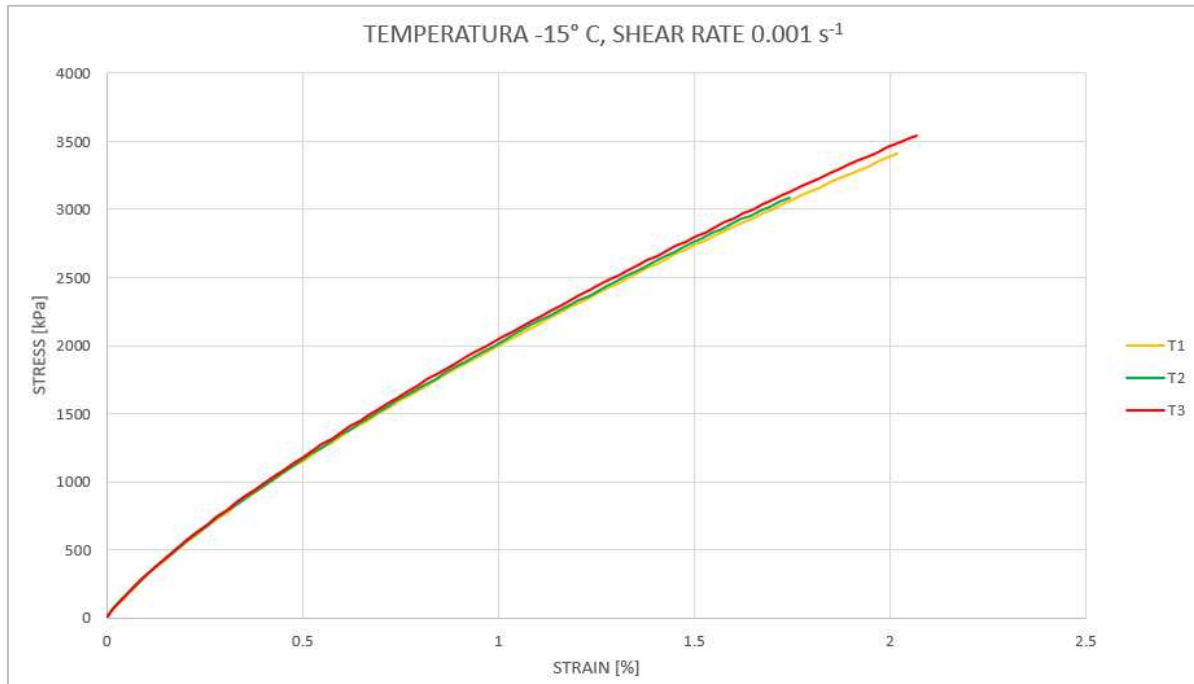
Temperatura -15 °C

TEMPERATURA -15°					
Test	Failure stress [kPa]	Failure strain [%]	$ G^* $ (10 rad/s) [Pa]	δ (10 rad/s) [°]	I_B [-]
T1	3407.6	2.0	4.17E+08	1.20E+01	1.00
T2	3085.8	1.7	4.20E+08	1.20E+01	1.00
T3	3546.6	2.1	4.27E+08	1.20E+01	1.00
T4	4403.8	2.8	4.29E+08	1.22E+01	0.99
T5	2282.3	1.2	4.16E+08	1.21E+01	1.00

1° quartile	3085.8	1.742014	4.17E+08	11.987	1.00
3° quartile	3546.6	2.07	4.27E+08	12.091	1.00
IQR	460.8	0.327986	10300000	0.104	0.00
Q1-1.5*IQR	2394.6	1.250035	4.02E+08	11.831	1.00
Q3+1.5*IQR	4237.8	2.561979	4.43E+08	12.247	1.00

I_B [-]	1.00
-----------	------

TEMPERATURA -15°					
Test	Failure stress [kPa]	Failure strain [%]	$ G^* $ (10 rad/s) [Pa]	δ (10 rad/s) [°]	I_B [-]
T1	3407.6	2.0	4.17E+08	1.20E+01	1.00
T2	3085.8	1.7	4.20E+08	1.20E+01	1.00
T3	3546.6	2.1	4.27E+08	1.20E+01	1.00

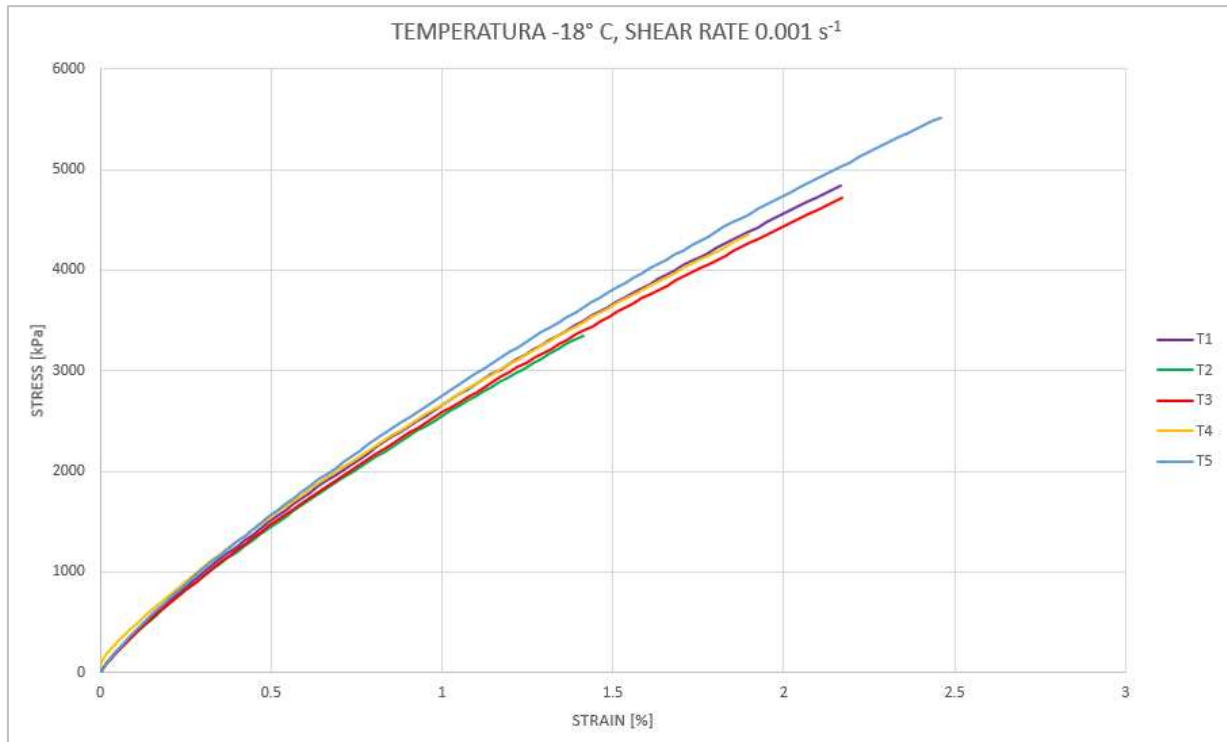


Temperatura -18 °C

TEMPERATURA -18°					
Test	Failure stress [kPa]	Failure strain [%]	$ G^* $ (10 rad/s) [Pa]	δ (10 rad/s) [°]	I_B [-]
T1	4839.6	2.2	5.10E+08	1.02E+01	1.00
T2	3351.7	1.4	4.91E+08	1.03E+01	1.00
T3	4714.6	2.2	4.93E+08	1.02E+01	1.00
T4	4353.7	1.9	5.04E+08	1.03E+01	1.00
T5	5517.0	2.5	5.22E+08	9.98E+00	1.00

1° quartile	4353.7	1.9	4.93E+08	10.156	1.00
3° quartile	4839.6	2.170717	5.1E+08	10.289	1.00
IQR	485.9	0.270717	16130000	0.133	0.00
Q1-1.5*IQR	3624.85	1.493924	4.69E+08	9.9565	1.00
Q3+1.5*IQR	5568.45	2.576794	5.34E+08	10.4885	1.00

I_B [-]	1.00
-----------	------



BITUME B

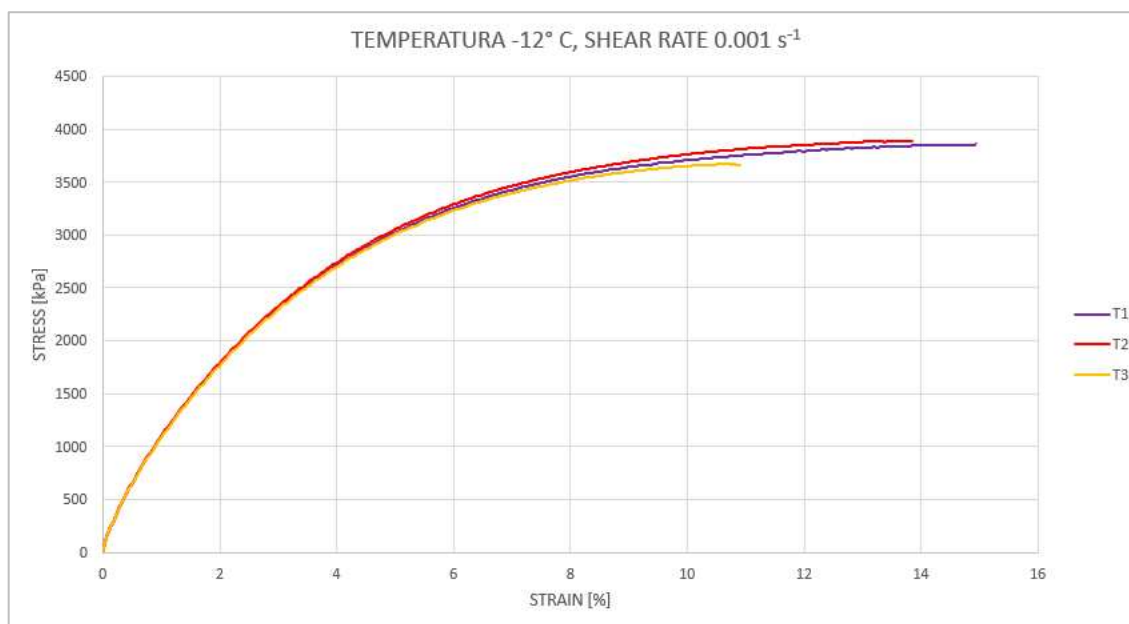
Temperatura -12 °C

TEMPERATURA -12°					
Test	Failure stress [kPa]	Failure strain [%]	$ G^* $ (10 rad/s) [Pa]	δ (10 rad/s) [°]	I_B [-]
T1	3858.2	14.9	2.80E+08	1.61E+01	0.73
T2	3616.0	9.7	2.80E+08	1.61E+01	0.84
T3	3893.3	13.8	2.80E+08	1.61E+01	0.76
T4	3672.6	10.9	2.79E+08	1.62E+01	0.81
T5	3308.7	9.3	2.79E+08	1.62E+01	0.83

1° quartile	3616	9.69	2.79E+08	16.149	0.76
3° quartile	3858.2	13.84	2.8E+08	16.197	0.83
IQR	242.2	4.15	1450000	0.048	0.07
Q1-1.5*IQR	3252.7	3.465	2.77E+08	16.077	0.655
Q3+1.5*IQR	4221.5	20.065	2.83E+08	16.269	0.935

I_B [-]	0.77
-----------	------

TEMPERATURA -12°					
Test	Failure stress [kPa]	Failure strain [%]	$ G^* $ (10 rad/s) [Pa]	δ (10 rad/s) [°]	I_B [-]
T1	3858.2	14.9	2.80E+08	1.61E+01	0.73
T2	3893.3	13.8	2.80E+08	1.61E+01	0.76
T3	3672.6	10.9	2.79E+08	1.62E+01	0.81

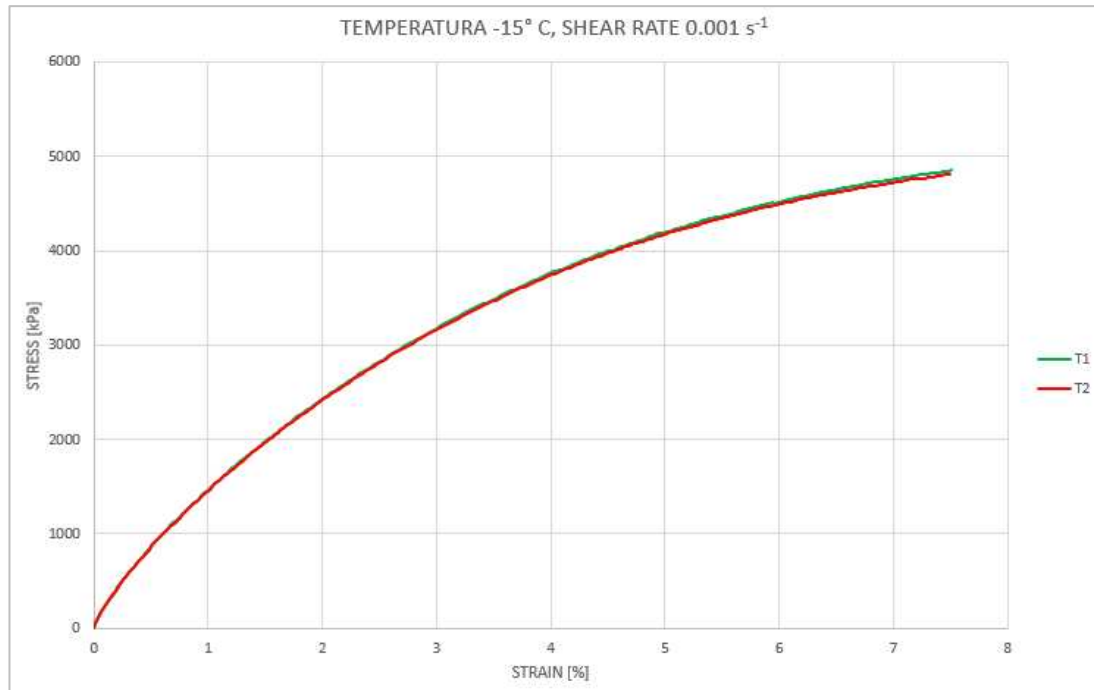


Temperatura -15 °C

TEMPERATURA -15°					
Test	Failure stress [kPa]	Failure strain [%]	$ G^* (10 \text{ rad/s})$ [Pa]	δ (10 rad/s) [°]	I_B [-]
T1	4790.5	5.8	3.77E+08	1.44E+01	0.93
T2	4850.3	7.5	3.46E+08	1.44E+01	0.90
T3	4368.2	5.1	3.54E+08	1.44E+01	0.95
T4	4815.4	7.5	3.44E+08	1.44E+01	0.89
T5	5357.2	15.2	3.49E+08	1.44E+01	0.72

1° quartile	4790.5	5.78	345960000	14.364	0.89
3° quartile	4850.3	7.51	353900000	14.384	0.93
IQR	59.8	1.73	7940000	0.02	0.04
Q1-1.5*IQR	4700.8	3.185	334050000	14.334	0.83
Q3+1.5*IQR	4940	10.105	365810000	14.414	0.99

I_B [-]	0.90
-----------	------



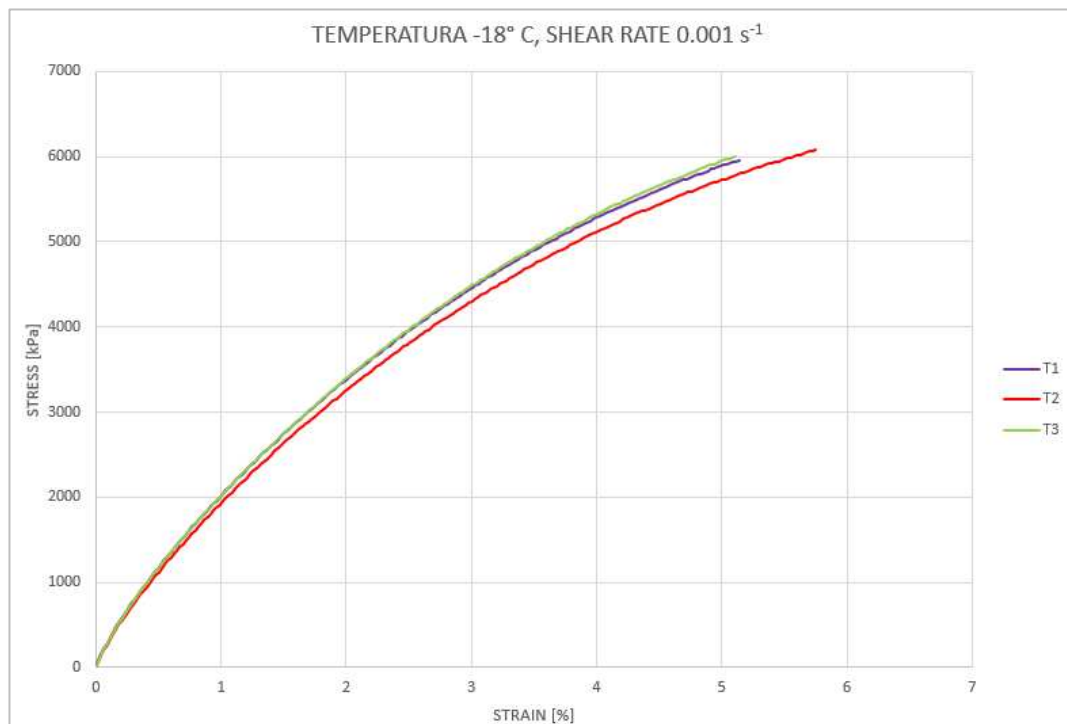
Temperatura -18 °C

TEMPERATURA -18°					
Test	Failure stress [kPa]	Failure strain [%]	$ G^* (10 \text{ rad/s})$ [Pa]	δ (10 rad/s) [°]	I_B [-]
T1	5959.2	5.1	4.36E+08	1.25E+01	0.95
T2	3630.9	2.5	3.97E+08	1.26E+01	0.99
T3	6081.5	5.8	4.14E+08	1.24E+01	0.94
T4	6004.5	5.1	4.32E+08	1.24E+01	0.95
T5	6138.6	5.0	442690000	1.22E+01	0.95

1° quartile	5959.2	5	413500000	12.401	0.95
3° quartile	6081.5	5.14	436070000	12.527	0.95
IQR	122.3	0.14	22570000	0.126	0
Q1-1.5*IQR	5775.75	4.79	379645000	12.212	0.95
Q3+1.5*IQR	6264.95	5.35	469925000	12.716	0.95

I_B [-]	0.95
-----------	------

TEMPERATURA -18°					
Test	Failure stress [kPa]	Failure strain [%]	$ G^* (10 \text{ rad/s})$ [Pa]	δ (10 rad/s) [°]	I_B [-]
T1	5959.2	5.1	4.36E+08	1.25E+01	0.95
T2	6081.5	5.8	4.14E+08	1.24E+01	0.94
T3	6004.5	5.1	4.32E+08	1.24E+01	0.95



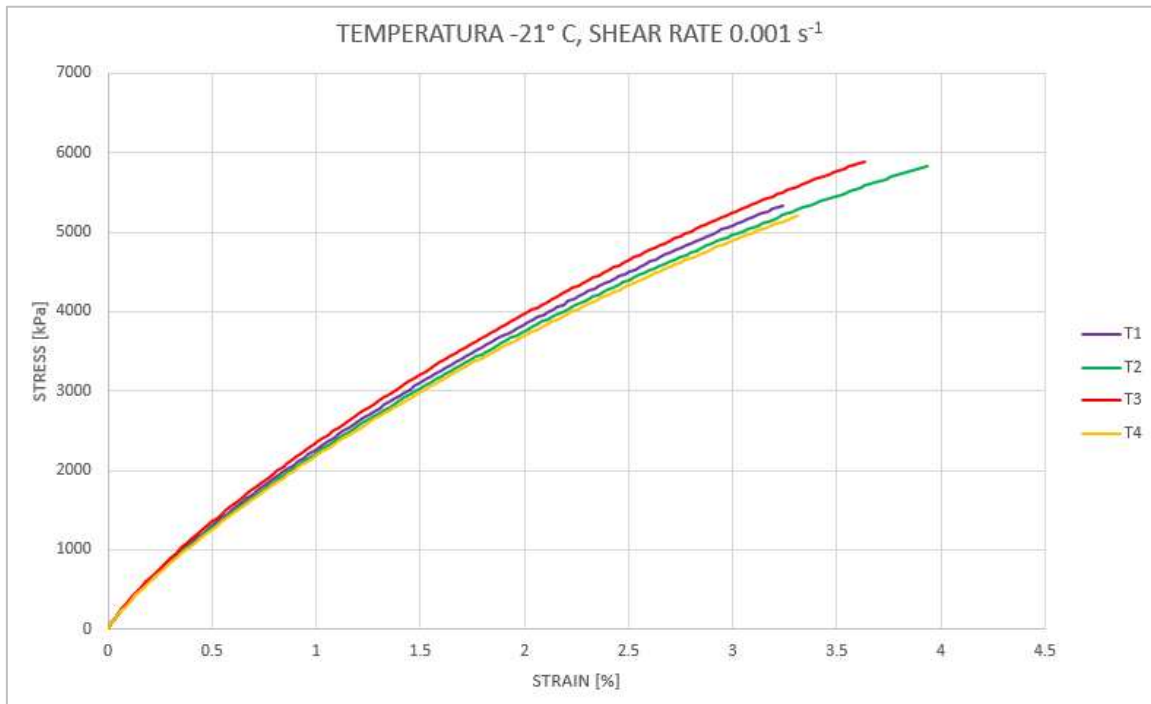
Temperatura -21 °C

TEMPERATURA -21°					
Test	Failure stress [kPa]	Failure strain [%]	$ G^* $ (10 rad/s) [Pa]	δ (10 rad/s) [°]	I_B [-]
T1	5342.0	3.2	4.65E+08	11.44	0.99
T2	5831.3	3.9	4.57E+08	11.59	0.97
T3	5893.8	3.6	4.83E+08	11.56	0.98
T4	5212.8	3.3	4.52E+08	11.73	0.98
T5	3697.6	2.0	4.47E+08	11.65	1.00

1° quartile	5212.8	3.24	4.52E+08	11.564	0.98
3° quartile	5831.3	3.63	4.65E+08	11.652	0.99
IQR	618.5	0.39	13110000	0.088	0.01
Q1-1.5*IQR	4285.05	2.655	4.32E+08	11.432	0.965
Q3+1.5*IQR	6759.05	4.215	4.84E+08	11.784	1.005

I_B [-] **0.98**

TEMPERATURA -21°					
Test	Failure stress [kPa]	Failure strain [%]	$ G^* $ (10 rad/s) [Pa]	δ (10 rad/s) [°]	I_B [-]
T1	5342.0	3.2	4.65E+08	11.44	0.99
T2	5831.3	3.9	4.57E+08	11.59	0.97
T3	5893.8	3.6	4.83E+08	11.56	0.98
T4	5212.8	3.3	4.52E+08	11.73	0.98

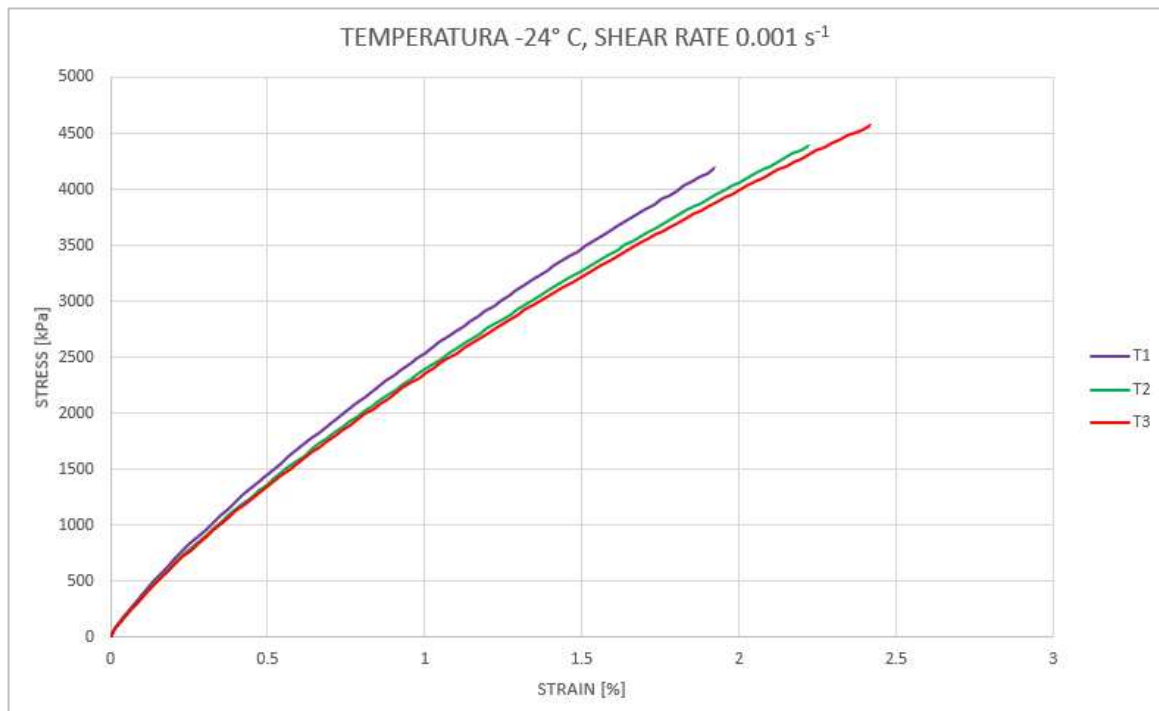


Temperatura -24 °C

TEMPERATURA -24°					
Test	Failure stress [kPa]	Failure strain [%]	$ G^* $ (10 rad/s) [Pa]	δ (10 rad/s) [°]	I_B [-]
T1	4185.2	1.9	5.10E+08	11.04	1.00
T2	4383.5	2.2	4.83E+08	11.09	1.00
T3	4571.9	2.4	4.75E+08	11.17	1.00

1° quartile	4284.35	2.06	4.79E+08	11.064	1
3° quartile	4477.7	2.305	4.96E+08	11.127	1
IQR	193.35	0.245	17430000	0.063	0
Q1-1.5*IQR	3994.325	1.6925	4.53E+08	10.9695	1
Q3+1.5*IQR	4767.725	2.6725	5.23E+08	11.2215	1

I_B [-]	1.00
-----------	------



ALLEGATO 2: DETERMINAZIONE MMVT PER LE QUATTRO MISCELE

In questo allegato sono riportati i risultati delle prove MMVT condotte sulle quattro miscele, con relativa determinazione del contenuto di miscela necessario per un singolo provino.

MISCELA A

MISURAZIONE 1		
T	21.0	°C
ρ_w	0.998	Mg/m ³
m ₁	917.0	g
m ₂	1688.6	g
m ₃	2731.0	g
V _{pyk}	0.001348089	m ³
ρ_{MMVT}	2.541	g/cm ³

MISURAZIONE 2		
T	21.9	°C
ρ_w	0.998	Mg/m ³
m ₁	889.2	g
m ₂	1692.5	g
m ₃	2682.3	g
V _{pyk}	0.00130872	m ³
ρ_{MMVT}	2.536	g/cm ³

MISCELA A		
ANALISI STATISTICA		
ρ_{MMVT}	2.538	g/cm ³
dev.standard	0.0037	g/cm ³
ripetibilità	0.005	g/cm ³

Dprovino	150	mm
hprovino	140	mm
Vprovino	2474	cm ³
% vuoti	7.00	%
% conglomerato	93.00	%
massa provino	5840.16	g

MISCELA B

MISCELA B		
ANALISI STATISTICA		
ρ_{MMVT}	2.554	g/cm ³
dev.standard	0.0029	g/cm ³
ripetibilità	0.004	g/cm ³

MISURAZIONE 1		
T	21.1	°C
ρ_w	0.998	Mg/m ³
m ₁	917.1	g
m ₂	1707.2	g
m ₃	2744.2	g
V _{pyk}	0.001348089	m ³
ρ_{MMVT}	2.556	g/cm ³

MISURAZIONE 2		
T	21.3	°C
ρ_w	0.998	Mg/m ³
m ₁	889.2	g
m ₂	1699.7	g
m ₃	2688.9	g
V _{pyk}	0.00130872	m ³
ρ_{MMVT}	2.552	g/cm ³

D provino	150	mm
h provino	140	mm
Vprovino cm3	2474	cm ³
% vuoti	7.00	%
% conglomerato	93.00	%
massa provino	5877.41	g

MISCELA C

MISCELA C		
ANALISI STATISTICA		
ρMMVT	2.533	g/cm³
dev.standard	0.0031	g/cm ³
ripetibilità	0.004	g/cm ³

MISURAZIONE 1		
T	21.2	°C
ρ _w	0.998	Mg/m ³
m ₁	917.1	g
m ₂	1735.6	g
m ₃	2758.2	g
V _{pyk}	0.001348089	m ³
ρMMVT	2.530	g/cm³

MISURAZIONE 2		
T	21.3	°C
ρ _w	0.998	Mg/m ³
m ₁	889.2	g
m ₂	1664.9	g
m ₃	2665.6	g
V _{pyk}	0.00130872	m ³
ρMMVT	2.535	g/cm³

D provino	150	mm
h provino	140	mm
Vprovino cm3	2474	cm ³
% vuoti	7.00	%
% conglomerato	93.00	%
massa provino	5827.18	g

MISCELA D

MISCELA D		
ANALISI STATISTICA		
ρ_{MMVT}	2.561	g/cm^3
dev.standard	0.0010	g/cm^3
ripetibilità	0.001	g/cm^3

MISURAZIONE 1		
T	21.5	$^{\circ}C$
ρ_w	0.998	Mg/m^3
m_1	917.1	g
m_2	1706.3	g
m_3	2744	g
Vpyk	0.001348089	m^3
ρ_{MMVT}	2.560	g/cm^3

MISURAZIONE 2		
T	21.4	$^{\circ}C$
ρ_w	0.998	Mg/m^3
m_1	889.2	g
m_2	1692	g
m_3	2685.3	g
Vpyk	0.00130872	m^3
ρ_{MMVT}	2.562	g/cm^3

D provino	150	mm
h provino	140	mm
Vprovino cm3	2474	cm^3
% vuoti	7.00	%
% conglomerato	93.00	%
massa provino	5892.04	g