



UNIVERSITÀ POLITECNICA DELLE MARCHE

FACOLTÀ DI INGEGNERIA

DIPARTIMENTO DI INGEGNERIA CIVILE, EDILE E
DELL'ARCHITETTURA (DICEA)

CORSO DI LAUREA MAGISTRALE IN INGEGNERIA CIVILE

Valutazione di diversi tipi di lignina per la produzione di bioleganti

Evaluation of different types of lignin for the production of bio-binders

Relatore:

Prof. Francesco Canestrari

Tesi di laurea di:

Pamela Santini

Correlatore:

Prof. Ing. Fabrizio Cardone

Anno accademico 2020/2021

Sommario

Introduzione	3
Conglomerati bituminosi per applicazioni stradali	6
1.1 Pavimentazioni stradali in conglomerato bituminoso	6
1.2 Aggregati.....	8
1.3 Leganti.....	10
1.4 Bio-leganti.....	13
Stato dell'arte	15
2.1 Bio-materiali nelle applicazioni stradali.....	15
2.2 La lignina come bio-legante.....	16
2.3 Impiego della lignina in letteratura	19
Indagine sperimentale	23
3.1 Inquadramento del progetto	23
3.2 Materiali	24
3.2.1 Bitumi.....	25
3.2.2 Lignina	26
3.2.3 Aggregati.....	28
3.2 Apparecchiature e metodi.....	32
3.2.1 Miscelatore Ross	32
3.2.2 Prova di penetrazione	34
3.2.3 Prova di palla – anello	36
3.2.4 Rotoviscosimetro.....	38
3.2.5 RTFOT (Rolling Thin Film Oven Test)	41
3.2.6 Miscelatore Infratest.....	43
3.2.8 Caratterizzazione volumetrica.....	47
3.2.9 Misura della rigidità	48
3.2.10 Misura della resistenza	52
3.3 Programma sperimentale.....	55
3.3.1 Studio della fase legante.....	56
3.3.2 Caratterizzazione meccanica dei conglomerati bituminosi	59
3.4 Nomenclatura dei provini.....	63
Risultati della sperimentazione	65
4.1 Fase legante.....	65
4.1.1 Prova di Penetrazione.....	65
4.1.2 Prova di palla-anello.....	69
4.1.3 Prova di Viscosità.....	70

4.2 Miscele in conglomerato bituminoso	73
4.2.1 Studio del mix-design.....	73
4.2.2 Caratterizzazione meccanica	81
Conclusioni	95
References.....	98
Bibliografia	99

Introduzione

Nel corso degli ultimi decenni, uno dei più grandi problemi verificatisi è la crescente domanda di risorse esauribili come il petrolio e i suoi derivati, pertanto, deriva la necessità di ricercare fonti alternative e rinnovabili che garantiscono la salvaguardia e la rigenerazione di tali risorse, nel tempo. Tale problema ha portato a notevoli problematiche ambientali, che si sono ripercosse anche nell'ingegneria civile nel settore delle infrastrutture di trasporto. Infatti, il bitume – un derivato del petrolio - è il materiale fondamentale per la realizzazione delle pavimentazioni stradali flessibili in quanto viene impiegato come legante, quindi numerosi ricercatori si sono domandati se esistono alternative al bitume da poter impiegare nelle pavimentazioni stradali. Per perseguire tale scopo, essi si stanno occupando di generare bitume non più da combustibili fossili bensì da materia organica rinnovabile, essendo questa efficiente, economica e rispettosa dell'ambiente, in modo da limitare l'esaurimento delle fonti energetiche naturali.

Dunque, numerosi ricercatori stanno studiando se è possibile sostituire parzialmente o totalmente il legante bituminoso con materiali provenienti da risorse rinnovabili che presentano non solo il vantaggio di essere sempre reperibili e non esauribili, ma presentano anche una sostenibilità ambientale ed economica, infatti l'impiego di bio-leganti andrebbe a ridurre le emissioni di CO₂ durante le varie fasi di lavorazione del petrolio, andando quindi a ridurre la concentrazione dei gas serra nell'atmosfera. I materiali in questione sono definiti bio-leganti (o *bio-binder* in inglese) e vengono estratti da biomassa o rifiuti organici, tra i quali si annoverano quelli provenienti da legno di scarto, rifiuti animali, rifiuti della vita quotidiana, ma si possono ottenere anche da soia, colza, mais, oli da cucina esausti, ecc.

La presente Tesi di Laurea si occupa di studiare la possibile sostituzione parziale del bitume con la lignina per la produzione di bio-leganti. La lignina è considerata il secondo bio-polimero più diffuso sulla Terra e rappresenta un bio-materiale a tutti gli effetti in quanto non è nociva e può essere facilmente reperibile in natura, infatti, generalmente, viene ottenuta da materiali di scarto

come il legno, la carta, il mais, la paglia, ma anche dalle industrie di biocarburanti e dai processi agricoli.

Nello specifico, vengono studiati tre possibili bio-leganti prodotti a partire da tre tipi di bitumi di diversa consistenza sostituiti con tre diversi tipi di lignina in diversi dosaggi tali da massimizzare l'impiego di essa. I bio-leganti prodotti devono presentare le caratteristiche prestazionali, determinate per mezzo di prove di laboratorio, confrontabili con quelle del legante di riferimento, ovvero il bitume 50/70 maggiormente utilizzato nelle nostre latitudini per la realizzazione degli strati legati delle pavimentazioni stradali flessibili. Le combinazioni bitume-lignina che hanno riscontrato caratteristiche confrontabili al bitume di riferimento, vengono impiegati nel successivo studio inerente alla produzione di miscele in conglomerato bituminoso da sottoporre alla caratterizzazione meccanica in termini di modulo di rigidezza, resistenza e suscettibilità all'acqua. Le proprietà dei bio-leganti vengono studiate in condizioni "tal quali" e di invecchiamento a breve termine, da confrontare con quelle relative al bitume di riferimento nel rispetto delle prescrizioni del Capitolato Speciale d'Appalto ANAS.

Dunque, gli obiettivi da raggiungere nella presente sperimentazione sono:

- Valutazione della possibilità di sostituire parte del bitume con lignina in modo da massimizzare l'impiego di quest'ultima ed ottenere prestazioni confrontabili al bitume di riferimento;
- Studio del mix-design di miscele in conglomerato bituminoso per la realizzazione di uno strato di binder contenente bio-legante e RAP;
- Confronto prestazionale dei conglomerati bituminosi prodotti con i bio-leganti rispetto alla miscela di riferimento.

Il presente elaborato è strutturato in quattro capitoli oltre all'introduzione:

- Capitolo 1: "Conglomerati bituminosi per applicazioni stradali", relativo alla descrizione dell'impiego dei conglomerati bituminosi in campo stradale e dei materiali impiegati per la sua realizzazione: aggregati, leganti e/o bio-leganti;
- Capitolo 2: "Stato dell'arte" in cui viene presentato il bio-materiale impiegato nella sperimentazione, ovvero la lignina;
- Capitolo 3: "Indagine sperimentale", in cui vengono descritti i materiali impiegati, le apparecchiature e i metodi utilizzati e viene descritta l'indagine sperimentale;
- Capitolo 4: "Risultati della sperimentazione", relativo alla presentazione e discussione dei risultati ottenuti dalle prove effettuate sia sui leganti che sui conglomerati bituminosi;
- Conclusioni.

Capitolo 1

Conglomerati bituminosi per applicazioni stradali

1.1 Pavimentazioni stradali in conglomerato bituminoso

Con il termine pavimentazione stradale si indica la sovrastruttura interessata dal moto dei veicoli, atta a garantire nel tempo la transitabilità del traffico veicolare in condizioni di confort e sicurezza, rispettando sia requisiti strutturali che funzionali. I requisiti strutturali comprendono la portanza, ovvero la capacità di sopportare i carichi veicolari, e la durabilità, cioè la resistenza ai fenomeni di degrado, entrambi dipendenti dalla tipologia di sovrastruttura. I requisiti funzionali invece sono connessi a confort e sicurezza di guida, includono regolarità del piano viabile e aderenza pneumatico-piano di rotolamento. Tradizionalmente la pavimentazione stradale è costituita da più strati sovrapposti realizzati con materiali differenti in cui ciascuno assolve funzioni specifiche e presenta pertanto caratteristiche peculiari, che possono differire sia in funzione della tipologia costruttiva della sovrastruttura stradale che in funzione delle sollecitazioni di traffico e ambientali. Sulla base delle caratteristiche dei materiali costituenti e dello spessore degli strati si distinguono tre tipologie costruttive di pavimentazioni:

- Flessibili,
- Semi-rigide,
- Rigide.

In generale, risalendo dalle quote più profonde verso la superficie, si possono individuare i seguenti strati di qualità crescente (Figura 1.1):

- Sottofondo,
- Fondazione,

- Base,
- Binder o strato di collegamento,
- Usura.

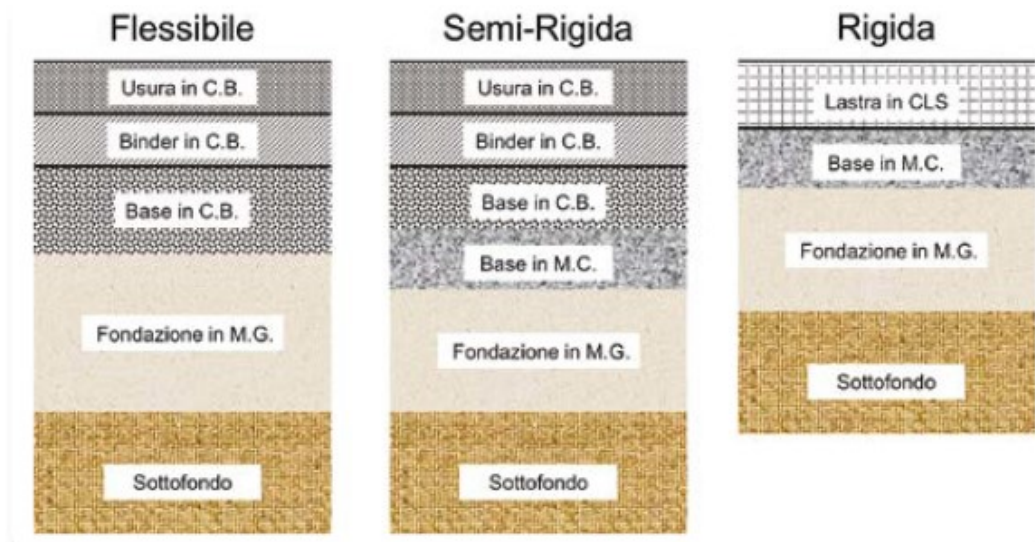


Figura 1. 1 Rappresentazione grafica degli strati del pacchetto stradale

La maggior parte delle strade della rete viaria urbana ed extraurbana sono costituite da pavimentazioni flessibili con lo strato di usura in conglomerato bituminoso che si appoggia su uno strato di binder o di collegamento e uno strato di base, anch'essi in conglomerato bituminoso, ed infine, lo strato di fondazione in misto granulare stabilizzato o non stabilizzato che trasferisce i carichi al sottofondo. Questo tipo di pavimentazione permette una più graduale distribuzione dei carichi al piano di sottofondo rispetto alle altre due tipologie.

Il meccanismo di resistenza tale tipo di pavimentazione è basato sul concetto di flessibilità, ovvero la pavimentazione deve essere in grado di resistere ai carichi senza deformarsi né fessurarsi e deve essere in grado di flettersi efficacemente a seguito dell'applicazione dei carichi di traffico senza superare la resistenza a trazione nella zona di massima tensione, ovvero alla base degli strati legati.

Come precedentemente indicato, negli strati legati della pavimentazione flessibile viene impiegato il conglomerato bituminoso, una miscela accuratamente proporzionata di aggregati lapidei, filler, legante bituminoso ed eventualmente additivi, generalmente confezionata a caldo in specifici impianti. Il conglomerato bituminoso è composto principalmente da uno scheletro solido costituito dagli aggregati lapidei immersi in una matrice legante costituita dal bitume che garantisce consistenza e coesione alla miscela conferendo quindi un comportamento visco-elastico con risposta reologica variabile in funzione dei modi e dei tempi di applicazione dei carichi, nonché della temperatura.

Il conglomerato deve essere progettato in modo da garantire durabilità e funzionalità in esercizio, quindi non deve subire deformazioni permanenti e ammaloramenti come le fessurazioni, e deve rispondere efficacemente anche alla fatica ovvero alle sollecitazioni cicliche indotte dal passaggio dei veicoli.

Il piano viabile, costituito dallo strato di usura, deve garantire regolarità e aderenza tra pneumatico e pavimentazione, in modo da assicurare il transito dei veicoli in condizioni ottimali di confort e sicurezza, sia nel caso di pavimentazione asciutta che di pavimentazione bagnata. A tal proposito, lo strato di usura deve essere caratterizzato da un'elevata rugosità superficiale. Infatti, è possibile fornire un'ulteriore classificazione in funzione delle caratteristiche volumetriche della miscela in cui si distinguono i conglomerati bituminosi:

- Aperti o drenanti,
- Chiusi,

Le prime presentano una percentuale di vuoti tra il 16 e il 27%, mentre i conglomerati bituminosi chiusi presentano vuoti residui tra il 3-8%. Nonostante le caratteristiche meccaniche dei conglomerati chiusi dovrebbero essere superiori per la presenza di maggiori legami e punti di contatto tra i granuli per il trasferimento degli sforzi, l'impiego di conglomerati drenanti negli strati di usura permette di smaltire l'acqua meteorica che si accumula in superficie, con notevoli vantaggi in termini di sicurezza per il transito dei veicoli.

La percentuale di vuoti che contraddistingue i conglomerati chiusi da quelli drenanti dipende essenzialmente dalla composizione granulometrica degli aggregati. Inoltre, nel caso di miscele chiuse la granulometria è di tipo continuo mentre per i conglomerati drenanti è di tipo discontinuo, ovvero è priva della frazione granulometrica intermedia. Inoltre, al diminuire della percentuale di vuoti si ottengono generalmente caratteristiche meccaniche superiori perché un maggior incastro intergranulare garantisce una maggiore stabilità e un maggior numero di punti di contatto tra i granuli per un più adeguato trasferimento dei carichi.

Di seguito si descriveranno nel dettaglio i vari componenti delle miscele in conglomerato bituminoso.

1.2 Aggregati

Gli aggregati rappresentano la fase solida dei conglomerati bituminosi costituita da particelle granulari di origine minerale. Solitamente gli aggregati costituiscono l'80-85% del volume delle miscele (circa il 95% in peso). La designazione dell'aggregato viene definita in base alle sue

dimensioni rispetto al setaccio inferiore (d) e superiore (D), espressa come d/D , quindi possiamo distinguere:

- Aggregato grosso con $D < 31,5\text{mm}$ e $d > 4\text{mm}$;
- Aggregato fine con $D < 4\text{mm}$ e $d = 0\text{mm}$
- Filler, la parte passante al setaccio $0,063\text{mm}$ che viene aggiunto alla miscela per conferire determinate proprietà.

Gli aggregati classificati come grossi e fini vengono ottenuti da cave a seguito della lavorazione di materiali vari, sia naturali che artificiali, ma anche riciclati.

Gli aggregati naturali sono materiali ricavati da rocce con particolari caratteristiche di resistenza mediante un processo di frantumazione artificiale ed una successiva vagliatura, solitamente provengono da rocce compatte o sciolte frantumate, tondeggianti o a spigoli vivi. Successivamente alla vagliatura il materiale deve presentare un prestabilito assortimento granulometrico e precise caratteristiche meccaniche in conformità con la Normativa e i Capitolati Speciali d'Appalto.

Gli aggregati artificiali, invece, sono aggregati prodotti industrialmente, ad esempio mediante fusione ad alte temperature di minerali o rocce. In funzione del prodotto di partenza e del tipo di lavorazione possono ottenersi diversi materiali con diverse proprietà come ad esempio loppa d'altoforno, cenere volante, argilla espansa.

Gli aggregati riciclati sono ottenuti da materiali di C&D o derivanti dalla rimozione di pavimentazioni esistenti da cui si ottiene il cosiddetto fresato o RAP (*Reclaimed Asphalt Pavement*). L'impiego di materiali riciclati per la produzione di miscele bituminose si è diffuso negli ultimi decenni e il fresato ne costituisce il componente principale. Il fresato, infatti, è il materiale recuperato mediante fresatura dagli strati ammalorati della pavimentazione e proviene solitamente dagli strati di base, binder e usura. Questo materiale utilizzato in sostituzione agli aggregati naturali, presenta numerosi vantaggi tra i quali:

- La riduzione dell'impiego di materie prime vergini;
- La riduzione delle problematiche e dei costi legati allo smaltimento del materiale (infatti in discarica verrebbe trattato come rifiuto speciale);
- La riduzione dei costi di trasporto in caso di riciclaggio a freddo in situ.

Dunque, il fresato viene ottenuto da tecniche di riciclaggio classificate in base alla temperatura, distinguendo il riciclaggio a caldo dal riciclaggio a freddo, e in base al luogo di confezionamento che può essere in situ o in impianto.

1.3 Leganti

Il bitume è un legante idrocarburico, che può esistere allo stato naturale, formato in seguito a fenomeni geologici naturali, oppure può avere origini industriali, cioè ricavato dai processi di distillazione del petrolio grezzo. Quest'ultimo metodo è quello prevalentemente utilizzato. Le caratteristiche dei bitumi provenienti dalla raffinazione del petrolio dipendono fortemente dalla tipologia di grezzo di partenza e dal processo di produzione utilizzato. In particolare, la composizione dei grezzi risulta fortemente variabile, persino nell'ambito della stessa zona di produzione.

Il bitume si presenta con un colore bruno o nerastro e dal punto di vista chimico-fisico può essere rappresentato come un sistema multifase che comprende una componente oleosa (saturi e aromatici) all'interno della quale sono disperse sostanze insolubili dette asfalteni ricoperti di resine (Figura 1.2). L'insieme di saturi, aromatici e resine viene definita malteni. Ogni componente svolge una specifica funzione: gli asfalteni sono strutture complesse che determinano il comportamento del bitume al variare della temperatura, ottenendo dunque un comportamento viscoso, elastico o plastico, determinando anche la resistenza alle sollecitazioni meccaniche. I saturi e gli aromatici sono sostanze chimiche che influiscono sul comportamento del bitume alle alte temperature conferendogli la capacità di ricoprire estese superfici di altro materiale; mentre le resine conferiscono le proprietà adesive, la flessibilità e la duttilità al bitume quando viene sottoposto alle sollecitazioni.

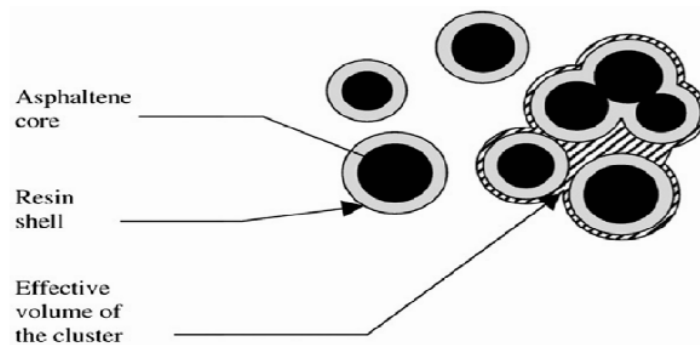


Figura 1. 2 Rappresentazione grafica del sistema multifase del bitume

Il bitume rappresenta una parte fondamentale dei conglomerati bituminosi, è la componente legante che conferisce alle miscele in conglomerato caratteristiche come:

- L'adesione, ovvero il legame tra bitume e aggregati;
- La coesione, il legame tra le particelle di bitume;
- L'impermeabilizzazione.

Inoltre, il bitume è un materiale termo-dipendente cioè risente delle variazioni di temperatura a cui è sottoposto variando quindi la sua consistenza, infatti si ottiene un materiale:

- Semi-liquido, facilmente lavorabile alle alte temperature di miscelazione e compattazione;
- Semi-solido, alle temperature intermedie di esercizio con una consistenza compatta e resistente.

La termo-dipendenza è una caratteristica fondamentale da considerare durante la vita di esercizio del conglomerato bituminoso, quindi della pavimentazione, quando è sottoposto a condizioni climatiche differenti. Essa viene influenzata anche dalla viscosità, infatti il bitume è un materiale viscoso, dunque il suo comportamento risente della frequenza con cui viene caricato. Pertanto, è necessaria una scelta del legante più idoneo da utilizzare in funzione delle condizioni di carico e delle condizioni ambientali cui la pavimentazione sarà soggetta durante la sua vita utile.

Un'ulteriore caratteristica del bitume è inerente alla sua reologia, in particolare al rapporto tra asfalteni, malteni e resine. Infatti, la proporzione tra tali costituenti non rimane costante nel tempo ma tende a variare a seguito dell'interazione chimica tra il bitume e l'ossigeno. Si parla dunque di invecchiamento del bitume che viene studiato in condizioni sia di "breve termine" che di "lungo termine": il primo, è legato all'esposizione del legante ad elevate temperature durante le fasi di miscelazione e compattazione, trasporto e posa in opera, mentre l'invecchiamento a lungo termine si manifesta in sito durante tutto l'arco della vita utile della pavimentazione ed è determinato dall'esposizione del materiale agli agenti atmosferici come irraggiamento solare, acqua e vento. Durante la fase di invecchiamento, il bitume subisce fenomeni di ossidazione che comportano la perdita delle componenti volatili più leggere, ossia i malteni. Di conseguenza, il legante risulta più ricco di asfalteni, la componente più dura e consistente, e tende quindi a diventare più rigido, ma anche potenzialmente più fragile e maggiormente esposto al fenomeno della fessurazione. L'aspetto dell'invecchiamento rappresenta una peculiarità rispetto all'uso di materiale recuperato da vecchie pavimentazioni nel confezionamento di nuovi conglomerati bituminosi tramite la tecnica del riciclaggio a caldo.

Un legante ottimale per i conglomerati bituminosi sarebbe quello in grado di garantire una consistenza costante e sufficientemente elevata in tutto il range delle temperature di esercizio cui è sottoposta la pavimentazione nell'arco di vita utile. Analizzando, però, il comportamento di un bitume "tal quale" al variare della temperatura, si ricava un andamento non corrispondente a quello ideale, infatti occorre considerare che negli ultimi decenni sono state apportate modifiche ai processi di distillazione del petrolio in modo da aumentare l'estrazione di prodotti maggiormente pregiati e remunerativi, che d'altronde hanno provocato ripercussioni negative in termini di qualità del bitume conferendo una maggiore tendenza all'indurimento durante la miscelazione e la stesa del conglomerato bituminoso. Quindi, le miscele in conglomerato che impiegano il bitume tal quale sono potenzialmente più soggette a fenomeni di fessurazione,

dunque, per ovviare questi problemi e per migliorare le prestazioni del conglomerato, facendogli assumere un comportamento più simile possibile a quello di un bitume ideale, si è ricorsi all'impiego di bitumi modificati con aggiunta di componenti esterne (Figura 1.3).

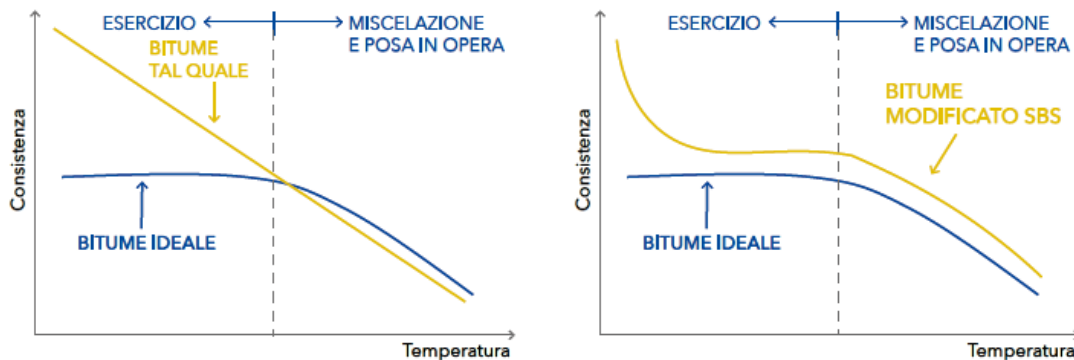


Figura 1. 3 Comportamento del bitume tradizionale e modificato in funzione della temperatura rispetto al comportamento ideale

La componente esterna più utilizzata per la produzione di leganti modificati è il polimero da cui si ottiene il cosiddetto bitume modificato con aggiunta di polimeri. I polimeri maggiormente utilizzati per la modifica del bitume sono i polimeri termoplastici di tipo plastomerico o elastomerico. I polimeri termoplastici plastomerici sono materiali in cui la deformazione elastica può essere accompagnata anche da una deformazione permanente, relativamente grande. Le principali tipologie di plastomeri più utilizzati sono:

- EVA (etilene-vinilacetato)
- EBA (etilene-butilacrilato)
- EMA (etilene-metilacrilato)
- PIB (polisobutylene).

Per quanto concerne i polimeri termoplastici elastomerici, essi sono materiali in cui la deformazione risulta prevalentemente elastica, dunque si distinguono le seguenti tipologie:

- SBS (stirene-butadiene-stirene)
- SB (stirene-butadiene)
- SIS (stirene-isoprene-stirene)
- SBR (random).

I più utilizzati nei bitumi modificati sono proprio questi ultimi, ovvero i polimeri termoplastici stirenici che danno vita ai “bitumi elastomerizzati”.

Un'ulteriore classificazione viene fatta secondo la percentuale di polimero contenuta nel bitume, distinguendo quindi tre livelli di modifica:

- Soft, quando l'aggiunta di polimero è circa l'1,8%;

- Medium, con aggiunta di polimero del 2,8%;
- Hard, con aggiunta di polimero del 3,8%.

La modifica con polimeri comporta una variazione delle caratteristiche fisiche, chimiche e reologiche del materiale, generalmente migliori rispetto alle caratteristiche di un bitume tal quale, come:

- Minore sensibilità alle escursioni termiche;
- Maggiore resistenza all'accumulo di deformazioni permanenti;
- Miglior comportamento nei climi freddi;
- Maggiore resistenza a fatica;
- Riduzione della tendenza all'invecchiamento;
- Maggiore adesione tra la componente legante e lapidea.

Grazie a tali caratteristiche si raccomanda l'impiego di bitumi modificati con polimero laddove sono richieste particolari caratteristiche di resistenza meccanica e adesione come per le miscele di conglomerato bituminoso drenante o trattamenti superficiali sottoposti ad elevato traffico veicolare, ma anche nelle nuove opere e risanamento profondo.

1.4 Bio-leganti

Nel settore delle infrastrutture di trasporto, il bitume è il materiale maggiormente utilizzato per la realizzazione delle pavimentazioni flessibili, quindi negli ultimi decenni la crescente domanda di risorse non rinnovabili come il petrolio, ha creato grandi problemi tra cui la ricerca di fonti innovative e rinnovabili che assicurano la salvaguardia e la generazione di tali risorse nel tempo, volte a minimizzare l'impatto ambientale in termini di consumo di energia e di emissioni, aumentando al contempo la durabilità e massimizzando l'utilizzo di materiali riciclati.

Pertanto, la ricerca scientifica si sta sempre più orientando verso l'idea di sostituire totalmente o parzialmente il legante bituminoso con materiali provenienti da risorse rinnovabili che siano anche più sostenibili verso l'ambiente. A questo fine, si stanno studiando dei leganti alternativi, conosciuti come bio-leganti (in inglese *bio-binder*), come potenziali sostituti del bitume, che possono essere ottenuti come scarti dei processi industriali o come rifiuti della vita quotidiana, in modo da evitare lo smaltimento in discarica. In questo modo si promuove il riciclo dei rifiuti riducendo le spese che le imprese devono sostenere per lo smaltimento di essi in discarica. Un materiale rinnovabile per essere idoneo deve possedere alcuni requisiti di base:

- Non deve comportare rischi per l'ambiente e per la salute e la sicurezza dei lavoratori;
- La miscela contenente bio-legante deve essere riciclabile;

- Le prestazioni del bio-legante rispetto al bitume tal quale devono essere migliori, senza aumentare i costi della miscela finale, oppure a fronte di una leggera diminuzione delle prestazioni il costo deve rimanere invariato;
- Deve essere reperibile in grandi quantità;
- Deve essere compatibile con le caratteristiche del bitume.

I bio-leganti maggiormente studiati sono quelli a base di oli vegetali e prodotti di scarto del legno, ma anche lipidi provenienti da microalghe soprattutto per una sostituzione totale del bitume, mentre per una sostituzione parziale del bitume vengono impiegati lignina, bio-oli derivanti dagli scarti di olio da cucina o dalla lavorazione del letame suino. In particolare, questi leganti per essere idonei come sostituti del bitume devono possedere delle proprietà affini ad esso, dunque sono necessarie sperimentazioni e approfondimenti.

Capitolo 2

Stato dell'arte

2.1 Bio-materiali nelle applicazioni stradali

Negli ultimi decenni il termine “sostenibilità” sta ricoprendo un ruolo sempre più importante in ambito ingegneristico sia per questioni economiche che ambientali. Per quanto riguarda l’ambito delle infrastrutture dei trasporti, diversi ricercatori si stanno occupando della ricerca di materiali bio-rinnovabili come potenziali sostituti del bitume, il materiale derivante dal petrolio, dunque da una fonte non rinnovabile, maggiormente impiegato per la realizzazione di pavimentazioni stradali. L’impiego di bio-leganti andrebbe a ridurre le emissioni di CO₂ durante le varie fasi di lavorazione del petrolio, [1] andando quindi a ridurre la concentrazione dei gas serra nell’atmosfera.

L’impiego di bio-materiali per applicazioni in campo stradale può essere vantaggioso nei climi freddi, per migliorare la lavorabilità del conglomerato bituminoso e nelle operazioni di riciclaggio del fresato.

In letteratura sono state studiate numerose tipologie di potenziali bio-leganti da impiegare come sostituti parziali o totali del bitume, come:

- Leganti a base di oli vegetali;
- Leganti derivanti da scarti della lavorazione del legno;
- Leganti derivanti da micro-alghe;
- Leganti contenenti lignina;
- Leganti derivanti da olio di scarto di cucina;
- Leganti contenenti bio-oli derivanti dalla lavorazione del letame suino
- ...

Secondo Airy et al. [2], è possibile utilizzare i bio-binder come sostituti del bitume con tre diverse modalità:

- Modificatore di bitume, se la sostituzione del bitume è inferiore al 10%;
- Estensore del bitume, se la sostituzione è compresa tra il 10 e il 75%;
- Legante alternativo, se la sostituzione è pari al 100% (sostituzione totale).

La maggior parte dei materiali rinnovabili proposti come sostituzione del bitume per uso stradale sono di origine vegetale e molti di essi sono ottenuti come scarti della lavorazione del legno, ma si possono annoverare anche oli da cucina esausti, biomasse e olii vegetali derivanti da soia, semi di lino, colza, fagioli, semi di cotone, girasole, mais, ecc. Alcuni studi sono stati eseguiti anche su micro-alghe e materiali di origine animale come il letame suino, a seguito di opportuni trattamenti termici e/o chimici, come la pirolisi, l'esterificazione o la liquefazione idrotermica.

In relazione alla loro provenienza, i bio-leganti possono esistere sotto forma di polvere ma anche sotto forma oleosa. In relazione a questo, il legante bituminoso presenta effetti differenti: nella maggior parte dei casi i bio-oli provocano una diminuzione della viscosità, a prescindere dalla loro natura. Questo effetto è causato dalla viscosità del bio-olio stesso, che è molto più bassa rispetto ai tipici valori dei bitumi medi o duri. Inoltre, con l'utilizzo dei bio-oli si nota anche un aumento del valore del grado di penetrazione e una diminuzione del punto di rammollimento, che potrebbe essere un vantaggio sul comportamento del legante alle basse temperature, ma possono peggiorare le prestazioni alle alte temperature di esercizio. Tali effetti sono più significativi all'aumentare del dosaggio di bio-materiale. [2]

Diversamente, i bio-leganti sotto forma di polvere, come la lignina, aggiunti al bitume presentano, in generale, una diminuzione della viscosità soprattutto quando le temperature sono elevate. Tale effetto è più significativo all'aumentare del dosaggio del bio-materiale. Oltre a ciò, si verifica una riduzione del grado di penetrazione e un aumento del punto di rammollimento. [3]

Nel presente lavoro di Tesi si analizzerà l'impiego della lignina come bio-legante per una sostituzione parziale del bitume.

2.2 La lignina come bio-legante

Per rappresentare un bio-legante idoneo alla sostituzione del bitume, sia parzialmente che totalmente, esso deve essere caratterizzato da un comportamento simile al bitume stesso. [4] Diversi studi hanno rilevato che un ipotetico bio-legante da impiegare come sostituzione parziale del bitume è la lignina. Infatti, la lignina e il bitume sono costituiti dei componenti chimici simili,

ovvero i carboidri nella parte aromatica; questi fanno sì che questo bio-polimero possa essere impiegato nella produzione dei conglomerati bituminosi.

La lignina è un bio-polimero di origine vegetale e, dopo la cellulosa, rappresenta il secondo bio-polimero più diffuso sulla Terra [5]. La lignina è uno dei costituenti principali dei vegetali ed esplica la funzione legante, impartendo durezza e durabilità alla pianta. Annualmente oltre 50 milioni di tonnellate di lignina vengono prodotte dall'industria cartaria ma soltanto il 2% di essa viene utilizzato come bio-materiale, mentre il resto viene bruciato per recuperare gli additivi chimici, utilizzati nei processi di estrazione, oppure viene smaltita in discarica [6]. I bio-polimeri sono polimeri organici sintetizzati da microorganismi, piante, alberi e altri organismi biologici; in questa definizione rientrano anche i polimeri sintetizzati chimicamente dagli oli vegetali, resine, zuccheri, ed altre risorse biologiche [1]. Quindi i bio-polimeri sono prodotti da fonti rinnovabili che li rendono *environmentally friendly*, [6] infatti non sono nocivi e possono essere facilmente reperibili in natura in quanto vengono ottenuti da materiali di scarto come il legno, la carta, il mais, la paglia, ma anche dalle industrie di biocarburanti e dai processi agricoli.

In base alla biomassa da cui deriva, la lignina presenta diverse proprietà, infatti sul mercato si trova sotto forma di polvere se deriva da operazioni di scarto delle industrie, mentre quella derivante dai coprodotti del legno è una resina in quanto viene prodotta dall'incisione della corteccia degli alberi.

Riguardo la composizione della lignina, essa è un copolimero eterogeneo con una struttura complessa tridimensionale irregolare, composta da unità di fenil-propano connesse tra loro da vari legami tra cui quelli lineari carbonio-carbonio [7]. In particolare, la biomassa lignocellulosica è costituita principalmente da cellulosa (40-50%), emicellulosa (20-30%) e lignina (15-30%). Grazie a queste tipologie di legami particolari, la lignina quando viene miscelata al bitume, crea legami tridimensionali nella matrice bituminosa, dando vita a un aumento delle proprietà reologiche del bitume: alle elevate temperature gioca un ruolo importante nell'invecchiamento del bitume stesso. Nonostante diversi studi hanno dimostrato una possibile funzione antiossidante della lignina, questa caratteristica può essere veritiera solo se la quantità di lignina da sostituire al bitume è in quantità limitata. Inoltre, si verifica un importante impatto sul bio-legante alle alte temperature, con un aumento della resistenza alle deformazioni permanenti, ma anche alle basse temperature, con un aumento della resistenza alla rottura. Tali miglioramenti, però, sono fortemente dipendenti dalla composizione eterogenea e complessa della lignina che fa risultare di difficile predizione il comportamento della miscela alle basse e alte temperature. (Figura 2.1)

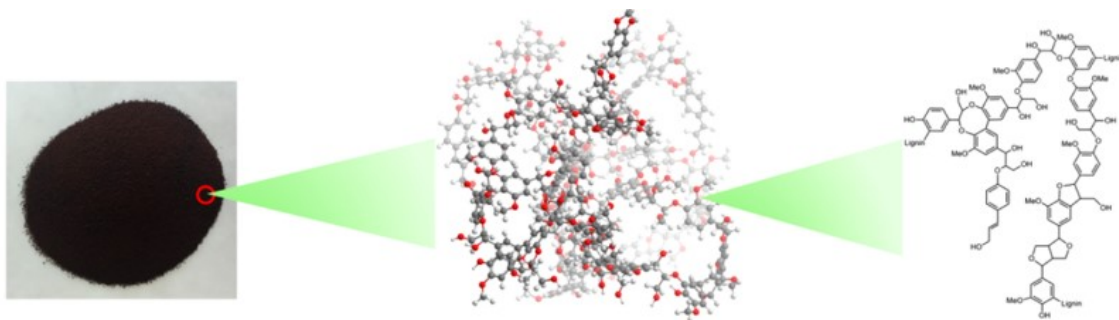


Figura 2. 1 Dettaglio inerente alla composizione chimica della lignina

La produzione di lignina avviene da una serie di lavorazioni come:

- Operazioni di pretrattamento, in cui la biomassa lignocellulosica viene compressa con vapore e successivamente riportata rapidamente alla pressione atmosferica, con conseguente frammentazione del materiale. È un trattamento a basso consumo energetico in quanto viene utilizzata unicamente l'acqua come solvente;
- Operazioni di separazione (*pulping*), in cui si rompono i legami tra cellulosa, emicellulosa e lignina;
- Estrazione acquosa, in cui si recupera l'emicellulosa idrosolubile, che viene successivamente idrolizzata in altri componenti minori;
- Estrazione organica, che consente di recuperare un liquido nero contenente lignina ad alte concentrazioni, successivamente seccato, per ottenere lignina in polvere;
- Recupero della cellulosa, che consente di recuperare un residuo a base di pasta di cellulosa utile nell'industria di carta e fibre.

In generale si può affermare che la lignina è un prodotto:

- Rinnovabile;
- Versatile;
- Disponibile in grandi volumi;
- Economicamente vantaggioso, in quanto è uno scarto dell'industria cartaria;
- Possessore di un alto contenuto energetico, a causa della presenza di anelli aromatici;
- Facilmente modificabile da un punto di vista chimico, per ottenere prodotti ad alto valore aggiunto come, ad esempio, sostituto parziale del bitume;
- Presente in percentuali importanti in molte specie vegetali, come la corteccia del legno, oppure la canapa, la paglia, il lino, ecc.

2.3 Impiego della lignina in letteratura

Come già accennato precedentemente, negli ultimi decenni diversi ricercatori stanno affrontando il problema associato al sovra-sfruttamento e alle risorse limitate di petrolio grezzo che può essere mitigato dall'utilizzo della lignina come sostituto parziale del bitume, infatti la lignina ha effetto benefico sull'impatto ambientale, quindi ha tutte le carte in regola per essere impiegata nella produzione di conglomerati per le pavimentazioni contribuendo all'obiettivo di creare costruzioni sostenibili.

Di seguito si riportano alcune osservazioni riguardanti studi presenti in letteratura sull'utilizzo di lignina come bio-legante. Generalmente vengono effettuati andando a sostituire diversi contenuti di lignina al bitume, riferiti come % in peso, e ne vengono studiate le proprietà reologiche. Le ricerche che, invece, prevedono la produzione di conglomerati bituminosi in cui la parte legante è rappresentata proprio dal bio-legante, descrivono la loro caratterizzazione meccanica.

Gao et al. hanno condotto uno studio sull'impiego di lignina in polvere proveniente da trucioli di legno di scarto. La lignina in questo caso è stata studiata come bio-additivo per modificare il bitume di base, ovvero sono state aggiunte quantità di lignina pari al 2, 4, 6 e 8% in peso di bitume all'interno del bitume di base (PG58-28) ai fini di valutarne le prestazioni reologiche alle alte temperature. Ne è risultato che la viscosità del bio-legante aumenta rispetto a quella del bitume di riferimento; inoltre, si verifica un aumento di rigidità del legante migliorando quindi la resistenza alle deformazioni alle alte temperature (resistenza all'ormaiamento). Si verifica anche un effetto molto importante riguardo alla reazione di ossidazione del legante, restituito dalla prova Rolling Thin Film Oven Test per lo studio dell'invecchiamento a breve termine sui leganti, la quale risulta ritardata rispetto alla risposta restituita dal bitume di base. [8]

A tal proposito è interessante analizzare un altro studio: come quello effettuato da Arafat et al. i quali hanno studiato le caratteristiche del bio-legante in condizioni non invecchiate e invecchiate, impiegando lignina in polvere. In particolare, è stata sostituita solo una piccola parte (il massimo dosaggio è pari al 6%) del bitume di base con lignina proveniente da lavorazioni differenti: lignina Kraft, lignina derivata dalla lavorazione del legno tenero (*black liquor*) ed infine, la lignina prodotta dalle bucce di riso. Si è verificato che la lignina proveniente dal *black liquor* è meno suscettibile all'invecchiamento a breve termine rispetto alle altre lignine in esame e rispetto al bitume di riferimento, soprattutto all'aumentare del contenuto di lignina. Invece, per quanto riguarda la lignina proveniente dalla lavorazione delle bucce di riso, ha restituito un indice di invecchiamento simile a quello del bitume di base, quindi ha mostrato prestazioni di invecchiamento soddisfacenti. La lignina proveniente dal *black liquor* e quella proveniente dalla lavorazione delle bucce di riso hanno restituito una maggior resistenza in termini di invecchiamento a lungo termine. [9]

Riguardo la lignina in polvere, essa è stata impiegata anche nello studio condotto da Zahedi et al. in cui la lignina è stata sostituita al bitume di riferimento (60/70) in varie percentuali in peso (3, 6, 9, 12%) e sono stati indagati i suoi effetti in termini di grado di penetrazione, punto di rammollimento, viscosità, indice di permeabilità e punto di rottura Frass. Nel presente studio, la lignina è stata ottenuta da alcuni trattamenti delle acque reflue delle cartiere in Iran, quindi oltre a migliorare le proprietà delle miscele, il suo impiego è vantaggioso in quanto riduce anche l'inquinamento ambientale. Ne è risultato che sostituendo lignina al bitume è diminuito il grado di penetrazione, aumentato il punto di rammollimento e la viscosità dinamica del legante. Il punto di rottura Frass invece è stato notevolmente ridotto se si aumenta il contenuto di lignina oltre il 6% in peso di bitume. Per il caso in esame è stato determinato che il contenuto ottimale di lignina da sostituire al bitume è del 6% in quanto è la quantità di materiale che restituisce sia ottime prestazioni che vantaggi economici e ambientali. [7]

Gli stessi autori hanno condotto una ricerca sulle proprietà meccaniche dei conglomerati bituminosi: lo studio è stato condotto confezionando miscele bituminose con l'aggiunta del 3, 6, 9 e 12% di lignina (proveniente dalle acque reflue delle cartiere in Iran) come sostituzione del bitume, sottoposte successivamente alla prova di fatica. In particolare, la lignina è stata prima miscelata al bitume con un miscelatore ad alto taglio rotante, nella quantità indicata precedentemente, e di seguito sono state confezionate le miscele in conglomerato bituminoso. I risultati di questo studio hanno indicato che si verifica un aumento della resistenza a fatica utilizzando lignina fino al 6% in peso di bitume, definito precedentemente come dosaggio ottimale per il caso in esame. [5]

Come già accennato precedentemente, in letteratura sono presenti anche studi in cui la lignina viene impiegata in forma liquida per la produzione di bio-leganti. Essa, generalmente, deriva da rifiuti di scarto di pannelli di legno o più in generale da rifiuti industriali, e viene impiegata come diluente nel bitume.

Perez et al. hanno ricercato la possibilità di impiegare dei rifiuti provenienti dall'industria di pannelli di legno, quindi contenenti lignina, all'interno del bitume. In particolare, tali rifiuti sono stati miscelati direttamente al bitume convenzionale in assenza di eventuali trattamenti, in percentuale pari a 5, 10, 20 e 40% in peso di bitume, e sottoposti alla caratterizzazione di base: studio del grado di penetrazione, punto di rammollimento, viscosità dinamica, modulo complesso e angolo di fase. I campioni sono stati miscelati utilizzando un miscelatore a taglio a velocità e temperatura controllata. Durante questa operazione si è verificato un rigonfiamento, ovvero la formazione di bolle nel materiale, risolta con un aumento della temperatura e del tempo di miscelazione. Dalle prove effettuate ne risulta che i valori di penetrazione tendono a diminuire all'aumentare della percentuale di scarto, pertanto la quantità di rifiuti miscelati incide sui valori

di penetrazione. Il punto di rammollimento aumenta all'aumentare della percentuale di lignina aggiunta. La viscosità dinamica invece diminuisce all'aumentare della temperatura, soprattutto all'aumentare della quantità di lignina. Ne risulta inoltre che alle alte temperature, aumenta il modulo complesso, quindi diminuisce l'angolo di fase, aumentando la resistenza all'ormaiamento. Questo accade per contenuti di lignina fino al 20%. Alle temperature intermedie, invece, si verifica una migliore resistenza alla fatica. In questo studio è stata indagata anche la stabilità allo stoccaggio in cui si è verificato che la sostituzione del 40% non risulta adatta a tale operazione, al contrario delle altre percentuali indagate, poiché le particelle più piccole si uniscono formando particelle di dimensioni maggiori che decantano quando il legante viene sottoposto alle alte temperature. [4]

Gli stessi autori hanno studiato il comportamento del bio-legante con lignina applicato nella produzione delle miscele in conglomerato bituminoso. La sostituzione avviene sempre nelle percentuali del 5, 10, 20, 40% in peso di bitume e sono state indagate la resistenza all'umidità e alla suscettibilità termica e la deformazione permanente. Nella prima fase dello studio, ovvero quella della miscelazione di tali rifiuti all'interno del bitume, si è verificato che tale operazione è risultata complicata per le percentuali più elevate (40%) in quanto si è formata una quantità di schiuma che non ha reso possibile concludere l'operazione. Inoltre, in questa operazione, quando si impiegano percentuali elevate di rifiuti (40-60%) si possono osservare ad occhio nudo alcune particelle cristallizzate di lignina. Nel complesso, le miscele contenenti lignina hanno mostrato una migliore resistenza ai danni causati dall'umidità rispetto alla miscela di riferimento, ovvero quella ottenuta senza l'aggiunta di lignina nel legante. Le miscele realizzate con il 20% di lignina presentano deformazioni permanenti inferiori rispetto alla miscela di riferimento. Infine, una percentuale di sostituzione del 20% circa è quella che risulta più ottimale anche in termini di sostenibilità ambientale ed economica. [1]

Come si osserva dai vari studi presenti in letteratura sull'impiego della lignina per la produzione di bio-leganti, è possibile affermare che essi restituiscono prestazioni a volte migliori, o comunque non penalizzanti rispetto ai leganti tradizionali impiegati oggi nelle pavimentazioni flessibili. Inoltre, presentano numerosi vantaggi mitigando i problemi ambientali ed economici in quanto contribuiscono alla riduzione dei rifiuti e alla diminuzione del consumo di bitume, materiale non rinnovabile ed esauribile nell'arco di qualche decennio.

Il presente lavoro di Tesi si occupa dell'impiego della lignina per la produzione di bio-leganti, analizzando le proprietà che ne derivano ed effettuando la caratterizzazione meccanica delle miscele in conglomerato bituminoso che presentano come legante il bio-legante stesso. Nello specifico, si impiega lignina in polvere, proveniente da scarti dell'industria del legno, miscelata all'interno di bitumi tradizionali in diversi dosaggi, per una sostituzione parziale del bitume. Tale

studio risulta innovativo rispetto a quanto è possibile consultare in letteratura in quanto la lignina viene dosata fino al 30% in peso di bitume, ai fini di determinare il contenuto massimo che può essere impiegato per la produzione di bio-leganti.

Capitolo 3

Indagine sperimentale

3.1 Inquadramento del progetto

La presente Tesi di Laurea si concentra sullo studio di diversi tipi di lignina impiegati per la produzione di bio-leganti. Infatti, come già detto in precedenza, negli ultimi anni si sta concretizzando la necessità di sostituire il bitume con materiali rinnovabili, detti bio-materiali, derivanti generalmente da prodotti di scarto delle industrie o da rifiuti quotidiani. Tale necessità scaturisce non solo per garantire la salvaguardia e la rigenerazione delle risorse non rinnovabili come il petrolio, ma anche per questioni economiche e di sostenibilità ambientale.

Nel presente elaborato si sono indagate diverse classi di bitume e diverse tipologie di lignina per la formazione del bio-legante; la miscelazione di bitume e lignina, in diversi contenuti, avviene applicando il concetto di “sostituzione” (o “*replacement*” in inglese). Quindi sono state studiate per prima cosa le prestazioni della fase legante e, a seguire, è stato ottimizzato il confezionamento delle miscele in conglomerato bituminoso per uno strato di binder per analizzarne le caratteristiche meccaniche, in termini di rigidità e resistenza. Per la produzione dei conglomerati bituminosi – quindi per la miscelazione e la successiva compattazione - sono state indagate le rispettive temperature applicando il concetto di “equiviscosità”. Tale concetto, introdotto dal programma *SHRP – Superpave*, si basa principalmente sulle proprietà reologiche del materiale come la viscosità dinamica.

La fase legante è stata studiata in termini di grado di penetrazione, punto di rammollimento e viscosità dinamica, mentre per le miscele in conglomerato bituminoso, sono stati messi a punto il mix design mediante l’ottimizzazione della curva granulometrica e del quantitativo di legante tali da garantire una buona lavorabilità (valutata mediante lo studio del Compaction Energy Index CEI), la caratterizzazione volumetrica e le caratteristiche meccaniche in termini di resistenza

alla trazione indiretta, suscettibilità all'acqua e moduli di rigidità. Queste ultime caratteristiche sono state studiate in due condizioni differenti: non invecchiate (*unaged*) e invecchiate (*aged*). Inoltre, tutte le proprietà dei bio-leganti e quindi delle miscele in conglomerato bituminoso sono state confrontate con quelle del bitume di riferimento, ovvero il bitume comunemente impiegato per la realizzazione delle pavimentazioni stradali delle nostre latitudini, per valutare una possibile applicazione della lignina come bio-legante in ambito stradale.

Di seguito verranno descritti nello specifico tutti i materiali, le apparecchiature utilizzate e i metodi di prova adoperati in questa sperimentazione, ricordando che gli obiettivi da soddisfare sono i seguenti:

- Valutazione della possibilità di sostituire parte del bitume con lignina in modo da massimizzare l'impiego di quest'ultima ed ottenere prestazioni confrontabili al bitume di riferimento;
- Studio del mix-design di miscele in conglomerato bituminoso per la realizzazione di uno strato di binder contenente bio-legante e RAP;
- Confronto prestazionale dei conglomerati bituminosi prodotti con i bio-leganti rispetto alla miscela di riferimento.

Per perseguire tale scopo, la sperimentazione si è suddivisa in due fasi principali:

1. Studio della fase legante, in cui sono state eseguite prove di:
 - a. Penetrazione,
 - b. Palla-anello,
 - c. Viscosità dinamica.
2. Studio della caratterizzazione meccanica dei conglomerati bituminosi, in cui sono state eseguite prove:
 - a. ITSM (in condizioni "*unaged/aged*"),
 - b. ITS (in condizioni "*unaged/aged*" e "*dry/wet*").

3.2 Materiali

Nella presente sperimentazione sono stati utilizzati quattro diverse classi di bitume tradizionale di cui una rappresenta quella di riferimento; a questa è stata sostituita la lignina di tre diverse tipologie e in diversi contenuti, al fine di massimizzare l'impiego di essa per ottenere prestazioni confrontabili con il bitume di riferimento.

3.2.1 Bitumi

I leganti bituminosi tradizionali impiegati nella presente sperimentazione sono stati forniti da diversi produttori, in particolare il bitume di riferimento è di origine italiana, mentre gli altri sono di origine svedese.

Secondo la classificazione dei bitumi (UNI EN 12591 – 2009) i leganti vengono classificati in diverse classi in funzione del grado di penetrazione, distinguendo bitumi più duri, solitamente impiegati in climi caldi, da quelli più morbidi, impiegati nei climi più freddi.

Nella presente sperimentazione sono stati impiegati bitumi appartenenti a diverse classi, quindi con diverse consistenze, da quelle più dure a quelle più morbide, le cui designazioni sono:

- B50/70, rappresentante il bitume tradizionale di riferimento;
- B70/100;
- B100/150;
- B160/220.

Le loro proprietà, derivanti dalle schede tecniche, inerenti al grado di penetrazione, punto di rammollimento e viscosità dinamica, sono schematizzate nella tabella seguente: (Tabella)

Bitume	Penetrazione [dmm]	Pt. Rammollimento [°C]	Viscosità (160°C) [Pa*s]
50/70	50	51,5	0,116
70/100	88	46,5	0,117
100/150	127	41,2	0,181
160/220	196	38,4	0,153 (140°C)

Tabella 3. 1 Proprietà dei bitumi tradizionali

Nel corso della sperimentazione, tali bitumi sono stati sostituiti con diversi contenuti di lignina, quindi si sono studiate proprietà come il grado di penetrazione, il punto di rammollimento e la viscosità dinamica, sia in condizioni non invecchiate (*unaged*) che invecchiate a breve termine (*aged*) con la prova Rolling Thin Film Oven Test (RTFOT).

Sarebbe interessante studiare anche il comportamento di bitumi modificati con polimeri SBS - ampiamente impiegati come leganti laddove i carichi veicolari sono importanti – sottoposti alla parziale sostituzione con lignina in diversi contenuti e confrontare le proprietà che ne derivano con un bitume di riferimento, come ad esempio quello modificato di tipo “hard”. Questo può essere uno spunto per successive indagini di laboratorio.

3.2.2 Lignina

La lignina utilizzata in questa sperimentazione è di tre tipologie diverse, in quanto hanno diversa provenienza, ma si presentano tutte sotto forma di polvere e sono denominate:

- Lignina S;
- Lignina B;
- Lignina M.

In Tabella 3.2 vengono riassunte le loro principali caratteristiche fisiche – chimiche presenti nelle schede tecniche:

Lignina	Origine	Provenienza	Colore	Odore	Umidità [%]	Densità [g/cm³]	Dimensioni granuli
S	Svezia	Trattamenti termochimici e enzimatici del legno	Marrone scuro da umida, marrone chiaro da asciutta	Debole da umida, pungente quando viene miscelata	50 - 60	N/D	da micron a cm
B	Bielorussia	N/D	Marrone scuro con elementi lignei color crema chiaro	Debole da umida, pungente quando viene miscelata	N/D	1,25 - 1,45	da micron a cm
M	Finlandia	Trattamenti chimici del legno (<i>Kraft lignin</i>)	Marrone scuro da umida, marrone chiaro da asciutta	Odore aromatico, leggermente solfureo	N/D	N/D	da micron a cm

Tabella 3. 2 Proprietà chimico-fisiche della lignina impiegata

Come si evince dalla precedente tabella, la lignina presenta un colore differente dalla condizione “umida” a quella “asciutta”, questo perché al suo interno è contenuta umidità che deve essere eliminata per potere miscelare la lignina con il bitume, altrimenti si possono verificare fenomeni di rigonfiamento. Quindi la lignina viene sottoposta per diverse ore alla temperatura di 105°C così da fare evaporare l’acqua in eccesso.

Inoltre, in alcuni casi, i granuli di lignina presentano dimensioni troppo grandi per garantire una corretta miscelazione con il bitume, quindi si è cercato di ridurre il più possibile le loro dimensioni frantumando i grumi più grandi nella fase di pre-essiccazione in modo che la testa rotante del miscelatore riesca ad incorporare i due materiali in modo omogeneo.

In Figura 3.1.a si può apprezzare il dettaglio della variazione di colore della lignina S in cui la colorazione passa da marrone scuro della condizione “umida” a marrone più chiaro nella condizione “asciutta”; inoltre questo tipo di lignina è stato sottoposto, prima dell’essiccazione in forno, alla frantumazione dei grumi:



Figura 3. 1 Dettagli lignina S in condizioni umida e asciutta

La lignina B, invece, è stata sottoposta ad un'accurata eliminazione degli elementi più grossolani costituiti soprattutto da corteccia e materiale organico che avrebbero potuto ostacolare la miscelazione con il bitume. Anche in questo caso è possibile verificare la variazione di colore dalla condizione “umida” a quella “asciutta”, come si nota in Figura 3.2



Figura 3. 2 Dettagli lignina B in condizione umida e asciutta

Infine, la lignina M non è stata sottoposta alla riduzione dei granuli in quanto presentano dimensioni che non pregiudicano la miscelazione con il bitume, ma anche in questo caso la differenza di colorazione è notevole, passando da un marrone scuro a un marrone chiaro, come si nota nelle seguenti figure. (Figura 3.3)



Figura 3. 3 Dettagli lignina M in condizione umida e asciutta

3.2.3 Aggregati

Per il confezionamento dei conglomerati bituminosi per lo strato di binder sono stati impiegati aggregati naturali di origine calcarea in diverse pezzature, il conglomerato bituminoso di recupero (RAP o fresato) ed il filler.

Aggregati naturali

Per quanto concerne gli aggregati naturali, secondo il Capitolato Speciale d'Appalto ANAS scelto come riferimento per questa sperimentazione, essi devono essere

“costituiti da elementi sani, duri, di forma poliedrica, puliti esenti da polvere e materiali estranei secondo le norme UNI EN 13043. Gli elementi litoidi non dovranno mai avere forma appiattita, allungata o lenticolare. La miscela degli inerti è costituita dall'insieme degli aggregati grossi e dagli aggregati fini ed eventuali additivi (filler) secondo la definizione delle norme UNI EN 13108-1.” [10]

Inoltre, devono essere *“esclusivamente inerti frantumati (privi di facce tonde)”* e devono presentare una *“composizione granulometrica determinata in conformità con la UNI EN 13108-1 e la UNI EN 12687-2.” [10]*

Nella presente sperimentazione sono stati impiegati gli aggregati naturali con le seguenti classi granulometriche:

- Aggregato grosso nella frazione 10/16;
- Pietrisco nella frazione 6/12;
- Sabbia nella frazione 0/4;
- Filler.

In Figura 3.4 si apprezza il dettaglio dei materiali in questione:



Figura 3. 4 Dettaglio degli aggregati naturali impiegati

Conglomerato bituminoso di recupero (RAP)

Come già stato accennato in precedenza, per la produzione di miscele in conglomerato bituminoso, è stato impiegato anche il conglomerato bituminoso di recupero (detto fresato o RAP), al fine di massimizzare l'utilizzo di materiali riciclati per la sostenibilità ambientale e per motivi economici.

In particolare, il RAP impiegato proviene da pavimentazioni in conglomerato bituminoso non modificato (Figura 3.5) ed è stato sottoposto sia allo studio della distribuzione granulometrica sia allo studio del contenuto di bitume ricavato per mezzo di estrattori di tipo Bologna su 1000g di materiale circa.



Figura 3. 5 Dettaglio del RAP impiegato

Per quanto riguarda la distribuzione granulometrica, essa è stata eseguita in due condizioni differenti:

- Pre-estrazione, per la determinazione della curva granulometrica definita “*black curve*” e rappresentante il conglomerato bituminoso di recupero tal quale;
- Post-estrazione, per determinare la curva definita “*white curve*”, ovvero quella costituita dagli inerti originali (non ricoperti di bitume).

Nella seguente figura (Figura 3.6) sono rappresentate le curve di cui sopra: la *black curve* e la *white curve*:

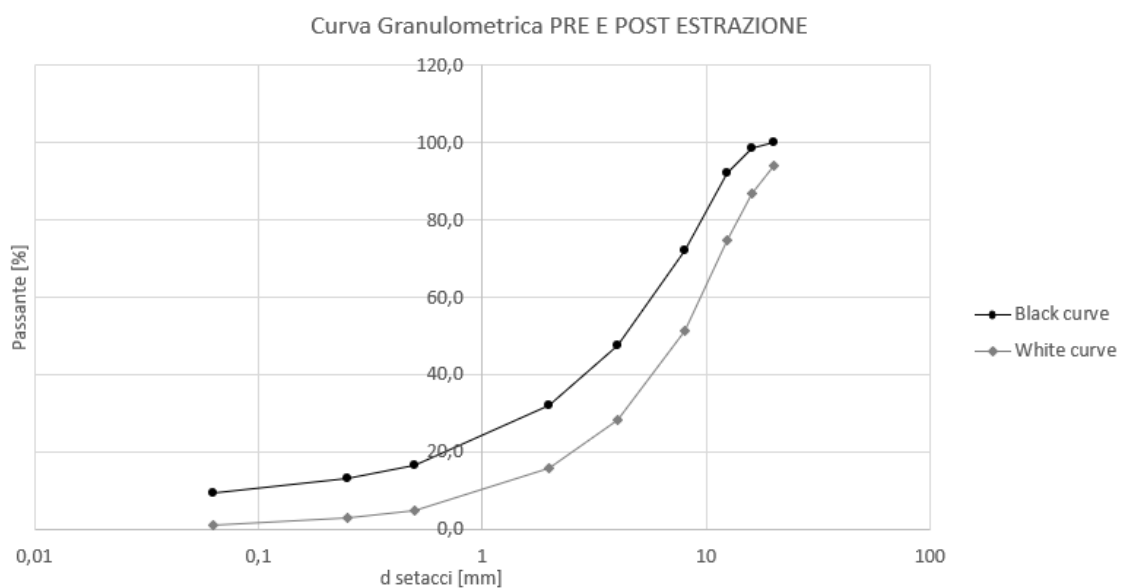


Figura 3. 6 Rappresentazione della “*black curve*” e “*white curve*” relativa al RAP

Nella presente sperimentazione il RAP è stato considerato come “*white curve*”, per determinare la curva di progetto, considerando una totale riattivazione del bitume.

Grazie alle estrazioni è stato possibile calcolare il contenuto di bitume in peso del RAP che è risultato pari al 4,2% rispetto alla miscela (4,4% rispetto agli aggregati).

Il Capitolato Speciale d’Appalto ANAS indica le composizioni granulometriche indicative per la costruzione dei fusi limite in cui far ricadere la curva granulometrica di progetto. Lo strato di binder riferito alla presente Tesi dovrà presentare una composizione granulometrica come quella rappresentata in Tabella 3.3:

	C.S.A ANAS		
SETACCI UNI EN	Fuso di riferimento		Centro fuso
	Lim. Sup.	Lim. Inf.	
	Passante [%]		
20	100	100	100
16	90	100	95
12,5	66	86	76
8	52	72	62
4	34	54	44
2	25	40	32,5
0,5	10	22	16
0,25	6	16	11
0,063	4	8	6

Tabella 3. 3 Composizione granulometrica del fuso ANAS

In cui il centro fuso viene ottenuto dalla media tra il passante del “limite superiore” e quello del “limite inferiore”, e rappresenta la curva granulometrica di progetto “ideale” a cui aspirare.

In Figura 3.7 è rappresentato il fuso granulometrico di riferimento e il centro fuso:

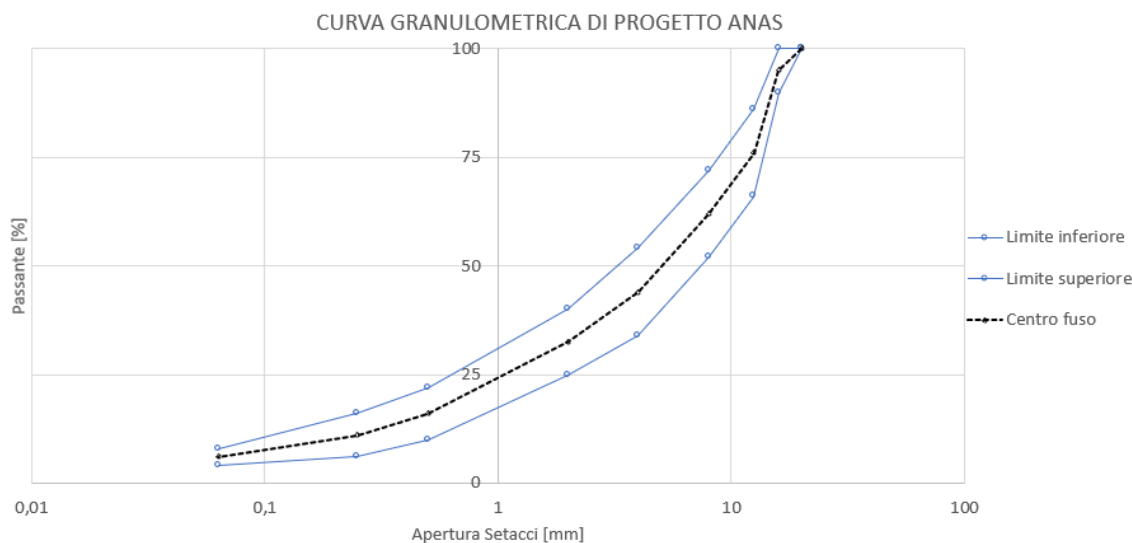


Figura 3. 7 Rappresentazione del fuso granulometrico ANAS e del centro fuso

In questa sperimentazione si sono indagate diverse combinazioni delle varie classi granulometriche che meglio si avvicinano al centro fuso, mantenendo invariata la quantità percentuale rappresentante il RAP. Infatti, quest'ultimo viene aggiunto considerando la massima percentuale possibile da Capitolato ANAS per avere vantaggi di tipo ambientale ed economico. (Tabella 3.4)

	% di impiego di fresato														
	Usura a			Usura b			Binder			Basebinder			Base		
Tipologia bitume	TQ	SF	HD	TQ	SF	HD	TQ	SF	HD	TQ	SF	HD	TQ	SF	HD
% di fresato	≤10	≤15	≤15	≤10	≤15	≤15	≤15	≤25	≤20	≤15	≤25	≤20	≤15	≤30	≤25
% di ACF sul bitume	2-4	2-4	2-4	2-4	2-4	2-4	2-4	2-4	2-4	3-5	3-5	3-5	3-5	3-5	3-5

Tabella 3. 4 Quantitativo massimo di RAP impiegabile secondo il Capitolato di riferimento

3.2 Apparecchiature e metodi

Si illustrano le apparecchiature ed i metodi adottati per la produzione dei bio-leganti e dei provini in conglomerato bituminoso, e le relative prove effettuate su di essi.

3.2.1 Miscelatore Ross

Il miscelatore Ross è un'apparecchiatura da laboratorio utilizzata per miscelare i leganti bituminosi. (Figura 3.8)

Nel presente studio, il miscelatore è stato impiegato per miscelare il bitume con la lignina per la produzione del bio-legante.



Figura 3. 8 Miscelatore ROSS

Il miscelatore è composto da un supporto per la testa rotante in acciaio e un fornello riscaldato per mezzo di un termostato, infatti, il bitume per essere miscelato deve avere una consistenza fluida, la cui temperatura viene monitorata continuamente per mezzo di una sonda termometrica.

La testa rotante, invece, può essere di svariati tipi: quella impiegata in questa sperimentazione è la testa rotante costituita da un'elica e una corona forata che permette la frantumazione dei grumi più grossolani di lignina e la formazione di un vortice che favorisce la sua dispersione in modo omogeneo. (Figura 3.9)



Figura 3. 9 Dettaglio della testa rotante del miscelatore ROSS

Una volta calcolato il contenuto di lignina per la sostituzione del bitume e fatto preriscaldare il fornello alla temperatura di miscelazione - studiata precedentemente per mezzo del concetto di equiviscosità - si può procedere alla miscelazione dei due materiali che avviene nei seguenti passaggi:

1. Si introduce il contenitore di bitume caldo (alla temperatura di miscelazione) all'interno del fornello preriscaldato, quindi si abbassa la testa rotante rimanendo a pochi centimetri dal fondo del contenitore;
2. Si aziona il miscelatore alla velocità di miscelazione, che nel caso corrente è stata fissata pari a 5000rpm;
3. Si procede aggiungendo lignina poco alla volta, (Figura 3.10) facendo attenzione che essa non rigonfi e che sia inglobata bene al bitume;
4. Quindi, si lascia miscelare per 30 minuti mantenendo costante la temperatura, e successivamente si procede alla preparazione dei campioni per le prove da eseguire.



Figura 3. 10 Miscelazione della lignina all'interno del bitume

Durante la sperimentazione sono state indagate tre percentuali diverse di sostituzione del medesimo bitume come spiegato nel dettaglio al Capitolo 4, quindi dopo la prima miscelazione di 30 minuti, le altre due miscelazioni sono state effettuate per una durata di 15 minuti.

3.2.2 Prova di penetrazione

La prova di penetrazione (Figura 3.11) è una prova di caratterizzazione tradizionale (UNI EN 1426, 2007); essa viene eseguita sui leganti bituminosi e fornisce il grado di penetrazione del bitume, ovvero la profondità alla quale un ago di dimensioni standard affonda in un bitume sotto le seguenti condizioni:

- Carico: 100g;
- Temperatura: 25°C;
- Tempo: 5s.



Figura 3. 11 Penetrometro

Questa prova è fondamentale per le proprietà dei materiali termo-dipendenti come il bitume. Infatti, essi presentano una consistenza variabile in funzione della temperatura, in particolare all'aumentare della temperatura tendono a passare dallo stato solido a quello di fluido newtoniano.

La prova di penetrazione serve a determinare la consistenza e la durezza di un bitume a temperature intermedie, vengono definiti:

- Bitumi duri, quando il grado di penetrazione è basso (200 - 220dmm);
- Bitumi semiduri;
- Bitumi morbidi, quando il grado di penetrazione è elevato (250 - 900dmm).

In generale, un bitume duro manifesta un miglior comportamento alle temperature elevate rispetto a un bitume morbido, mentre un bitume morbido tende ad avere un comportamento migliore alle basse temperature.

La prova di penetrazione si esplica con i seguenti passaggi:

1. Si versano 60-70g di materiale da testare in appositi contenitori in acciaio di diametro compreso tra 55 e 70mm e profondità compresa tra 35 e 45mm; (Figura 3.12)
2. Si condiziona il provino per 1 ora a temperatura ambiente e successivamente il provino viene immerso in un bagno termostatico alla temperatura di 25°C per 1 ora;

3. Quindi può avere inizio la prova: si posiziona il provino sulla base del penetrometro e si monta l'ago sul pistone di carico dell'apparecchiatura;
4. Si sposta il pistone fino a che l'ago non sfiora la superficie del provino, mantenendosi a circa un centimetro dal bordo del provino stesso (e dalle altre misurazioni effettuate);
5. Si avvia la fase di precarico con cui avviene la penetrazione dell'ago nel provino. Quindi è possibile leggere in modo analogico la misura di penetrazione espressa in decimi di millimetro.



Figura 3. 12 Provino per la prova di penetrazione

Nella sperimentazione in oggetto sono state eseguite cinque misurazioni per ciascun materiale testato e si è assunto come risultato della prova la media delle tre misurazioni più simili.

3.2.3 Prova di palla – anello

La prova di palla – anello consente di determinare il punto di rammollimento secondo quanto specificato nella normativa UNI EN 1427 (2007). Il punto di rammollimento fornisce un indice delle prestazioni del bitume alle alte temperature: più la temperatura di palla – anello è alta, migliori saranno le prestazioni del legante alle alte temperature.

In Figura 3.13 è rappresentata l'apparecchiatura di prova:



Figura 3. 13 Apparecchiatura della prova di palla-anello

La prova viene effettuata su due campioni in cui il bitume viene colato in uno speciale anello di ottone del diametro di circa 19mm e dello spessore di 6mm (Figura 3.14). In particolare, gli anelli di ottone vengono prima posizionati su uno strato di glicerina per evitare che il materiale si attacchi alla superficie, quindi si colano pochi grammi di materiale negli anelli, che dovrà quindi presentare una consistenza fluida, in modo che la superficie superiore dei provini sia allineata con i bordi superiori degli anelli.



Figura 3. 14 Provini per la prova di palla-anello

I provini vengono fatti condizionare a temperatura ambiente per un'ora, quindi vengono inseriti negli appositi supporti metallici con i rispettivi reggi-sfera.

La configurazione di prova prevede:

1. Il supporto metallico contenente i provini viene immerso in un contenitore precedentemente riempito con acqua e condizionato a $T = 5 \pm 1^\circ\text{C}$ per 15 minuti, dunque vengono poste negli appositi reggi-sfera due sfere di acciaio che vanno a contatto con il bitume;
2. La prova ha inizio premendo il tasto “Start” dopo che si è scelto sul display il range di temperatura di rammollimento atteso, che nel caso in esame rientra tra 30 e 80°C . In questo passaggio, l’acqua viene riscaldata con un gradiente termico di $5^\circ\text{C}/\text{min}$, dove per effetto combinato della riduzione di consistenza del bitume e del peso della sfera, il sistema inizia a deformarsi;
3. Nel momento in cui la sfera entra a contatto con la piastra inferiore del supporto in acciaio, posta alla distanza di 1 pollice ($25,4\text{mm}$) rispetto alla posizione iniziale, mediante un sistema a infrarossi, l’apparecchiatura mostra in automatico sullo schermo il valore di temperatura del relativo provino (Figura 3.15).
4. La prova termina quando l’apparecchiatura registra i valori di temperatura di rammollimento di entrambi i provini, che si considerano accettabili se la differenza tra i due è inferiore a 1°C .

Si è considerato risultato della prova la media delle due temperature restituite.

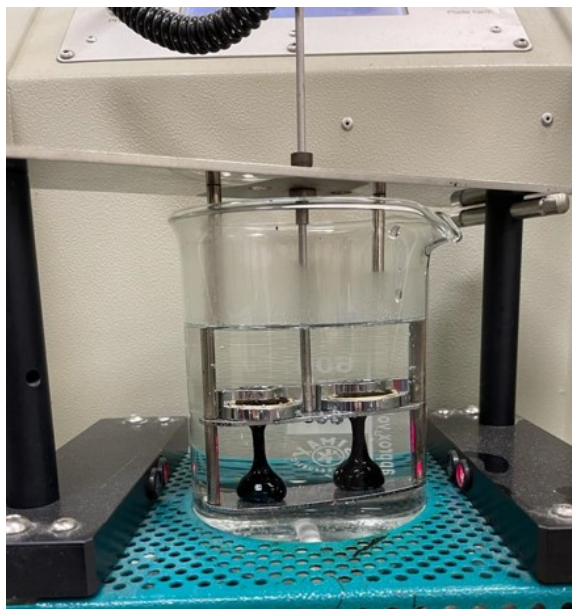


Figura 3. 15 Determinazione della temperatura di rammollimento

3.2.4 Rotoviscosimetro

Il rotoviscosimetro (o viscosimetro rotazionale) è uno strumento utilizzato per determinare la viscosità alle alte temperature, prossime a quelle di miscelazione e di compattazione, seguendo le indicazioni contenute nella norma UNI EN 13302 (2010).

La viscosità è una grandezza che consente di valutare il comportamento di un fluido quando viene sottoposto a uno sforzo tangenziale, quantificando la sua attitudine ad opporsi allo scorrimento. La viscosità viene definita come:

$$\eta = \frac{\tau}{\gamma'}$$

Dove:

τ = tensione tangenziale;

γ' = velocità di scorrimento.

In particolare, per la determinazione della viscosità dinamica è stato utilizzato un rotoviscosimetro Brookfield a cilindri coassiali, costituito da un contenitore cilindrico esterno, nel quale si trova il materiale da testare, e un cilindro interno che rappresenta la girante attraverso la quale si applica la tensione tangenziale (Figura 3.16). Esistono diverse tipologie e dimensioni di girante e la scelta del modello da impiegare è dovuta dal tipo di materiale da testare e dalla temperatura. Generalmente, per le temperature minori, in cui la viscosità dei materiali è elevata, si impiegano giranti più piccole per non sforzare troppo lo strumento, mentre alle temperature più elevate, in cui la viscosità dei materiali risulta inferiore, si utilizzano giranti di dimensioni maggiori per avere una maggiore accuratezza nella misura.

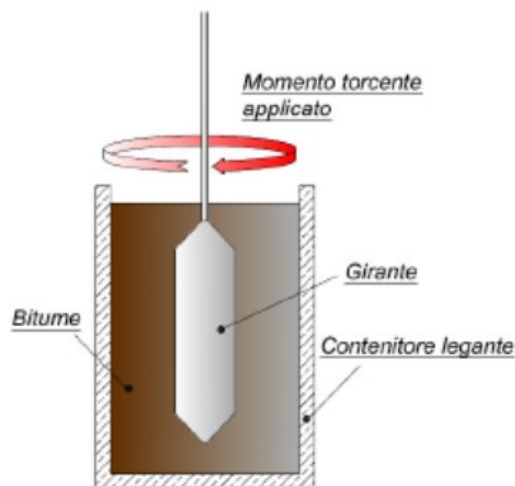


Figura 3. 16 Rappresentazione del rotoviscosimetro Brookfield

Il rotoviscosimetro misura lo sforzo tangenziale (*shear stress*) compiuto dal motore per mantenere in movimento la girante a una determinata velocità di rotazione, correlabile alla velocità di scorrimento (*shear rate*) scelta dall'operatore e corrispondente ad una specifica percentuale di

lavoro dello strumento (*torque*), μ . Note queste due grandezze, lo strumento calcola la viscosità che può essere facilmente letta sul display.

L'apparecchiatura di prova è costituita da un fornello elettrico collegato a un termostato, che permette di impostare diverse temperature di prova (Figura 3.17)



Figura 3. 17 Rotoviscosimetro Brookfield

Per quanto riguarda la preparazione dei campioni di prova, essi sono dei contenitori cilindrici in acciaio al cui interno viene fatto colare il bitume, in particolare devono essere colati $10,5 \pm 0,5\text{g}$ di legante bituminoso.

La procedura di prova consiste dei seguenti passaggi:

1. Posizionamento del provino all'interno del fornello dopo che esso ha raggiunto la temperatura di prova mediante impostazione del termostato;
2. Si seleziona la girante da utilizzare (nel caso corrente si è impiegata la girante denominata S21), la velocità di rotazione a cui eseguire la prova, ed attraverso il tasto "ON" la girante inizia a ruotare a tale velocità. In questo passaggio si seleziona una velocità idonea al condizionamento del legante bituminoso, ovvero si seleziona la velocità per cui il materiale presenta una percentuale di lavoro di circa il 10%, quindi si lascia condizionare per 45 minuti;
3. Al termine del condizionamento si seleziona la velocità di prova per cui il legante bituminoso presenta una percentuale di lavoro desiderata dall'operatore (in questa sperimentazione la percentuale di lavoro indagata è del 30, 50 e 70% ai fini della costruzione del grafico viscosità-temperatura per l'applicazione del principio di equiviscosità). Quindi si attende qualche minuto per la stabilizzazione della lettura e si

possono leggere sul display i valori della viscosità (in mPa s), la velocità di rotazione (in rpm), la percentuale di lavoro dello strumento e la temperatura.

Per misurare la viscosità alle altre temperature di prova del medesimo provino devono essere ripetuti i passaggi 2 e 3.

3.2.5 RTFOT (Rolling Thin Film Oven Test)

La prova RTFOT, standardizzata nella norma UNI EN 12607-1 (2007), riguarda l'invecchiamento a breve termine dei leganti bituminosi.

La prova RTFOT consiste di misurare gli effetti combinati dell'azione dell'aria e del calore su una pellicola sottile di bitume in movimento, al fine di simulare l'invecchiamento a breve termine subito dal legante bituminoso nella miscelazione in impianto durante la preparazione del conglomerato e nella successiva fase di trasporto e di stesa. Gli effetti dell'invecchiamento a breve termine sono determinati in base alla variazione delle caratteristiche del legante bituminoso, come la penetrazione, il punto di rammollimento e la viscosità dinamica, ma anche in base alla variazione della massa (%), prima e dopo la permanenza nel forno.

L'apparecchiatura di prova (Figura 3.18) consiste in un forno di dimensioni standardizzate, in grado di immettere un flusso d'aria di 4000 ml/min a temperatura e pressione fissate.

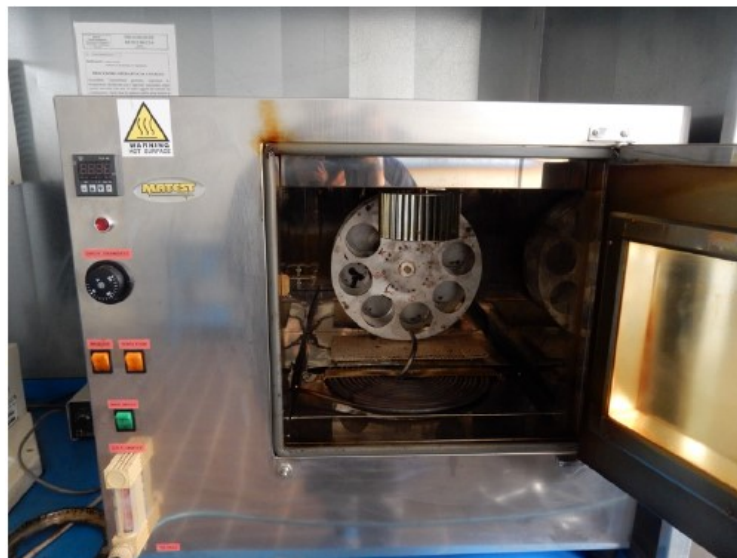


Figura 3. 18 Apparecchiatura di prova RTFOT



Figura 3. 19 Preparazione dei provini per la prova RTFOT

In Figura 3.19 viene rappresentata la preparazione dei provini che consiste nell'introdurre $35 \pm 0,5\text{g}$ di bitume all'interno dei contenitori cilindrici di vetro, a seguire, essi vengono posti all'interno del tamburo rotante contenuto nel forno, che ruota a una velocità di 15 giri/min.

Il numero massimo di recipienti che si possono introdurre all'interno del tamburo rotante è 8 e qualora servisse meno materiale invecchiato, devono essere inseriti i bicchieri vuoti. Nel caso in esame, infatti, sono stati inseriti 6 bicchieri con all'interno il campione da invecchiare e 2 bicchieri vuoti, posizionati diagonalmente tra loro. (Figura 3.20)



Figura 3. 20 Posizionamento dei provini all'interno del forno rotante

Dopo aver introdotto tutti i campioni all'interno del forno, preriscaldato alla temperatura di prova, ovvero $163 \pm 1^\circ\text{C}$, la prova consiste nei seguenti passaggi:

- Alla temperatura di prova si aziona la rotazione del tamburo rotante, la ventilazione ed il getto d'aria controllato alla portata di 4000 ml/min per tutta la durata della prova, cioè 75 minuti;
- Al termine si procede con l'estrazione dei campioni dal forno, che saranno totalmente ricoperti da un sottile film di bitume, e si recupera il materiale invecchiato da sottoporre successivamente alle prove, quindi vengono preparati i campioni per le prove di penetrazione, palla-anello e viscosità dinamica.

Una volta prodotto il bio-legante si procede con la realizzazione dei conglomerati bituminosi per mezzo di due fasi principali:

- Miscelazione;
- Compattazione.

Di seguito si riporta il dettaglio delle operazioni e le successive prove eseguite sui conglomerati prodotti.

3.2.6 Miscelatore Infratest

Il miscelatore Infratest è un'apparecchiatura di laboratorio che consente la miscelazione degli aggregati e dei leganti bituminosi, ed eventualmente anche degli additivi, alla temperatura di miscelazione fissata.

Il miscelatore è composto da un contenitore cilindrico in acciaio su cui vengono introdotti i materiali e presenta un supporto con delle pale rotanti in acciaio con cui essi vengono miscelati. Inoltre, è presente anche una sonda che consente il monitoraggio continuo della temperatura che può essere cambiata per mezzo di appositi pulsanti.

Nel caso corrente la miscelazione viene eseguita a caldo, ovvero a temperature elevate che sono state studiate precedentemente. La miscela di aggregati viene realizzata seguendo la ricetta elaborata nello studio di mix-design, grazie a un processo ben preciso che vede susseguirsi meccanicamente diverse fasi.

La miscelazione a caldo prevede che gli aggregati da impiegare vengano preriscaldati per tre ore in forno alla temperatura di miscelazione in modo da mantenere tale temperatura pressoché costante durante la miscelazione vera e propria. Nelle miscele, come quella in studio, in cui è presente il conglomerato bituminoso di recupero, si fa scaldare tale materiale solo per dieci minuti al fine di simulare ciò che realmente accade in un impianto di produzione. Quindi, anche il legante viene scaldato alla temperatura di miscelazione per un'ora in modo che risulti perfettamente fluido.

Dunque, la miscelazione degli aggregati consiste nei seguenti passaggi:

1. Si introducono dentro al contenitore l'aggregato grosso, il pietrisco, la sabbia e il RAP, preriscaldati;
2. La miscelazione di tali materiali avviene secondo le impostazioni di velocità di rotazione delle pale e tempo di miscelazione precedentemente impostati. Nel presente studio gli aggregati sono stati miscelati a una velocità di 180rpm per 30 secondi;
3. Si introduce il legante bituminoso nella giusta quantità (studiata precedentemente con il mix-design), quindi si miscela agli aggregati con una velocità di 180rpm per 120 secondi;
4. Infine, si aggiunge il filler e lo si miscela al resto per 180 secondi mantenendo sempre la stessa velocità di rotazione delle pale. (Figura 3.21)



Figura 3. 21 Miscelazione per la produzione di conglomerato bituminoso

Terminata la miscelazione avviene lo “sporzionamento” della miscela, cioè si prepara la quantità di materiale che occorre per produrre ogni singolo provino. Quindi la miscela viene messa in forno per 4 ore per simulare l’invecchiamento a breve termine delle miscele causato dal trasporto del materiale in sito. terminate le 4 ore si procede alla compattazione.

3.2.7 Pressa giratoria Pine

La pressa giratoria Pine è un'apparecchiatura di laboratorio utilizzata per la compattazione dei provini (Figura 3.22).



Figura 3. 22 Pressa giratoria Pine

La compattazione dei provini avviene seguendo le direttive del Capitolato Speciale d'Appalto ANAS, e consiste nell'applicare una pressione verticale costante di 600kPa assieme a una rotazione secondo un angolo di $1,25^\circ$ con una velocità di rotazione di 30 giri/minuto. Tali condizioni riproducono l'azione dei rulli compattatori eseguita in sito.

L'impasto viene riversato all'interno di una fustella che può essere di diametro 100mm oppure 150mm, dopo aver inserito un dischetto di carta all'interno della fustella per facilitare le operazioni di estrazione del provino, quindi viene regolato in superficie e poi ricoperto con un secondo disco di carta.

La fustella viene inserita all'interno del macchinario in corrispondenza dei punti di incastro e si procede con l'esecuzione della prova, che può avvenire in due modalità:

- a. A energia imposta, fissando il numero di giri;
- b. Ad altezza imposta, fissando l'altezza finale del provino addensato.

Nel caso presente, per lo studio del mix-design è stata utilizzata la modalità ad energia imposta, fissando il numero di giri come da Capitolato, ovvero pari a 180 per un bitume tal quale; mentre per la compattazione di provini su cui effettuare le prove di caratterizzazione meccanica è stata impostata l'altezza in modo da ottenere campioni di 60mm*100mm.

In Figura 3.23 si può osservare come appare un provino a fine compattazione, realizzato mediante pressa giratoria.

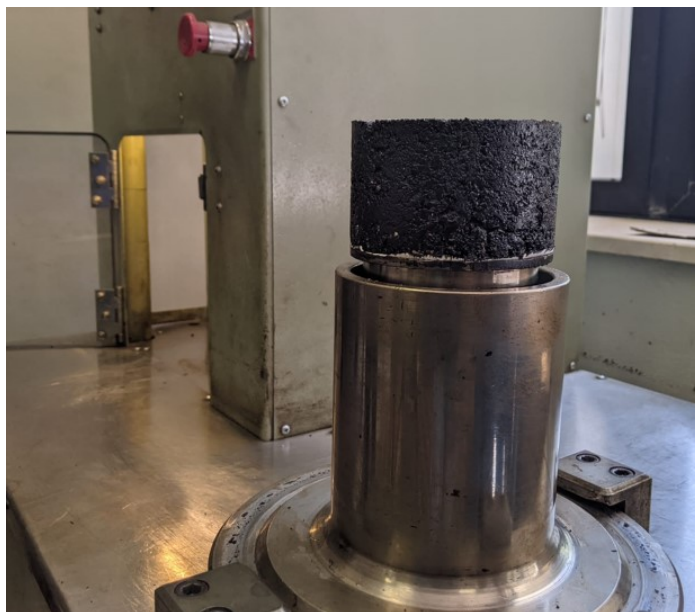


Figura 3. 23 Dettaglio del provino compattato

La pressa giratoria a taglio permette di valutare la tendenza del materiale ad essere addensato attraverso la determinazione dell'indice CEI (*Compaction Energy Index*). Tale indice rappresenta il lavoro svolto dal rullo compattatore in sito per compattare la miscela fino al raggiungimento della densità richiesta, prima dell'apertura del traffico. L'indice CEI viene calcolato come l'area sottesa alla curva di compattazione a partire dall'ottava rotazione, fino al 92% del grado di compattazione finale. (Figura 3.24)

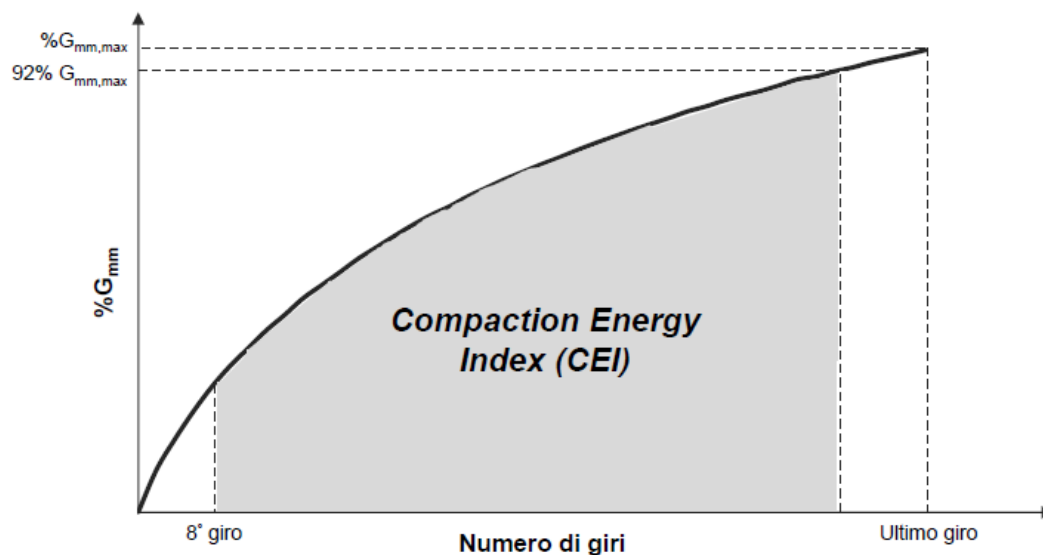


Figura 3. 24 Determinazione dell'indice CEI

Il limite inferiore del numero di giri (8 rotazioni) viene selezionato per simulare lo sforzo applicato da una tipica macchina vibrofinitrice durante le operazioni di stesa, mentre il limite superiore del 92% del grado di compattazione, rappresenta la densità raggiunta al termine della

costruzione della pavimentazione prima che essa sia aperta alla circolazione e subisca un ulteriore addensamento dovuto ai carichi di traffico.

Miscele con bassi valori di CEI sono preferibili, in quanto caratterizzate da una migliore compattabilità. Al contempo, però, valori troppo ridotti di tale indice sono da evitarsi in quanto caratterizzano miscele troppo “soffici”.

3.2.8 Caratterizzazione volumetrica

La determinazione e la verifica dei vuoti della miscela compattata possono avvenire con diverse metodologie di prova, impiegando il metodo analitico o il metodo pratico. Si ricorda che una miscela chiusa, ossia con un basso tenore dei vuoti (compresi tra 3% e 8%), ha un comportamento in esercizio differente da una miscela con un tenore di vuoti alto (compreso tra 8% e 14%). Un elevato tenore dei vuoti riduce la resistenza meccanica del conglomerato, inoltre si ottiene un prodotto più permeabile in cui è accelerato il processo di invecchiamento del bitume in quanto risulta maggiormente esposto agli agenti atmosferici.

La norma di riferimento è la UNI EN 12697-8 che tratta la determinazione delle caratteristiche dei vuoti di provini bituminosi.

Il calcolo della percentuale dei vuoti di un conglomerato bituminoso si esegue con la formula:

$$V_m = \frac{\rho_m - \rho_a}{\rho_m}$$

Dove:

V_m = indice dei vuoti espresso in percentuale;

ρ_m = massa volumica massima;

ρ_a = massa volumica apparente del provino in questione.

La determinazione della massa volumica massima (UNI EN 12697 – 5) della miscela ρ_m è data da:

$$\rho_m = \frac{100}{\frac{\%Agg}{\gamma_{agg}} + \frac{\%Bit}{\gamma_{bit}} + \frac{\%Lig}{\gamma_{lig}}}$$

Dove:

%Agg = percentuale di aggregati in peso rispetto alla miscela;

%Bit = percentuale di bitume in peso rispetto alla miscela;

%Lig = percentuale di lignina in peso rispetto alla miscela;

γ_{agg} = massa volumica degli aggregati [g/cm³];

γ_{bit} = massa volumica del bitume [g/cm³];

γ_{lig} = massa volumica della lignina [g/cm³].

La massa volumica apparente ρ_a è stata ottenuta considerando il metodo “dry” e il metodo “geometrico” (UNI EN 12697 - 6). Il primo, consiste nei seguenti passaggi:

1. Si determina la massa in aria del provino, m_1 ;
2. Si determina la massa volumica dell’acqua alla temperatura di prova ρ_w , da correggere eventualmente del fattore K, in base alla variazione della temperatura stessa rispetto ai 25°C;
3. Si determina la massa m_2 del provino immerso grazie ad un cestello appeso alla bilancia idrostatica, ovvero munita di un apposito recipiente contenente acqua per poter effettuare tale pesata.

Quindi, la massa volumica apparente “dry” viene calcolata con la seguente formula:

$$\rho_{dry} = \frac{m_1}{m_1 - m_2} \rho_w$$

Il calcolo della massa volumica apparente geometrica, ρ_{geom} , avviene con la seguente formula:

$$\rho_{geom} = \frac{m_1}{\frac{\pi}{4} \cdot h \cdot d^2} 10^3$$

Dove:

h = altezza del provino;

d = diametro del provino.

3.2.9 Misura della rigidità

La misura del modulo di rigidità avviene secondo le direttive della UNI EN 12697-26 per mezzo della prova di modulo a trazione indiretta ITSM (Indirect Tensile Stiffness Modulus).

Il modulo di rigidità si definisce come la capacità di una miscela di deformarsi se sottoposto all’applicazione di un carico. Pertanto, nell’ambito delle pavimentazioni stradali, rappresenta la capacità di diffondere le deformazioni ed assorbire i carichi veicolari in funzione del legame presente tra gli strati e delle caratteristiche meccaniche dei materiali costituenti.

La prova consiste nell’applicazione di un carico lungo la direttrice verticale di un provino, essendo vincolata allo stesso tempo dalla deformazione indotta orizzontalmente. Tale prova si effettua in condizioni di controllo di spostamento, ovvero si applica il carico necessario a produrre una

deformazione orizzontale massima pari a $5 \cdot 10^{-6}$ mm/min nel caso delle miscele a caldo sperimentate. Solo se la deformazione non eccede tale quantitativo si può ritenere che il materiale garantisca ancora un comportamento lineare.

Il carico applicato è ciclico, di tipo impulsivo, e simula lo stato tensionale causato dal passaggio di una ruota.

Il modulo di rigidezza ITSM si calcola con la seguente formula:

$$ITSM = \frac{P \cdot (0,273 + \nu)}{\Delta x \cdot t}$$

Dove:

P = carico applicato;

Δx = deformazione orizzontale massima;

t = spessore del provino;

ν = coefficiente di Poisson

I parametri caratteristici dell'onda di carico P sono:

- Il carico di picco (*peak load*), corrispondente a una deformazione orizzontale pari a 2 micrains;
- *Pulse repetition period*, il tempo che intercorre tra l'applicazione di due carichi successivi, pari a 1 secondo (0,25 secondi di durata del carico + 0,75 secondi di riposo);
- *Rise time*, tempo impiegato da un impulso a raggiungere il valore di picco, pari a 124 ± 1 ms;
- *Load area factor*, il rapporto tra l'area sottesa alla curva fino al raggiungimento del peak load e il periodo tra il raise time e il peak load.

I parametri che possono influenzare la determinazione del modulo di trazione indiretta sono:

- La temperatura, secondo cui il modulo decresce all'aumentare della temperatura stessa, in quanto il materiale tende a presentare un comportamento più duttile;
- *Rise time*, a causa della natura viscoelastica del materiale, più l'applicazione del carico è veloce, più la risposta del provino sarà rigida e il modulo risulterà maggiore;
- Deformazione orizzontale imposta, se troppo elevate possono produrre un comportamento non lineare.

La prova viene eseguita con uno strumento chiamato NAT (*Nottingham Asphalt Tester*), mostrato in Figura 3.25. Tale strumentazione prevede varie componenti, quali:

- Una camera climatica, alla temperatura di prova (nel caso corrente le prove sono state eseguite a 25°C);
- Un castelletto, entro il quale viene posizionato il provino grazie a dei morsetti in plastica morbida per il fissaggio dello stesso;
- Due trasduttori, inseriti entro dei posizionatori in ottone ed una vite inferiore;
- Un pistone, che impone lo sforzo assiale necessario a raggiungere la deformazione voluta;
- Un computer di supporto con installato il relativo software.

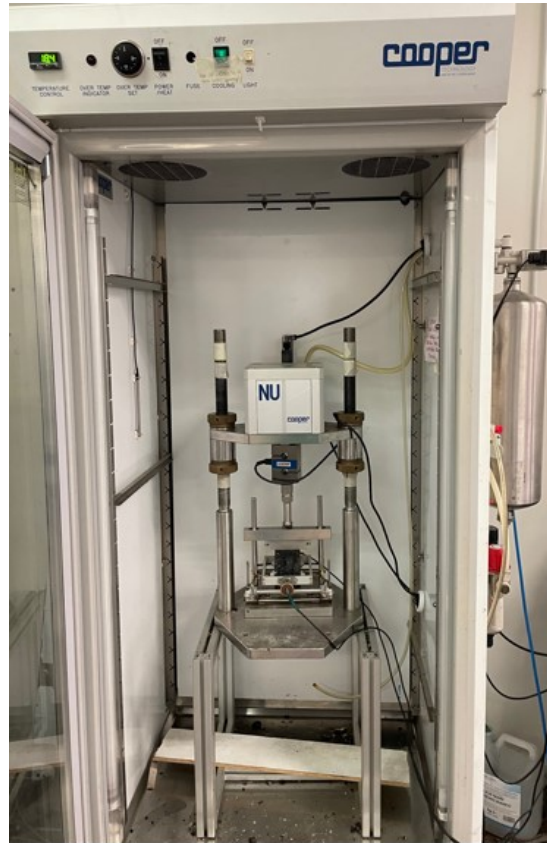


Figura 3. 25 Rappresentazione del NAT all'interno della camera climatica

Si procede al montaggio del provino nell'apposito castelletto: il provino si posiziona al centro dell'alloggiamento inferiore del castelletto con un diametro in asse e l'altro in orizzontale, quindi si stringono i piedini in gomma grazie alle viti, e si completa inserendo la barra orizzontale – su cui sarà trasmesso il carico – anch'essa centrata al provino rispetto al diametro, come mostrato in Figura 3.26.

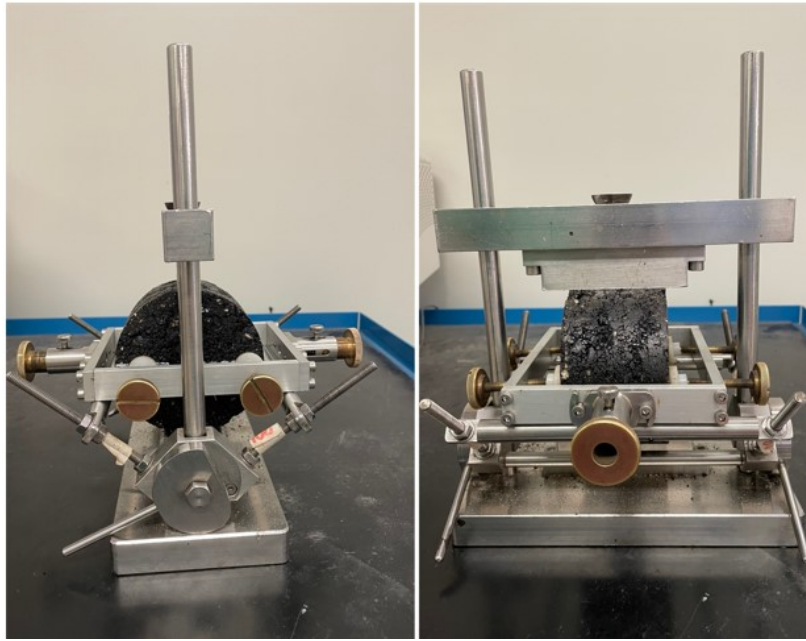


Figura 3. 26 Montaggio del provino per la determinazione di ITSM

Quindi vengono inseriti i trasduttori fissandoli sul diametro orizzontale attraverso delle viti di ottone, le quali permettono di serrare la loro corsa tenendoli in compressione. Infine, si abbassa la testa di carico sulla parte superiore del provino e si procede alla taratura dello strumento prima di iniziare la prova vera e propria.

Per effettuare la taratura sono di supporto due programmi all'interno del computer: "Calcheck for Asphalt Tester", in cui sono riportati i fattori di calibrazione per i trasduttori, e "Caltry-NU" che verifica la connessione tra la macchina e il computer.

Il software che regola la prova vera e propria è chiamato ITSM-EN, in cui si impostano le condizioni iniziali del provino, quali:

- Temperatura, assunta di 25°C;
- Altezza media;
- Diametro;
- Coefficiente di Poisson, assunto pari a 0,35 per i conglomerati bituminosi a caldo;
- Target Rise Time, pari a 124ms;
- Deformazione orizzontale imposta, assunta pari a 5microns per i conglomerati bituminosi a caldo;
- Numero di pulsazioni di pre-condizionamento, assunti pari a 10.

Prima di trasmettere il carico al provino, per mezzo del programma si fa avvicinare il pistone al provino in modo graduale fino ad arrivare a contatto con la semisfera di carico e, dopo aver verificato che i trasduttori siano posizionati correttamente, vengono applicate le 10 pulsazioni di

condizionamento. Quindi vengono restituiti i valori del modulo di rigidezza in due condizioni: quello misurato e quello aggiustato, ovvero il valore che ci si aspetta se l'onda di carico fosse esattamente quella teorica, calcolato attraverso il fattore di correzione.

La stessa operazione va ripetuta per il secondo diametro del provino. Le due misurazioni effettuate su ciascun provino non devono differire più del 10%, e la loro media è rappresentativa della rigidezza globale del provino stesso.

3.2.10 Misura della resistenza

La resistenza dei campioni è stata valutata in termini di resistenza a trazione indiretta ITS (Indirect Tensile Strength), secondo quanto annunciato nella norma UNI EN 12697 – 23.

La strumentazione impiegata per la rottura dei campioni a trazione indiretta è la pressa meccanica statica, Matest. (Figura 3.27)

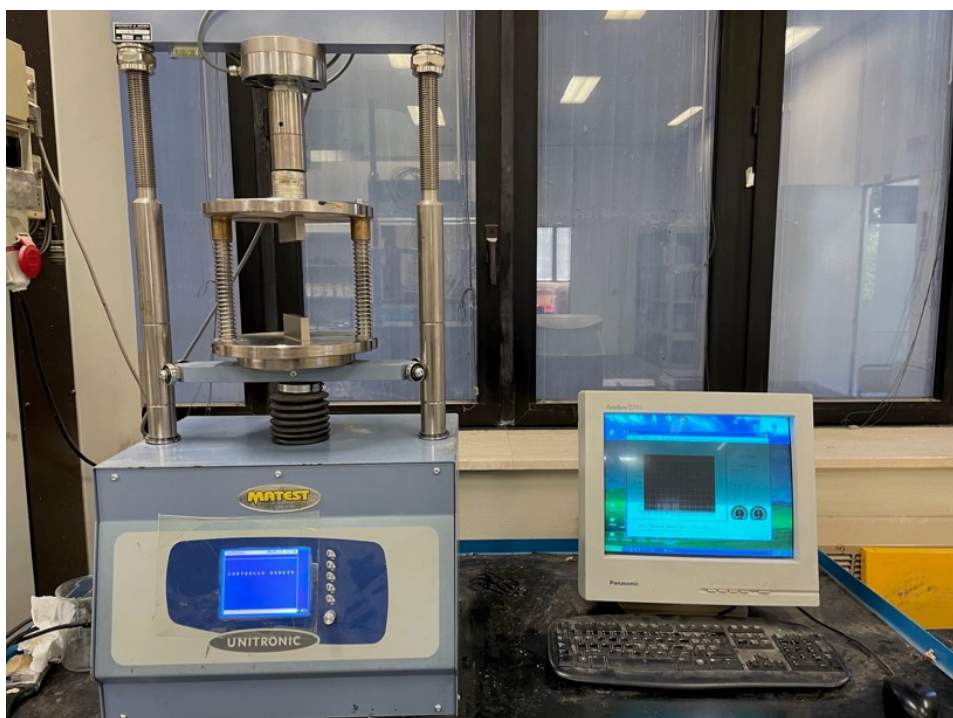


Figura 3. 27 Apparecchiatura di prova ITS

La prova consiste nell'applicare un carico progressivo lungo l'asse verticale, in maniera puntuale, in corrispondenza dei due estremi superiore e inferiore, pertanto si genera una fessura sul provino.

La rottura in questione avviene per trazione, poiché per "effetto Poisson" il provino, caricato in una direzione, contemporaneamente, si deforma in direzione orizzontale allontanando le due porzioni, per l'originarsi della frattura.

Grazie a questa prova è possibile indagare la resistenza della pavimentazione a partire sin dagli strati più profondi, dove si originano le fratture a causa degli sforzi indotti di trazione e flessione,

che piano piano raggiungono anche gli strati più superficiali, creando così una via preferenziale per l'infiltrazione delle precipitazioni atmosferiche, con conseguente formazione di ghiaccio nella stagione invernale che tende ancor più ad allargare le fessure. Pertanto, l'ITS fornisce un indice di ripartizione dei carichi trasmessi dai veicoli che transitano sulla pavimentazione all'interno del pacchetto stradale.

I provini vengono fatti condizionare alla temperatura di prova di 25°C per un tempo di almeno 4 ore. Dopodiché è possibile effettuare la prova che si esplica nei seguenti passaggi:

1. Si posiziona il provino al centro della configurazione di prova tra il listello inferiore e quello superiore (Figura 3.28);

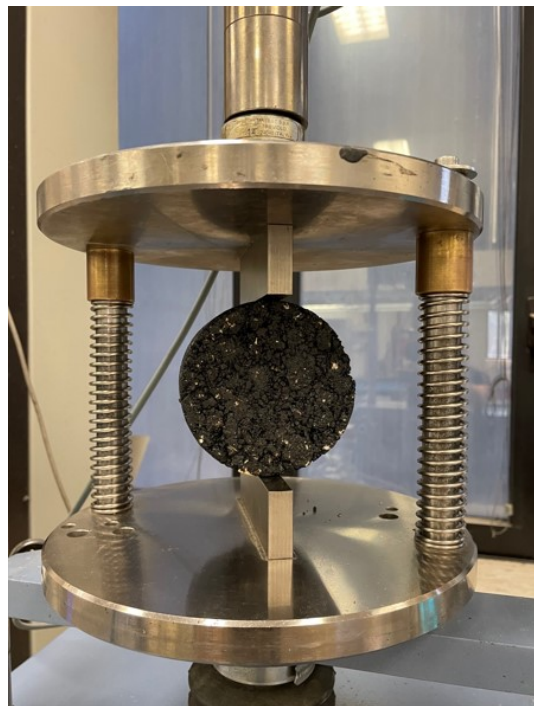


Figura 3. 28 Montaggio del provino per la prova ITS

2. Per mezzo del software UTM-II, che controlla il macchinario da remoto, vengono inseriti i dati del provino, come il nome, l'altezza e il diametro;
3. Si avvia la prova che consiste nell'avvicinamento del piatto inferiore alla traversa di carico superiore a velocità costante pari a 50 ± 2 mm/min; la prova prevede il raggiungimento del picco di carico, la rottura del provino, e termina una volta raggiunto un valore di carico pari al 10% del valore di picco. (Figura 3.29)

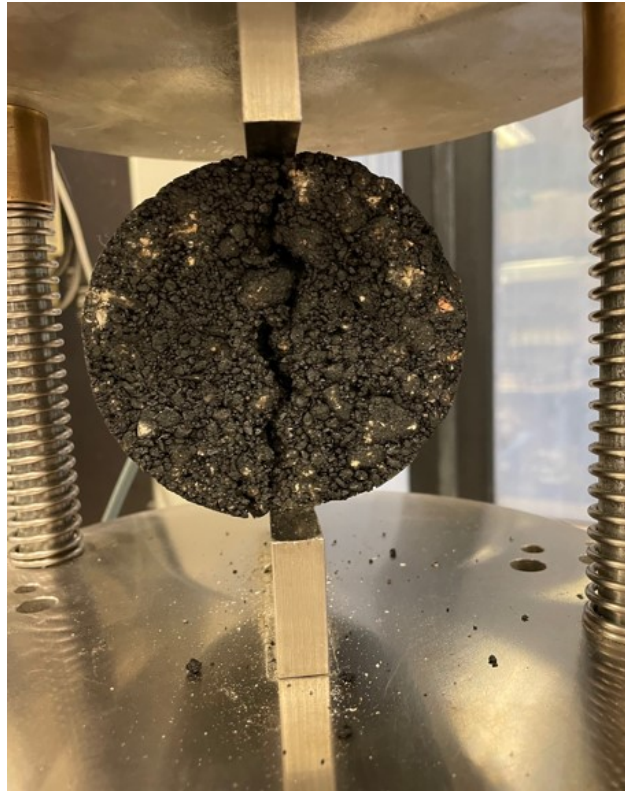


Figura 3. 29 Rappresentazione della rottura del provino

Il valore di ITS viene calcolato con la seguente equazione:

$$ITS = \frac{2 \cdot P}{\pi \cdot d \cdot t}$$

Dove:

P = massimo carico assiale di compressione;

d = diametro del provino;

t = altezza media (spessore) del provino.

Inoltre, è possibile determinare anche il coefficiente di trazione indiretta, CTI con la seguente equazione:

$$CTI = \frac{\pi \cdot ITS \cdot d}{2 \cdot \delta_c}$$

Dove:

ITS = valore di resistenza di trazione indiretta, calcolato precedentemente;

d = diametro del provino;

δ_c = deformazione verticale.

Determinazione della suscettibilità all'acqua dei provini bituminosi

Per mezzo di prove a trazione indiretta ITS è possibile determinare la suscettibilità all'acqua delle miscele in conglomerato bituminoso.

La determinazione della suscettibilità all'acqua delle miscele bituminose segue le procedure di prova della norma UNI EN 12697 – 12 (2008), in cui sono presenti tre metodi di prova (Metodo A, Metodo B e Metodo C). Nella presente sperimentazione si fa riferimento solo al Metodo A.

Il Metodo A per la determinazione della suscettibilità all'acqua delle miscele consiste nella produzione di diversi provini, di cui una parte vengono mantenuti alla temperatura di prova (25°C) mentre i restanti provini vengono sottoposti al condizionamento in acqua alla temperatura controllata di $40 \pm 1^\circ\text{C}$ per un periodo di 72 ore.

Al termine del condizionamento è possibile eseguire la prova di trazione indiretta ITS, alla temperatura di prova di 25°C, di tutti i provini prodotti. Denominando:

- ITS_{dry} , i valori della resistenza a trazione indiretta dei provini che hanno subito un condizionamento alla temperatura di 25°C;
- ITS_{wet} , i valori della resistenza a trazione indiretta dei provini che hanno subito un condizionamento in acqua,

è possibile affermare che maggiore è la differenza tra ITS_{dry} e ITS_{wet} , maggiore è la suscettibilità all'acqua delle miscele testate.

Con il Metodo A è possibile determinare anche il rapporto della resistenza a trazione indiretta, $ITSR$, dato dalla seguente equazione:

$$ITSR = \frac{ITS_{wet}}{ITS_{dry}} \cdot 100$$

3.3 Programma sperimentale

La sperimentazione è stata condotta nel Laboratorio di Strade “F. A. Santagata” del Dipartimento di Ingegneria Civile, Edile e dell'Architettura (DICEA) dell'Università Politecnica delle Marche.

Il programma sperimentale è stato articolato in due fasi principali:

- 1) Studio della fase legante, in cui sono state indagate le varie combinazioni di sostituzione della lignina (10-20-30% in peso di bitume) al fine di determinare quella per cui le caratteristiche risultano confrontabili con il legante di riferimento. Pertanto, lo studio si è sviluppato studiando:

- a) Il grado di penetrazione;
- b) Il punto di rammollimento;
- c) La viscosità dinamica.

prima e dopo l'invecchiamento a breve termine RTFOT come previsto dalle specifiche tecniche.

- 2) Produzione dei conglomerati bituminosi e studio delle caratteristiche meccaniche per mezzo di:
 - a) mix-design;
 - b) lavorabilità;
 - c) caratterizzazione volumetrica;
 - d) grado di compattazione (indice CEI);
 - e) ITSM;
 - f) ITS.
 - g) Suscettibilità all'acqua e all'invecchiamento

Le fasi della sperimentazione sono descritte sommariamente nel seguito. L'analisi e la discussione dei risultati ottenuti durante le varie fasi sarà svolto nel Capitolo 4 "Risultati della sperimentazione".

3.3.1 Studio della fase legante

Lo studio della fase legante si esplica effettuando prove di penetrazione, palla-anello e viscosità dinamica, sui bitumi impiegati, ovvero:

- 70/100;
- 100/150;
- 160/220,

successivamente alla sostituzione del 10%, 20% e 30% di lignina, al fine di determinare la combinazione di tali materiali che meglio presenta le caratteristiche più confrontabili con quelle del bitume di riferimento (50/70).

In Tabella 3.5 viene raffigurato lo studio della fase legante in modo grafico:

	Lignina								
	S			B			M		
Bitume	10%	20%	30%	10%	20%	30%	10%	20%	30%
70/100	Pen.	Pen.	Pen.	Pen.	Pen.	Pen.	Pen.	Pen.	Pen.
	P-A	P-A	P-A	P-A	P-A	P-A	P-A	P-A	P-A
	Visc.	Visc.	Visc.	Visc.	Visc.	Visc.	Visc.	Visc.	Visc.
100/150	Pen.	Pen.	Pen.	Pen.	Pen.	Pen.	Pen.	Pen.	Pen.
	P-A	P-A	P-A	P-A	P-A	P-A	P-A	P-A	P-A
	Visc.	Visc.	Visc.	Visc.	Visc.	Visc.	Visc.	Visc.	Visc.
160/220	X			X			Pen.	Pen.	Pen.
							P-A	P-A	P-A
							Visc.	Visc.	Visc.

Tabella 3. 5 Studio delle combinazioni bitume-lignina

In questa prima fase sullo studio della fase legante, le combinazioni bitume-percentuale di lignina (di cui sopra) devono presentare le seguenti proprietà in termini di penetrazione, punto di rammollimento e viscosità dinamica, nel rispetto delle prescrizioni del Capitolato Speciale d'Appalto ANAS (Tabella 3.6). In particolare, le proprietà del bio-legante che ne derivano devono essere confrontabili con quelle del bitume di riferimento (50/70).

TABELLA 6.A		Bitume 50/70	Bitume 70/100
caratteristiche	U.M.	valore	
PRIMA PARTE			
penetrazione a 25° C	dmm	50-70	70-100
punto di rammollimento	° C	45-60	40-60
punto di rottura Fraass, min.	° C	≤-6	≤-8
ritorno elastico	%	-	-
stabilità allo stoccaggio tube test	°C	-	-
viscosità dinamica a 160° C	Pa x s	0,03-0,10	0,02-0,10
SECONDA PARTE - valori dopo RTFOT (*)			
incremento del punto di rammollimento	°C	≤ 9	≤ 9
penetrazione residua	%	≥40	≥50

^(*) Rolling Thin Film Oven Test

Tabella 3. 6 Proprietà dei leganti bituminosi prescritti dal Capitolato ANAS

Per prima cosa si è studiata la viscosità dinamica dei bitumi tradizionali (70/100, 100/150 e 160/220) al fine di determinare la temperatura con la quale miscelare tali bitumi con la lignina. Quindi, la viscosità dinamica è stata studiata per diverse temperature di prova: 130°C, 145°C e 160°C, grazie alle quali è stato possibile determinare il diagramma viscosità-temperatura (η -T), relativo al lavoro percentuale $\mu=50\%$. Per determinare la temperatura di miscelazione è stato applicato il principio di equiviscosità. In pratica, i bitumi vengono miscelati a diverse temperature

ma caratterizzati tutti dalla stessa viscosità. Nel caso corrente, si fa riferimento alla viscosità dinamica ottenuta per la temperatura di 160°C del bitume 70/100.

La misura della viscosità dinamica è fondamentale anche per la successiva fase sullo studio della caratterizzazione meccanica dei conglomerati bituminosi. Infatti, anche in questo caso, per determinare la temperatura di miscelazione e compattazione dei conglomerati, è stato applicato il principio di equiviscosità, introdotto nel progetto SHRP – Superpave, e consiste nel determinare le temperature di miscelazione e compattazione in modo che il legante rispetti le seguenti viscosità:

- 0,31- 0,33 Pa·s per la miscelazione;
- 0,17 – 0,19 Pa·s per la compattazione.

Pertanto, testando per mezzo del rotoviscosimetro, campioni a diverse temperature è stato possibile determinare un opportuno range di temperature di miscelazione e compattazione per una data miscela.

Dunque, per ogni legante sono state ottenute diverse temperature di miscelazione ma tutte le miscele presentano lo stesso grado di viscosità.

Inoltre, si è studiata la viscosità dinamica anche in condizioni invecchiate dopo essere stato sottoposto alla prova RTFOT.

Per quanto riguarda lo studio della penetrazione a 25°C, la prova è stata effettuata su tutte le possibili combinazioni bitume-percentuale di lignina ai fini di determinare la percentuale di lignina che restituisce valori di penetrazioni che rientrano nel range di un bitume di classe 50/70, ovvero il bitume di riferimento. Le combinazioni che rispettano tale classe di consistenza, vengono sottoposte in seguito alle prove di palla-anello e misura della viscosità dinamica per verificare se effettivamente possono essere degli ipotetici bio-leganti da poter impiegare alle nostre latitudini.

Quindi, è stata effettuata la prova di palla-anello in cui il punto di rammollimento deve rientrare nei limiti espressi dal Capitolato e riportati nella precedente tabella.

Di seguito si è studiato il comportamento di tali bio-leganti sottoposti alla prova RTFOT per l'invecchiamento a breve termine. Anche in questo caso si devono rispettare i limiti da Capitolato di cui alla Tabella 3.6 in termini di penetrazione e punto di rammollimento.

Quindi, le combinazioni che rispettano i limiti del Capitolato ANAS sono state selezionate come ipotetici bio-leganti da impiegare per il successivo studio della caratterizzazione meccanica dei conglomerati bituminosi per uno strato di binder.

3.3.2 Caratterizzazione meccanica dei conglomerati bituminosi

In questa seconda fase della sperimentazione, si studia la caratterizzazione meccanica dei conglomerati bituminosi dopo aver attentamente valutato il mix-design, la lavorabilità, il tenore dei vuoti e il grado di compattazione con l'indice CEI.

Mix-design e lavorabilità

Per la miscelazione e la compattazione dei conglomerati bituminosi per lo strato di binder in questione sono stati considerati:

- 3 tipi di bitume (70/100, 100/150 e il bitume di riferimento 50/70);
- 2 tipi di lignina (Lignina S e Lignina B);
- 2 curve granulometriche (di cui una migliorata rispetto a un primo studio).

Nello specifico è stato impiegato un mix-design volumetrico analizzando il risultato della compattazione attraverso l'analisi volumetrica, rispettando i requisiti di accettazione del Capitolato ANAS. Quest'ultimo stabilisce che le miscele in conglomerato bituminoso per uno strato di binder devono avere:

- un contenuto di bitume (riferito alla miscela) compreso tra 4,1% e il 5,5%;
- spessore compreso tra 4 e 8cm;
- un tenore dei vuoti compreso tra il 3% e il 6%, corrispondente a un numero di giri N2.

Come già descritto precedentemente, le miscele sono state preparate in conformità al fuso granulometrico fornito dal Capitolato ANAS, in cui si è cercato di combinare le varie classi granulometriche a disposizione per ottenere una curva che non si discosti troppo dal centro fuso.

In particolare, come primo tentativo, è stata studiata la seguente combinazione: (Tabella 3.7)

Setacci	CA1 10-16	CA2 6-12	Sabbia 0-4	Filler	RAP (attuale)	Progetto
mm	20,0	25,0	35,0	5,0	15,0	%
20	100,0	100	100,0	100	100	100,0
16	85,0	100,0	100,0	100,0	98,7	96,8
12,5	15,0	99,9	100,0	100,0	92,1	81,8
8	3,0	43,9	100,0	100,0	72,1	62,4
4	0,0	1,3	94,3	100,0	47,5	45,5
2	0,0	0,9	62,1	100,0	32,3	31,8
0,5	0,0	0,6	18,2	98,4	16,6	13,9
0,25	0,0	0,5	8,4	95,0	13,5	9,8
0,063	0,0	0,2	1,2	77,3	9,5	5,8

Tabella 3. 7 Combinazione delle classi granulometriche per la determinazione della curva di progetto

Per cui la curva di progetto che si ottiene “Curva_1” è la seguente: (Figura 3.30)

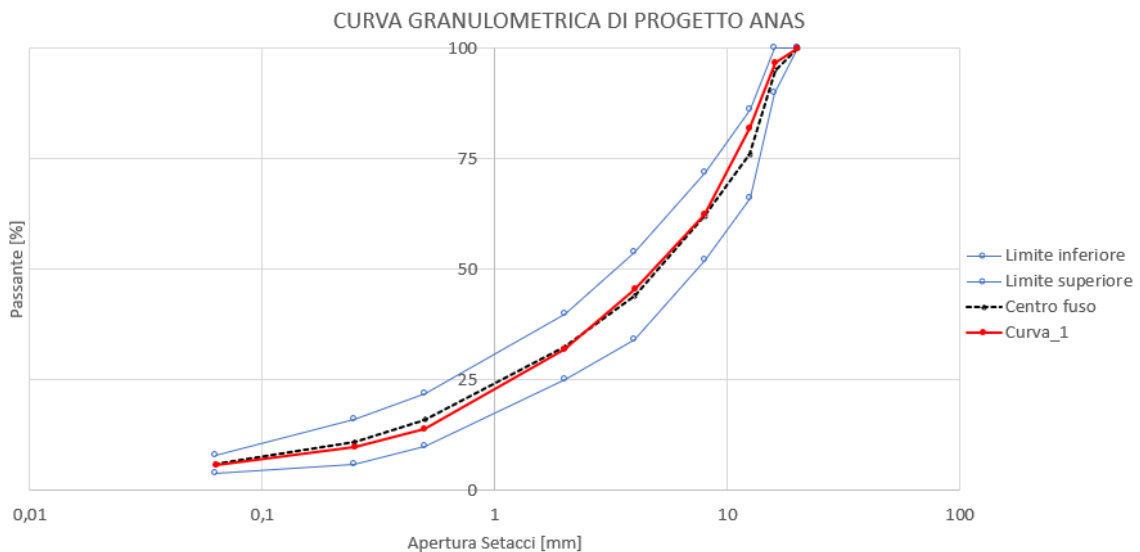


Figura 3. 30 Curva granulometrica di progetto: Curva_1

Le miscele prodotte utilizzando tale curva di progetto “Curva_1” sono state realizzate considerando diversi contenuti di legante. In particolare, per il bitume di riferimento 50/70, le percentuali di legante indagate sono:

- 4,2%;
- 4,8% (valore medio del range fornito dal Capitolato);
- 5,4%.

Mentre per le miscele contenenti bitume e lignina sono state indagate ulteriori percentuali di legante, ovvero

- 4,8%,
- 5,4%;
- 6,6%.

Inoltre, per ottenere miscele con tale contenuto di legante si deve ricordare che nel caso corrente è stato impiegato anche il 15% di RAP che apporta, ipotizzando la completa riattivazione del materiale, il 4,2% di bitume rispetto alla miscela.

Lo studio del mix-design si esplica studiando il tenore dei vuoti della miscela a diversi livelli di addensamento:

- N1, iniziale;
- N2, medio;
- N3, finale;

come rappresentato dalla seguente tabella: (Tabella 3.8)

	binder			% vuoti (Vm UNI EN 12697-8)
	TQ	Sf	HD	
N1	10	10	10	11-15
N2	100	110	120	3-6
N3	180	190	200	≥ 2

Tabella 3. 8 Contenuto dei vuoti dei provini ad ogni livello di addensamento

Per quanto concerne lo studio dei vuoti, questo è stato effettuato con il “metodo *dry*” come descritto al paragrafo 3.2.8.

Lo studio del mix-design, però, ha prodotto risultati per cui non vengono rispettati i limiti di Capitolato riguardo al contenuto di vuoti della miscela (paragrafo 4.2.1).

Pertanto, è stato necessario migliorare la curva granulometrica aumentando la percentuale di aggregato fino a discapito degli aggregati grossi: la nuova curva granulometrica di progetto “Curva_2” presenta le seguenti combinazioni di classi granulometriche: (Tabella 3.9)

Setacci	CA1 10-16	CA2 6-12	Sabbia 0-4	Filler	RAP (attuale)	Progetto
mm	20,0	22,0	37,0	6,0	15,0	%
20	100,0	100	100,0	100	100	100,0
16	85,0	100,0	100,0	100,0	98,7	96,8
12,5	15,0	99,9	100,0	100,0	92,1	81,8
8	3,0	43,9	100,0	100,0	72,1	64,1
4	0,0	1,3	94,3	100,0	47,5	48,3
2	0,0	0,9	62,1	100,0	32,3	34,0
0,5	0,0	0,6	18,2	98,4	16,6	15,3
0,25	0,0	0,5	8,4	95,0	13,5	10,9
0,063	0,0	0,2	1,2	77,3	9,5	6,6

Tabella 3. 9 Combinazione delle classi granulometriche per la determinazione della nuova curva di progetto

Da cui si ottiene la seguente curva granulometrica: (Figura 3.31)

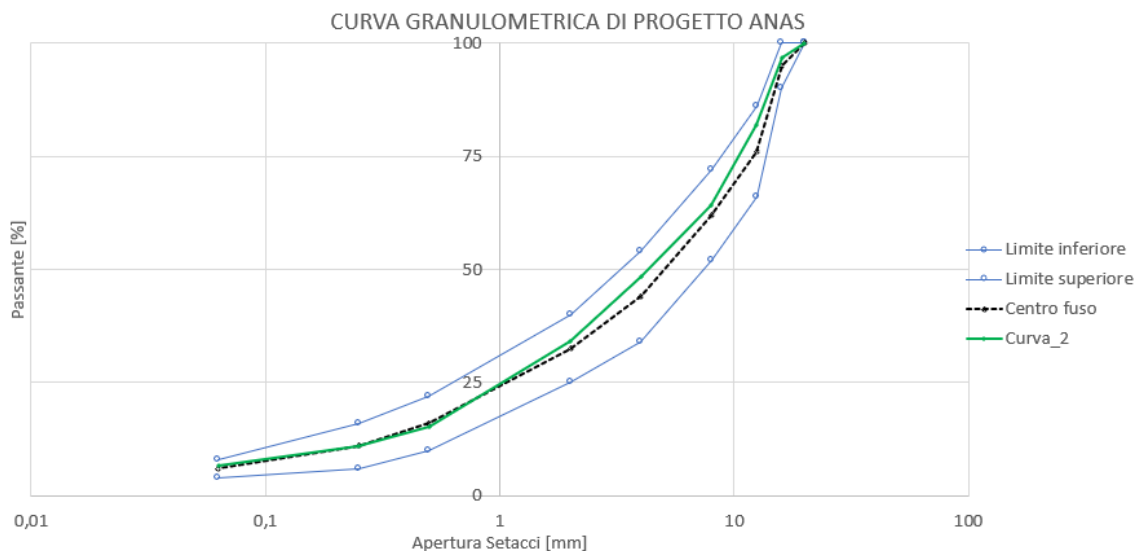


Figura 3. 31 Curva granulometrica di progetto Curva_2

In questa fase dello studio del mix-design, oltre all'ottimizzazione della curva granulometrica è stato ottimizzato anche il contenuto di legante in modo da rispettare i limiti del Capitolato ANAS inerente al tenore dei vuoti. In particolare, per la miscela di riferimento sono stati indagati il 4,8% e il 5,4% del contenuto di legante, e il 6,4% per le miscele contenenti lignina.

Studio della compattabilità

Per lo studio della lavorabilità si è fatto riferimento ad alcune specifiche di addensamento. In particolare, le caratteristiche di addensamento finale delle miscele investigate sono state determinate mediante l'utilizzo della pressa giratoria a taglio che permette di valutare la tendenza del materiale ad essere addensato attraverso la determinazione dell'indice CEI (*Compaction Energy Index*).

Si è verificato quindi che le miscele in questione siano rappresentate da un CEI adeguato, ovvero che non sia troppo elevato da compromettere la compattabilità stessa.

Nel caso corrente, lo studio della compattabilità è stato effettuato fissando il numero di giri sulla pressa giratoria pari a 180, ovvero N3 del Capitolato, ed è stata registrata l'altezza della miscela compattata ogni 5 giri, in modo da ottenere la curva di compattazione per il calcolo del CEI.

Caratterizzazione volumetrica

La percentuale di vuoti delle miscele che si vuole ottenere nella presente sperimentazione per la caratterizzazione meccanica dei provini è del 4,5%, in conformità al range fissato dal Capitolato ANAS per uno strato di binder che prevede un tenore dei vuoti tra il 3-6%. Inoltre, si è indagato un altro tenore di vuoti del 6% per lo studio della suscettibilità all'acqua della miscela.

Caratterizzazione meccanica dei conglomerati bituminosi

Per eseguire le prove per la caratterizzazione meccanica dei conglomerati bituminosi sono stati confezionati:

- 9 provini per la prova ITSM unaged;
- 9 provini per la prova ITSM aged;
- 4 provini per la prova ITS unaged;
- 4 provini per la prova ITS aged;
- 4 provini per la prova ITS dry;
- 4 provini per la prova ITS wet;

Quindi, tali provini sono stati sottoposti alla misura della rigidità in termini di ITSM e della resistenza in termini di ITS, in condizioni *unaged*, alla temperatura di prova rispettivamente di 20°C e 25°C. Le stesse prove sono state effettuate per le miscele in condizioni *aged*, successivamente alla procedura di invecchiamento in forno alla temperatura di 85°C per 5 giorni consecutivi, come stabilito nella normativa AASHTO R30 02 – 2015 ed un successivo condizionamento in camera climatica a 20 °C e 25°C a seconda della prova per almeno 4 ore prima del test.

Per quanto riguarda le prove ITS per la valutazione della suscettibilità all'acqua, le miscele in condizioni “*dry*” sono state testate alla temperatura di prova di 25°C; mentre, le miscele in condizioni “*wet*” hanno subito un condizionamento di 3 giorni in un bagno termostatico alla temperatura di 40°C, e successivamente un condizionamento di 3 giorni alla temperatura di 25°C.

3.4 Nomenclatura dei provini

Per far sì che il riconoscimento dei provini sia più agevole, si riporta la dicitura con cui sono stati indicati i provini. In particolare, la nomenclatura prevede un codice alfanumerico che tiene conto:

- Della classe di bitume (70/100, 100/150 e 50/70);
- Della tipologia di lignina impiegata (S, B o M);
- Della percentuale di sostituzione della lignina,
- Delle condizioni “*unaged*” o “*aged*”.



Figura 3. 32 Esempio di nomenclatura dei provini realizzati

In Figura 3.32 è possibile apprezzare un esempio di nomenclatura dei provini. In questo caso il provino si riferisce alla miscela in condizioni *unaged* realizzata impiegando il legante B.100/150 con lignina B dosata al 30% in peso.

Capitolo 4

Risultati della sperimentazione

In questo capitolo verranno illustrati ed analizzati i risultati della sperimentazione. Si presenteranno dapprima i risultati inerenti allo studio della fase legante e, successivamente saranno analizzati i risultati ottenuti in termini di caratteristiche meccaniche delle miscele con i relativi confronti.

4.1 Fase legante

4.1.1 Prova di Penetrazione

Nella prima parte della sperimentazione, inerente allo studio della fase legante, è stata effettuata la ricerca delle combinazioni bitume-percentuale di lignina che restituiscono valori in termini di penetrazione, punto di rammollimento e viscosità dinamica, confrontabili con quelle del bitume di riferimento (50/70), sia nella condizione “*unaged*” che in quella invecchiata a breve termine (*aged*), rispettando i limiti imposti dal Capitolato Speciale d’Appalto ANAS scelto come riferimento.

Quindi, per selezionare le combinazioni in grado di sopperire alle caratteristiche desiderate, è stato studiato per prima cosa il grado di penetrazione per ogni combinazione bitume-lignina. In Figura 4.1 è possibile osservare quanto rilevato per il bitume 70/100 sottoposto alla sostituzione di tutti i tipi di lignina con le percentuali precedentemente indicate (10%, 20% e 30%):

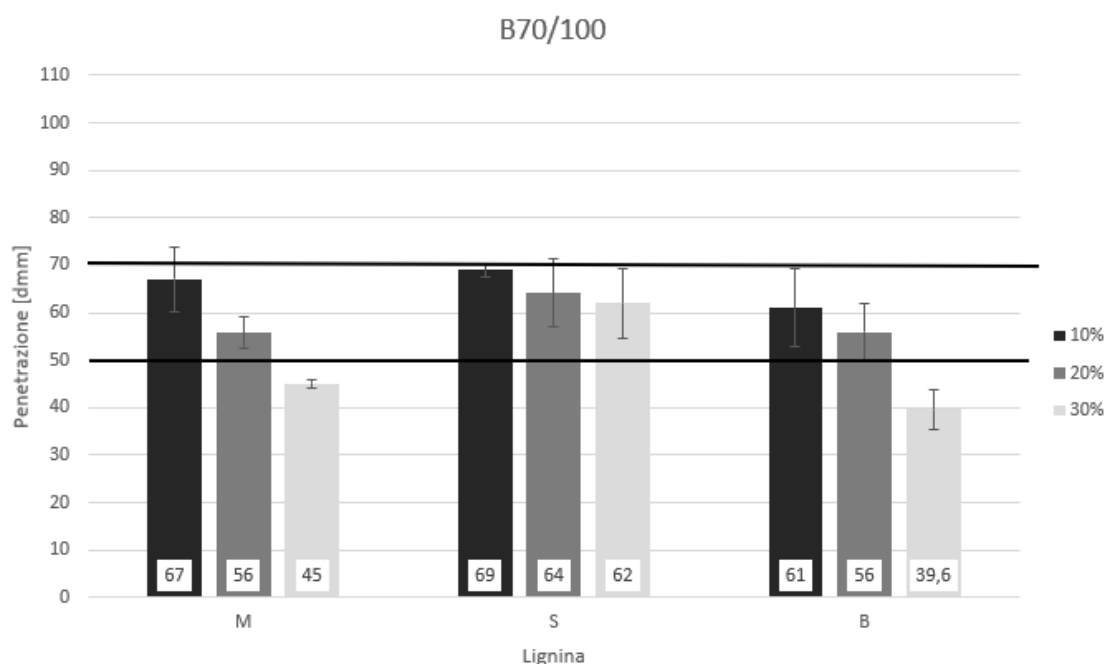


Figura 4. 1 Grado di penetrazione per il bitume 70/100 sottoposto alla sostituzione con lignina

È possibile osservare che, indipendentemente dal tipo di lignina, una sostituzione pari al 10% e 20% appare sempre un'ipotesi percorribile per il bitume in questione. Un replacement pari al 30%, invece, condurrebbe ad un legante troppo duro nel caso di impiego di lignina M e B che, in generale, presenta sul bitume 70/100 effetti di indurimento più marcati rispetto alla lignina S. Quest'ultima, infatti, se dosata al 30% in peso di bitume, produce un legante finale la cui consistenza è perfettamente compatibile con la classe di penetrazione desiderata (50/70). Per questo motivo, nell'ottica di voler massimizzare la sostituzione di lignina per ridurre quanto più possibile l'impiego di bitume, la configurazione della miscela B.70/100_S_30 è stata selezionata per ulteriori indagini.

I risultati ottenuti per il bitume 100/150 sono esposti in Figura 4.2:

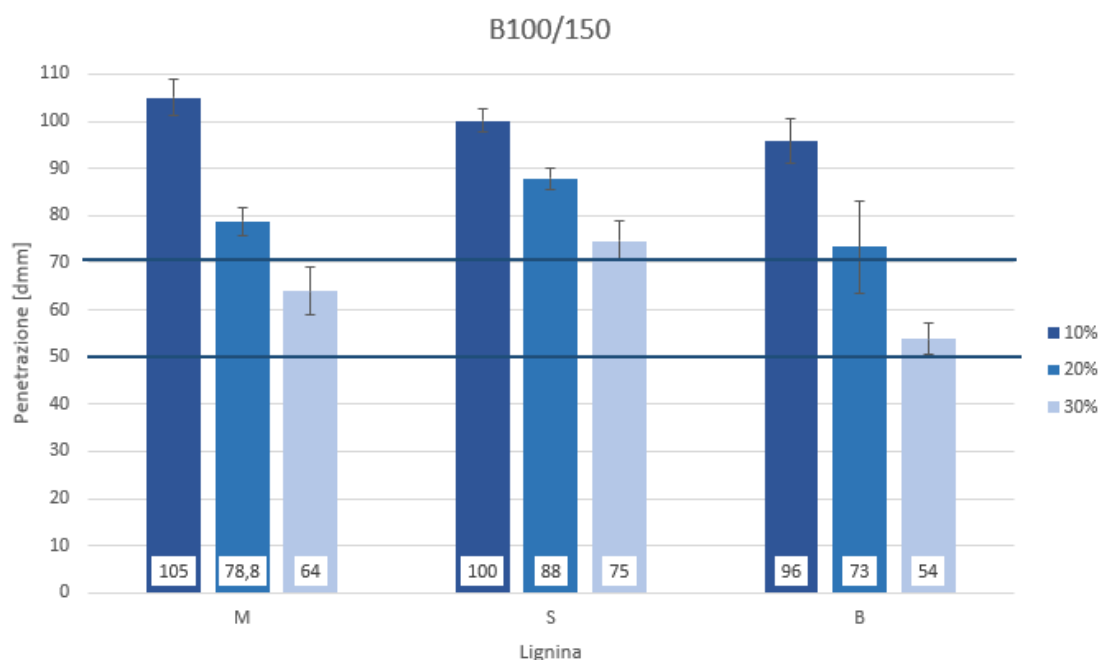


Figura 4. 2 Grado di penetrazione del bitume 100/150 sottoposto alla sostituzione di lignina

Come è possibile osservare, la combinazione migliore, tale per cui si ottengono caratteristiche confrontabili con il bitume di riferimento 50/70, è quella in cui viene impiegata sia la lignina B che la lignina M, entrambe dosate al 30%. Infatti, la sostituzione del 10% e del 20% presentano in tutti i casi valori di penetrazione fuori dal limite di consistenza selezionato (50/70).

Infine, si è studiato il comportamento del bitume più morbido avente classe di consistenza 160/220. In questo caso è stata studiata una sola tipologia di lignina come sostituzione del bitume in quanto l'esperienza di laboratorio ha consentito di poter affermare con ragionevole certezza che i tre diversi tipi di lignina producono effetti comparabili tra loro, e che è la classe di consistenza del bitume di origine ad avere più influenza sui risultati ottenuti. Pertanto, i risultati mettono in luce che l'impiego della lignina M ha restituito valori di penetrazione troppo elevati e fuori range rispetto al bitume di riferimento (Figura 4.3); questo implicherebbe una sostituzione più spinta di lignina, oltre il 30%, che tuttavia non rappresenta un'ipotesi percorribile. In letteratura, infatti, per sostituzioni pari al 40% si sono osservati fenomeni di cristallizzazione delle particelle di lignina [1], quindi è stato opportuno eliminare negli studi seguenti l'impiego di tale bitume.

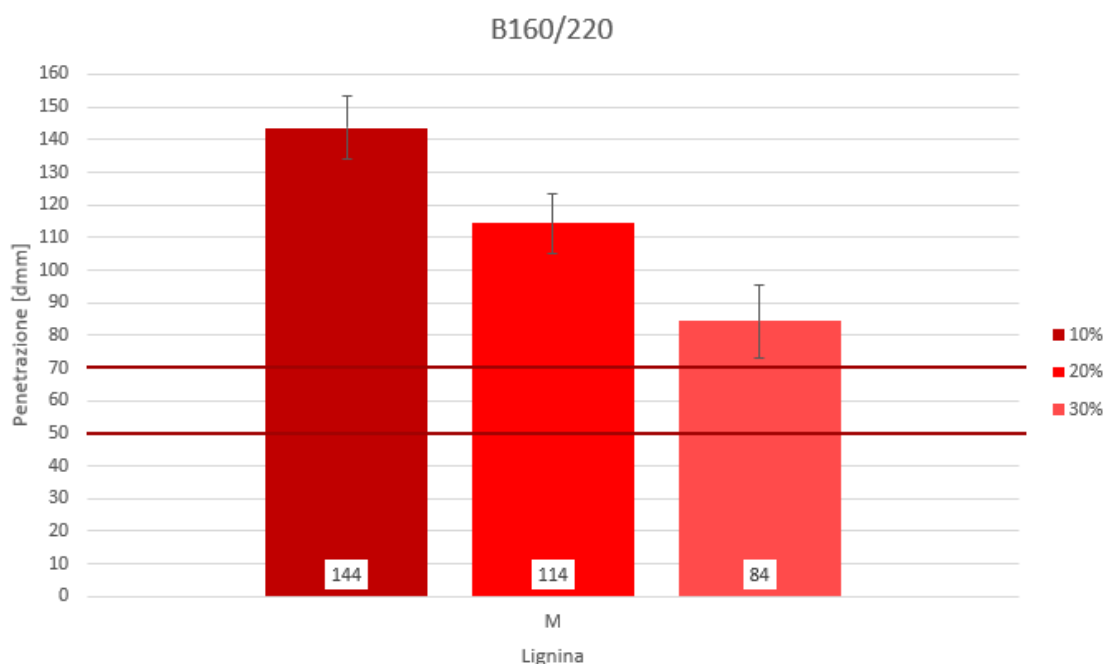


Figura 4. 3 Grado di penetrazione del bitume 160/220 sottoposto alla sostituzione di lignina

Quindi, le combinazioni bitume-lignina che restituiscono valori di penetrazione appartenenti alla classe di consistenza 50/70 selezionata come riferimento e che verranno impiegati in seguito per raggiungere gli obiettivi della presente sperimentazione, sono:

- B.70/100_S_30, ovvero il bitume 70/100 con sostituzione del 30% di lignina S;
- B.100/150_B_30%, il bitume 100/150 con sostituzione del 30% di lignina B;
- B.100/150_M_30, il bitume 100/150 con sostituzione del 30% di lignina M.

Inoltre, tramite la stessa prova di penetrazione, è stato possibile approfondire il comportamento di tali bio-leganti nelle condizioni di invecchiamento a breve termine, dopo essere stati sottoposti alla prova RTFOT. In particolare, il Capitolato ANAS richiede, per un bitume 50/70, che la penetrazione residua misurata su un bitume invecchiato a breve termine sia $\geq 40\%$ rispetto alla condizione non invecchiata (paragrafo 3.3.1). A tal fine, si osservano i risultati esposti in Figura 4.4:

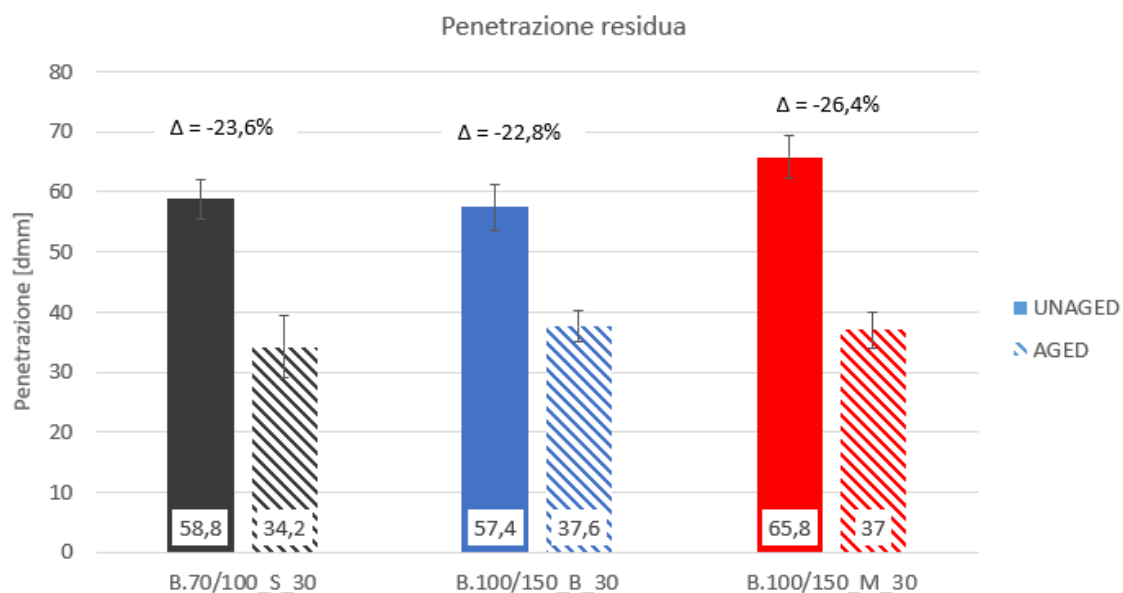


Figura 4. 4 Penetrazione residua dei bio-leganti selezionati

Si nota che la condizione *aged* presenta valori di penetrazione inferiori rispetto alla condizione *unaged* come previsto, in quanto il legante diventa più rigido a causa dell'ossidazione del bitume. Tuttavia, è evidente che le prescrizioni dettate dal Capitolato sono ampiamente soddisfatte, in quanto la riduzione media del grado di penetrazione che si verifica è di circa il 25%, indipendentemente dal tipo di bitume di base e dal tipo di lignina utilizzato. Pertanto, tutti e tre i binomi bitume-lignina subiscono un effetto dell'invecchiamento molto simile tra loro e possono continuare ad essere indagati sotto altri punti di vista.

4.1.2 Prova di palla-anello

Per quanto riguarda la determinazione del punto di rammollimento con la prova di palla-anello, il range prescritto nel Capitolato ANAS per un bitume tradizionale 50/70 è di 45-60°C nelle condizioni non invecchiate. Da Capitolato si deve rispettare un'ulteriore prescrizione inerente alle condizioni di invecchiamento a breve termine in cui il punto di rammollimento deve presentare un incremento non superiore a 9°C rispetto alla condizione non invecchiata (paragrafo 3.3.1).

In Figura 4.5 vengono riportati i risultati delle prove effettuate sui bio-leganti delle combinazioni scelte sia nella configurazione *unaged* che *aged*:

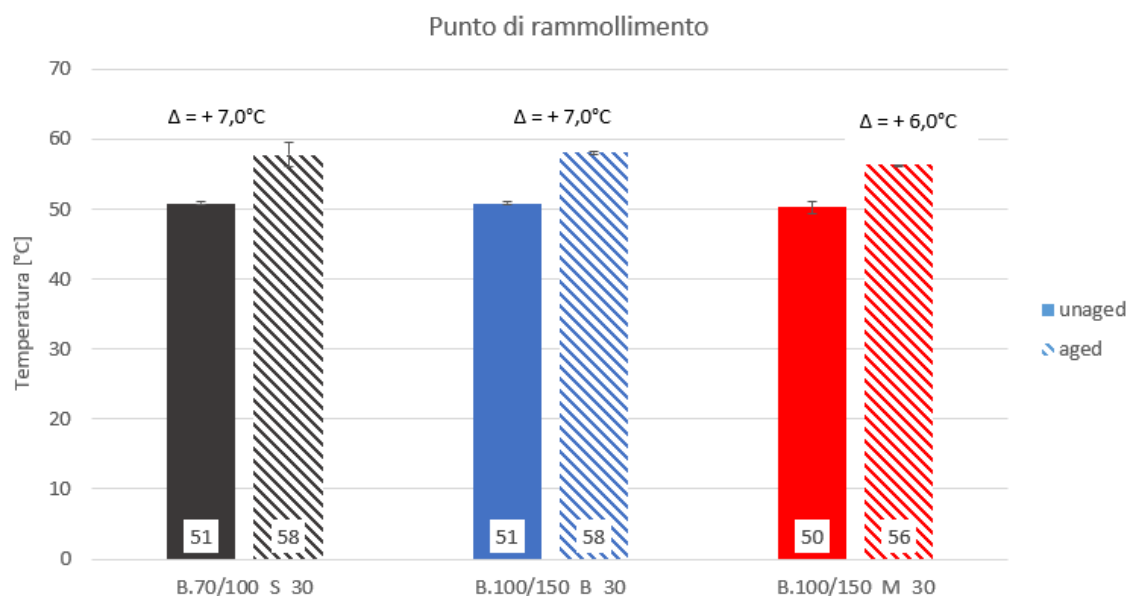


Figura 4. 5 Confronto del punto di rammollimento dei bio-leganti in condizione unaged e aged

Come previsto, è possibile notare che dalla condizione non invecchiata a quella invecchiata a breve termine si verifica un aumento del punto di rammollimento in quanto il legante, come accennato precedentemente, diventa più rigido quindi saranno necessarie temperature maggiori per verificare il suo “rammollimento”. L’incremento che si verifica rispetta i limiti imposti dal Capitolato per tutte le combinazioni scelte.

4.1.3 Prova di Viscosità

Infine, per la fase legante, è stata studiata la viscosità dinamica attraverso il rotoviscosimetro. Dapprima sono state determinate le viscosità dei bitumi tradizionali (70/100 e 100/150) a diverse temperature: 80, 100, 120, 140 e 160°C. Questo passaggio risulta fondamentale per la successiva determinazione delle temperature di miscelazione del bitume con la lignina che verrà applicando il concetto di equiviscosità.

Dunque, in Figura 4.6 sono rappresentati i valori di viscosità dei bitumi tradizionali in corrispondenza delle temperature di prova indagate, riferiti a un lavoro percentuale $\mu=50\%$. Inoltre, dai dati ottenuti è stata estrapolata anche la retta di regressione che interpola i punti sul piano $\eta[\text{mPa}\cdot\text{s}] - T [^{\circ}\text{C}]$ con la relativa equazione.

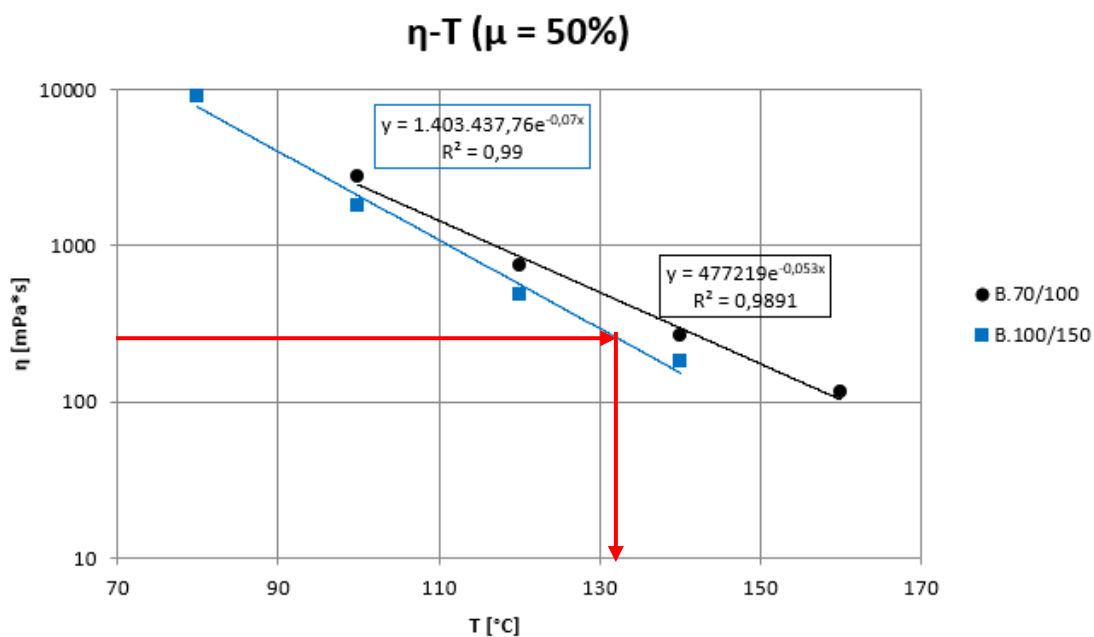


Figura 4. 6 Grafico viscosità-temperatura dei bitumi tradizionali con relativa legge esponenziale

La temperatura di miscelazione della lignina all'interno del bitume è stata determinata applicando il concetto di equiviscosità introdotto nel progetto SHRP, in cui la viscosità per la miscelazione deve risultare compresa tra 0,17–0,19 Pa·s. È possibile determinare graficamente la temperatura di miscelazione per i due bitumi in questione: una volta misurata la viscosità del legante a diverse temperature ed estrapolata l'equazione della retta di regressione, si entra nel grafico con il valore della viscosità per l'operazione di miscelazione quindi si interseca la curva rappresentante la miscela, ed infine, in output si ottiene la relativa temperatura nell'asse delle ascisse.

Le temperature di miscelazione ottenute sono riportate nella seguente Tabella 4.1:

Bitume	T _{mix} [°C]
70/100	148
100/150	132

Tabella 4.1 Temperature di miscelazione bitume con lignina

Successivamente alla miscelazione della lignina all'interno del bitume è stata determinata la viscosità - a diverse temperature di prova - di tali bio-leganti per studiarne il comportamento. Quindi è stata effettuata la prova di viscosità dinamica sui bio-leganti sia in condizioni *unaged* che *aged*, ricordando che il Capitolato ANAS stabilisce che la viscosità dinamica di un bitume 50/70 alla temperatura di 160°C in condizioni non invecchiate deve essere compresa tra 0,03-0,10 Pa·s (paragrafo 3.3.1).

Dunque, in Figura 4.7 si riportano i valori della viscosità dinamica ottenuta per i bio-leganti indagati, nelle condizioni *unaged* e *aged*, alla temperatura di 160°C come richiesto dal Capitolato di riferimento:

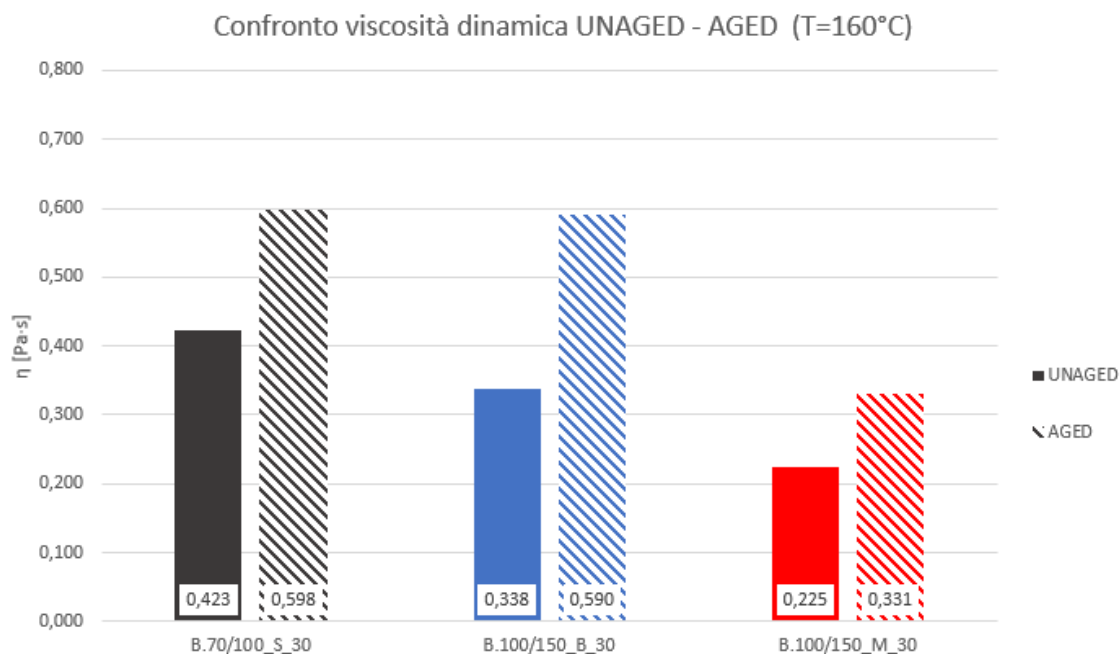


Figura 4. 7 Confronto della viscosità dei bio-leganti a 160°C in condizione *unaged* e *aged*

È possibile osservare che i bio-leganti studiati non rispettano le prescrizioni del Capitolato ANAS. Tale effetto risulta prevedibile in quanto il valore di viscosità riportato nel Capitolato fa riferimento a un bitume tal quale, quindi l'aggiunta di lignina all'interno del legante compromette la sua viscosità ma comunque non pregiudica l'impiego dei bio-leganti per la produzione di miscele in conglomerato bituminoso. Infatti, grazie al principio di equiviscosità, introdotto nel progetto SHRP, variando la temperatura si possono ottenere le viscosità fissate per le operazioni di miscelazione e compattazione, pari a:

- 0,17 - 0,19 Pa·s per la miscelazione;
- 0,31 – 0,33 Pa·s per la compattazione.

Il principio di equiviscosità viene applicato per rendere confrontabili tra loro le caratteristiche delle miscele poiché la viscosità influenza massimamente la miscelazione e la compattazione dei conglomerati bituminosi, quindi si studiano differenti temperature per le quali i leganti presentano i medesimi valori di viscosità.

In Tabella 4.5 sono riportate le temperature di miscelazione e di compattazione per le miscele indagate nel rispetto del principio di equiviscosità:

Legante	Tmix [°C]	Tcomp [°C]
B.50/70	151	138
B.70/100_S_30	180	167
B.100/150_B_30	172	160

Tabella 4. 2 Temperature di miscelazione e compattazione delle miscele in conglomerato bituminoso

È possibile notare che le temperature per la miscelazione e compattazione delle miscele contenenti i bio-leganti sono più elevate rispetto quelle delle miscele con il bitume di riferimento. Questo è uno svantaggio in termini ambientali, in quanto per la loro produzione occorre spendere più energia andando a disperdere più CO₂ nell'ambiente.

4.2 Miscele in conglomerato bituminoso

La seconda parte della sperimentazione riguarda la produzione di conglomerati bituminosi per uno strato di binder dove sono stati impiegati come leganti:

- B.70/100_S_30
- B.100/150_B_30

La scelta di portare avanti il bitume 100/150 con la sola lignina B rispetto alle due possibilità determinate nella prima fase è causata dall'odore solfureo della lignina M e dalle tempistiche a disposizione.

Si ricorda che i risultati della caratterizzazione meccanica dei conglomerati bituminosi prodotti in questa fase sono stati confrontati con la miscela di riferimento in cui è stato impiegato il bitume 50/70.

4.2.1 Studio del mix-design

Ottimizzazione curva granulometrica e del contenuto di legante

In un primo momento è stata studiata la volumetria della miscela mediante l'ottimizzazione della curva granulometrica e il contenuto di legante per mezzo del mix-design.

In Figura 4.8 è possibile apprezzare le curve di progetto denominate “Curva_1” e “Curva_2” utilizzate nella presente sperimentazione, ottenute combinando le diverse pezzature in modo tale da avvicinarsi quanto più possibile alla curva di centro fuso proposta dal Capitolato ANAS per uno strato di binder:

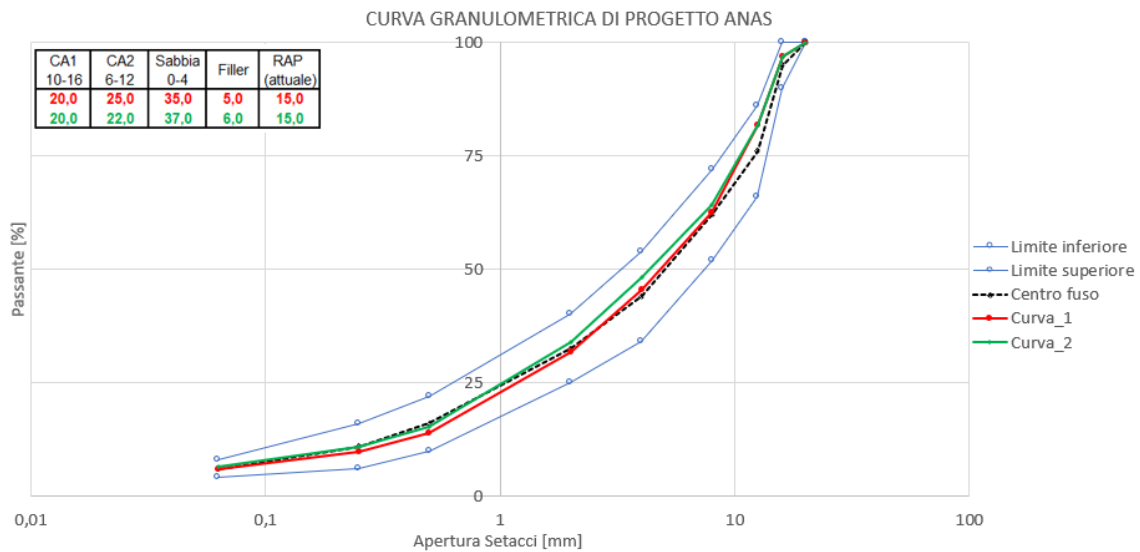


Figura 4.8 Rappresentazione del fuso granulometrico ANAS e delle curve di progetto

Dapprima sono state confezionate le miscele rappresentate dalla “Curva_1” con diversi tenori di legante rappresentati nella seguente Tabella 4.3:

Curva_1	
Legante	% legante
50/70	4,2
	4,8
	5,4
70/100	4,8
	5,4
	6,6
100/150	5,4

Tabella 4. 3 Percentuali di legante impiegate per le miscele della Curva_1 nella fase di mix-design

In particolare, dallo studio dei vuoti e della lavorabilità effettuato su tali miscele (paragrafo “Studio del contenuto dei vuoti”) è risultato che esse non rispettavano i limiti imposti dal Capitolato ANAS, pertanto si è cercato di migliorare la curva di progetto. La nuova curva adottata, denominata “Curva_2”, è stata ottenuta agendo sulla curva granulometrica, ovvero si è cercato di migliorare la curva di progetto precedentemente impiegata in modo da aumentare la parte fine a discapito delle pezzature più grossolane, così da favorire la lavorabilità e l’abbattimento del contenuto di vuoti.

A seguito dell’ottimizzazione della curva sono state effettuate le miscele con le seguenti percentuali di legante: (Tabella 4.4)

Curva_2	
Legante	% legante
50/70	4,8
	5,4
70/100	6,4
100/150	6,4

Tabella 4. 4 Percentuali di legante impiegate per le miscele della Curva_2 nella fase di mix-design

In particolare, per ogni contenuto di legante indagato, lo 0,6% di bitume deriva dal RAP ipotizzando la sua riattivazione totale. Quindi, nella miscela di riferimento, i contenuti di legante sono suddivisi come segue:

$$4,8\% \left[\begin{array}{l} 0,6\% \text{ RAP (hp riattivazione totale)} \\ 4,2\% \text{ bitume aggiunto} \end{array} \right.$$

$$5,4\% \left[\begin{array}{l} 0,6\% \text{ RAP (hp riattivazione totale)} \\ 4,8\% \text{ bitume aggiunto} \end{array} \right.$$

Mentre nelle miscele contenenti lignina, il legante detratto dal contenuto apportato dal RAP, rappresenta il bitume aggiunto di cui il 30% è costituito dalla lignina stessa. Dunque, il legante per le miscele B.70/100_S_30 e B.100/150_B_30 pari al 6,4% in peso, è suddiviso come segue:

$$6,4\% \left[\begin{array}{l} 0,6\% \text{ RAP (hp riattivazione totale)} \\ 5,8\% \text{ bitume aggiunto} \end{array} \right. \left\{ \begin{array}{l} 30\% \text{ Lignina} \\ \text{bitume rimanente} \end{array} \right.$$

Pertanto, tali miscele contengono il 4,65% di bitume totale ottenuto dalla somma del bitume proveniente dal RAP e quello aggiunto. Scegliendo un contenuto di legante pari al 6,4% consente di ottenere un risparmio di bitume di circa il 15% rispetto a quello assunto per la miscela di riferimento.

Studio del contenuto dei vuoti

Successivamente alla compattazione e raffreddamento dei provini, è stata determinata la percentuale di vuoti della miscela con il metodo dry (paragrafo 3.2.8). Tale scopo deve essere perseguito secondo i requisiti di accettazione del Capitolo ANAS, (Tabella 4.5) ovvero facendo riferimento a una compattazione della pressa giratoria a taglio “a numero di giri imposto”.

	binder			% vuoti (Vm UNI EN 12697-8)
	TQ	Sf	HD	
N1	10	10	10	11-15
N2	100	110	120	3-6
N3	180	190	200	≥ 2

Tabella 4. 5 Tabella di Capitolato rappresentante il range di vuoti da ottenere a diversi livelli di addensamento

Per lo strato di binder, ai diversi livelli di addensamento (N1, N2, N3) deve essere rispettato il relativo contenuto dei vuoti. Dunque, la compattazione dei provini è stata effettuata fino al 180-esimo giro (rappresentante la compattazione finale in sito ottenuta per un numero di giri pari a N3), registrando l'altezza del provino, ovvero il suo addensamento, ogni 5 giri effettuati dalla pressa giratoria.

Facendo riferimento al Capitolato, si ricorda che le miscele per lo strato di binder devono presentare un contenuto di vuoti, riferiti al livello di addensamento finale, compresi tra 3-6%.

Confronto vuoti miscela B.50/70

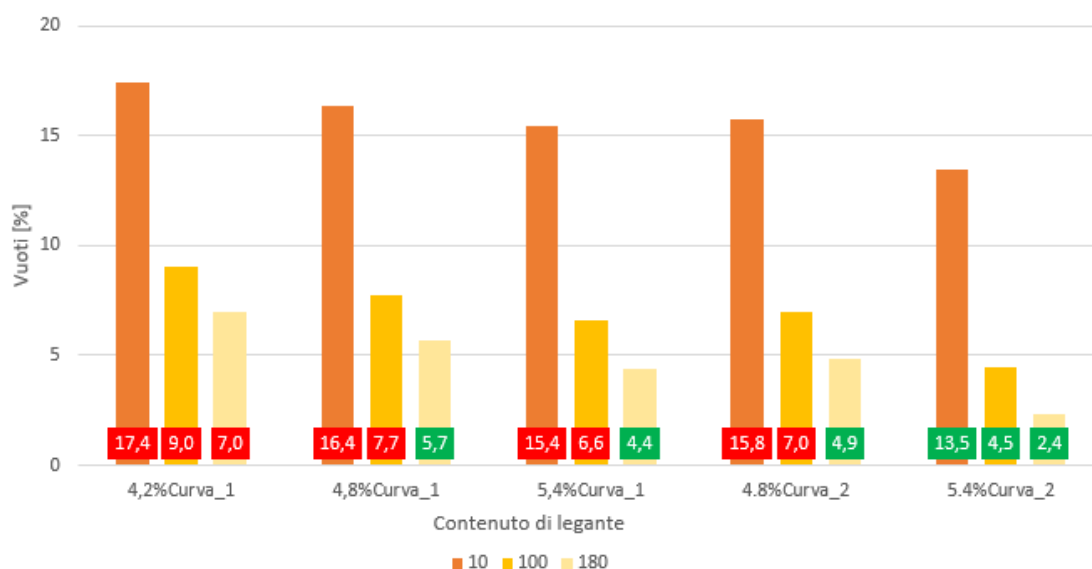


Figura 4. 8.a Confronto del tenore dei vuoti ai diversi livelli di addensamento e di contenuto di legante per la miscela B.50/70

Confronto vuoti miscela B.70/100_S_30

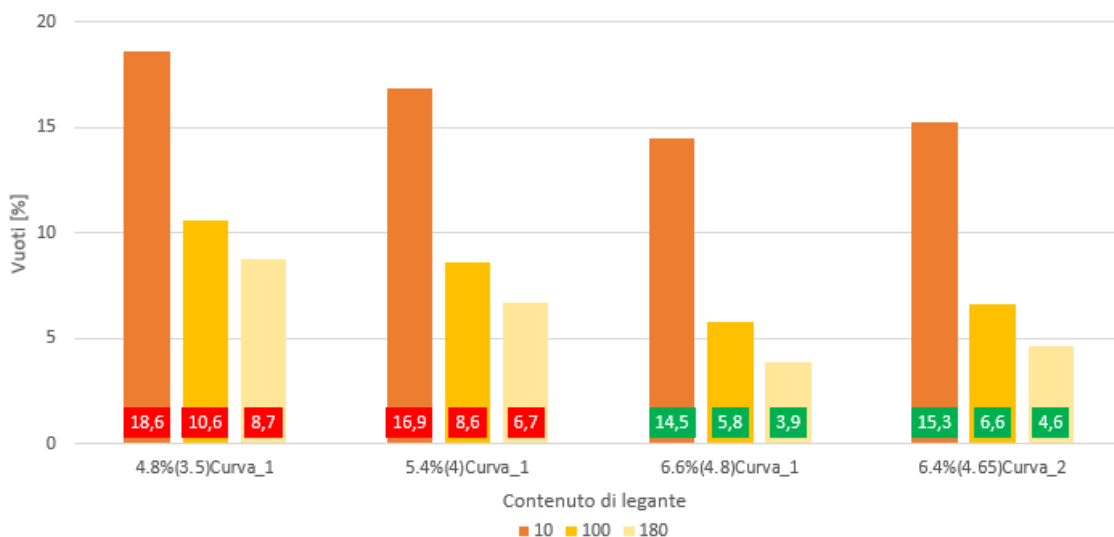


Figura 4. 9.b Confronto del tenore dei vuoti ai diversi livelli di addensamento e di contenuto di legante per la miscela B.70/100_S_30

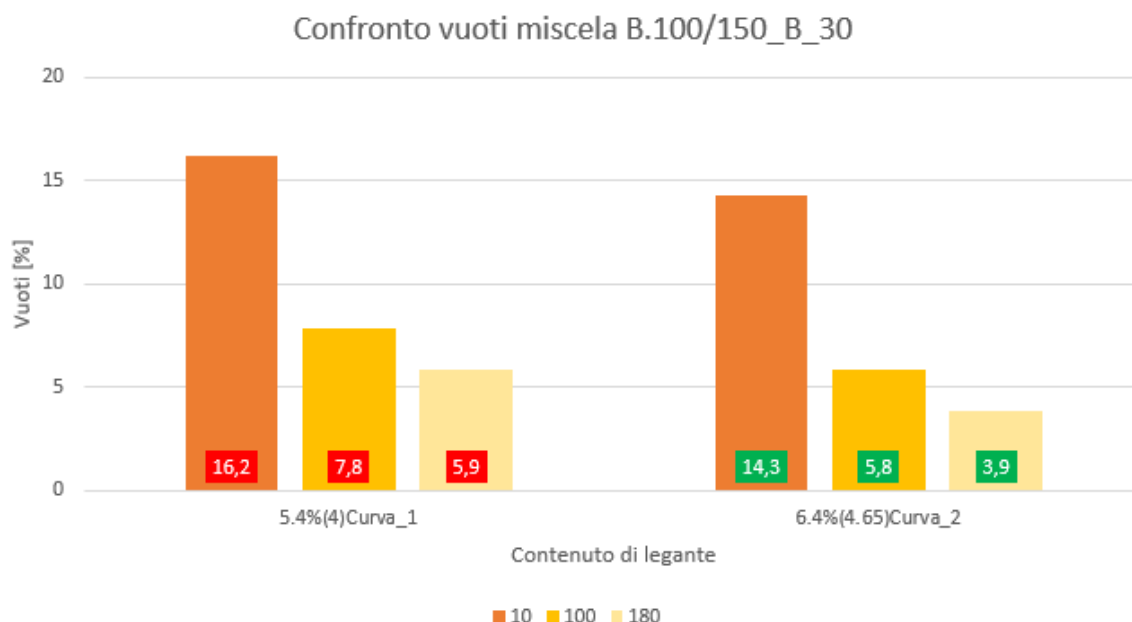


Figura 4. 10.c Confronto del tenore dei vuoti ai diversi livelli di addensamento e di contenuto di legante per la miscela B.100/150_B_30

In Figura 4.8.a, b, c è riportato quanto emerso dallo studio del contenuto di vuoti: in generale, come precedentemente accennato, adottando la “Curva_1” non è stato possibile rispettare le prescrizioni di Capitolato inerenti al tenore dei vuoti delle miscele ai diversi livelli di addensamento. Per tale motivo sono state confezionate altre miscele adottando la curva migliorata “Curva_2”, da cui è emerso che la miscela di riferimento (B.50/70) con un contenuto di bitume pari al 4,8% restituiva un tenore dei vuoti inerenti ai livelli di addensamento N1 e N2 superiori a quanto prescritto dal Capitolato. Quindi si è aumentato il contenuto di legante al 5,4% il quale soddisfa il contenuto di vuoti ad ogni livello di addensamento, infatti adottando un contenuto di legante maggiore le miscele risultano più chiuse.

Per quanto riguarda la miscela B.70/100_S_30, con la “Curva_1” venivano rispettate le specifiche solamente con il contenuto di legante pari al 6,6%. Adottando la “Curva_2” si è deciso inoltre di ottimizzare il contenuto di legante al 6,4% da cui sono risultati valori del contenuto di vuoti apprezzabili.

Infine, per la miscela B.100/150_B_30 è stato indagato un solo contenuto di legante pari al 5,4% per la miscela confezionata con la “Curva_1” che ha determinato però un tenore dei vuoti superiore rispetto ai limiti fissati dal Capitolato. Invece, adottando la “Curva_2” con un contenuto di legante pari al 6,4% come per l’altra miscela contenente lignina, sono soddisfatti tutti i limiti prescritti.

Pertanto, adottando la “Curva_2” per lo studio del contenuto dei vuoti delle miscele è risultato che si verificano i limiti imposti dal Capitolato ANAS. In questa sede si è ottimizzato anche il contenuto di legante per le miscele indagate che è risultato pari al 5,4% per la miscela di riferimento (B.50/70) e pari al 6,4% per le miscele B.70/100_S_30 e B.100/150_B_30.

Compaction Energy Index (CEI)

Le miscele di cui sopra sono state sottoposte al calcolo dell'indice CEI che rappresenta l'area sottesa alla curva di compattazione dall'ottavo giro fino al raggiungimento del 92% dell'addensamento (paragrafo 3.2.7). Per una buona compattazione è preferibile avere valori dell'indice CEI non troppo elevati.

Il Capitolato ANAS non prescrive alcuna limitazione su tale valore.

Le miscele studiate in questa fase di mix-design hanno restituito i seguenti valori medi dell'indice CEI: (Figure 4.9.a, b, c)

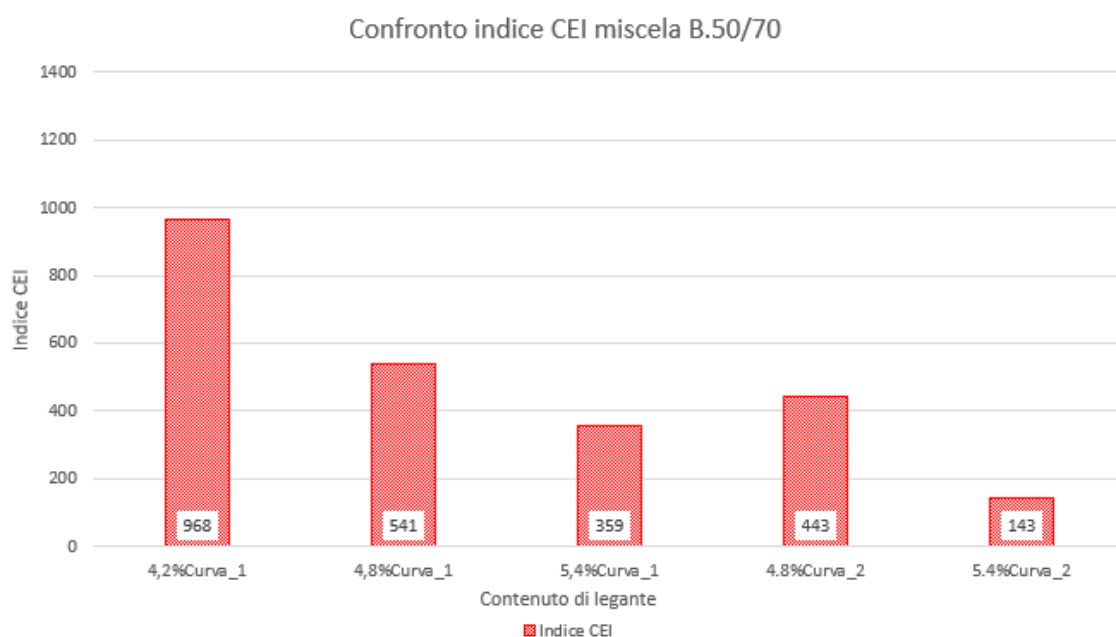


Figura 4. 9.a Confronto dell'indice CEI a diversi contenuti di legante della miscela B.50/70

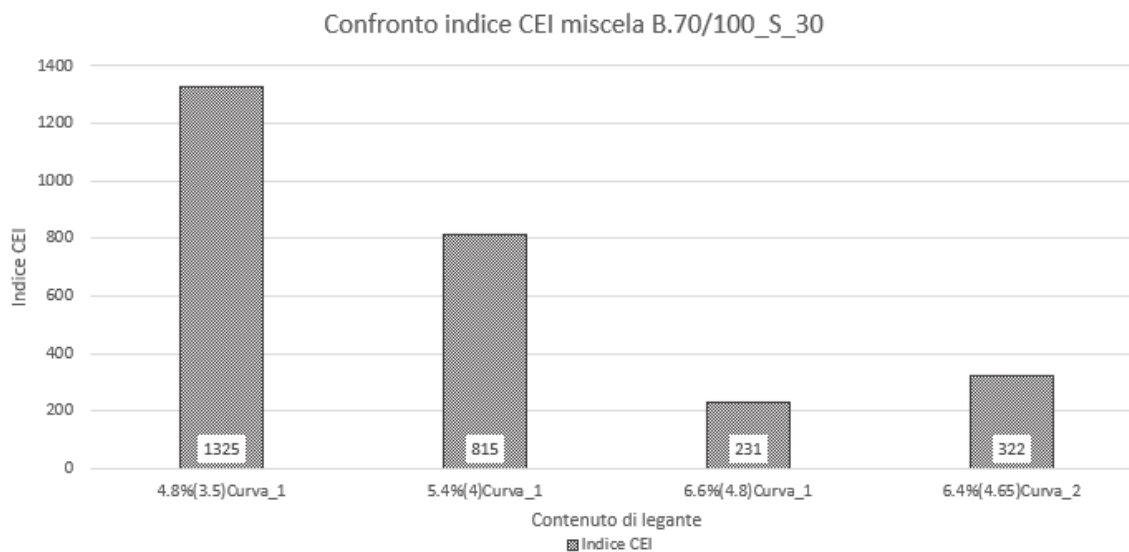


Figura 4. 9.b Confronto dell'indice CEI a diversi contenuti di legante della miscela B.70/100_S_30

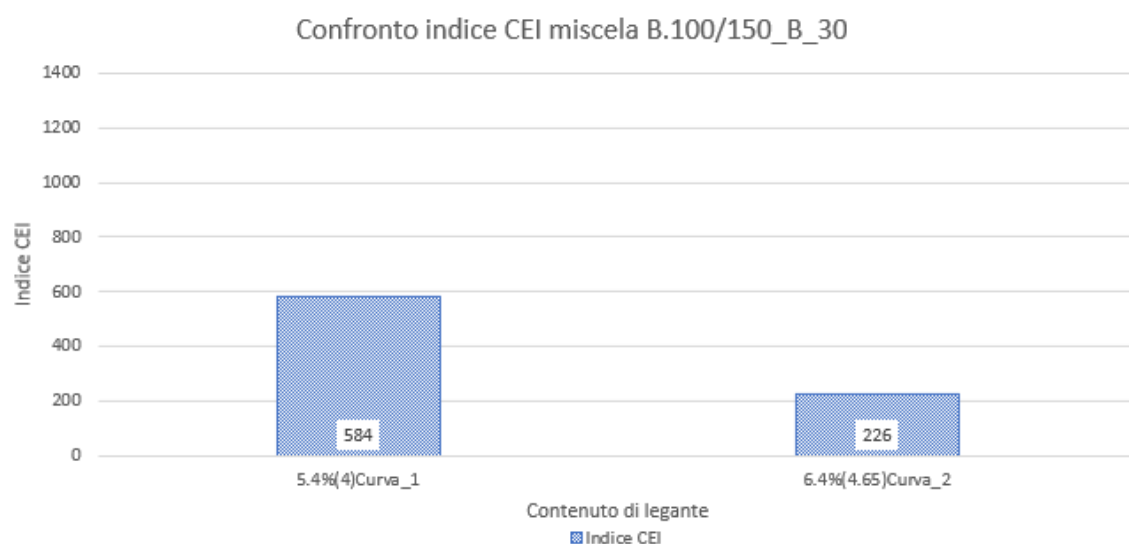


Figura 4. 9.c Confronto dell'indice CEI a diversi contenuti di legante della miscela B.100/150_B_30

È possibile notare come i valori dell'indice CEI diminuiscono all'aumentare del contenuto di legante. La miscela di riferimento (B.50/70) confezionata con la "Curva_1" presenta valori dell'indice CEI che diminuiscono con il contenuto di legante, tuttavia risultano troppo elevati per garantire una lavorabilità apprezzabile. Mentre, adottando la "Curva_2" l'indice CEI assume una riduzione importante, favorendo quindi la lavorabilità della miscela, soprattutto adottando un contenuto di legante del 5,4%.

La miscela B.70/100_S_30 confezionata con la "Curva_1" presenta valori elevati dell'indice CEI sinonimo di una difficile compattazione. Inoltre, è possibile notare che la miscela confezionata con la "Curva_2" e un contenuto di legante pari al 6,4% restituisce un valore dell'indice CEI

superiore rispetto a quella confezionata con la “Curva_1” e un contenuto di legante del 6,6%. Questo è del tutto normale in quanto è stato adottato un contenuto inferiore di legante per ottenere un risparmio di materiale, ma risulta un valore accettabile e comparabile con quello delle altre miscele.

Infine, la miscela B.100/150_B_30 prodotta con la “Curva_2” presenta un valore dell’indice CEI nettamente inferiore rispetto alla miscela della “Curva_1”, quindi viene favorita la lavorabilità.

Indirect Tensile Strenght (ITS)

Il Capitolato ANAS richiede prescrizioni anche per i valori della resistenza a trazione indiretta (R_t) e del coefficiente di trazione indiretta (CTI), sempre per miscele TQ, come rappresentato nella tabella seguente: (Tabella 4.7)

	Miscele con bitume TQ	Miscele con bitume SF e HD
R_t (GPa x 10-3)	0,72 – 1,40	0,95 – 1,70
CTI (GPa x 10-3)	≥ 65	≥ 75

Tabella 4. 6 Prescrizioni di Capitolato inerenti alla prova di trazione indiretta

Nelle Figure 4.10.a, b vengono esposti i valori di R_t e CTI determinati per le miscele adottate in questa sperimentazione:

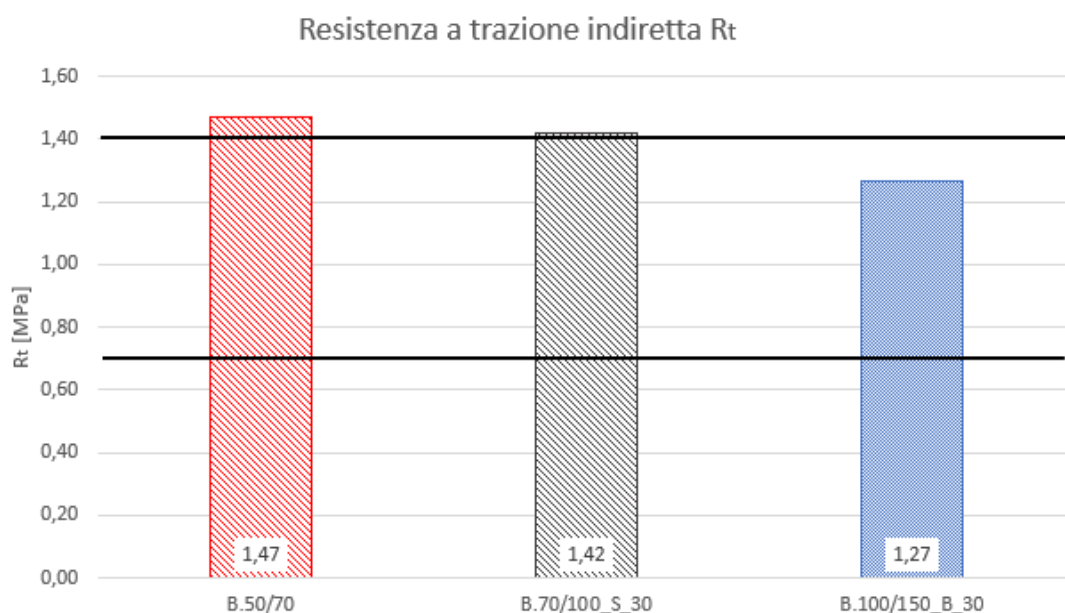


Figura 4. 10.a Valori di resistenza a trazione indiretta delle miscele studiate

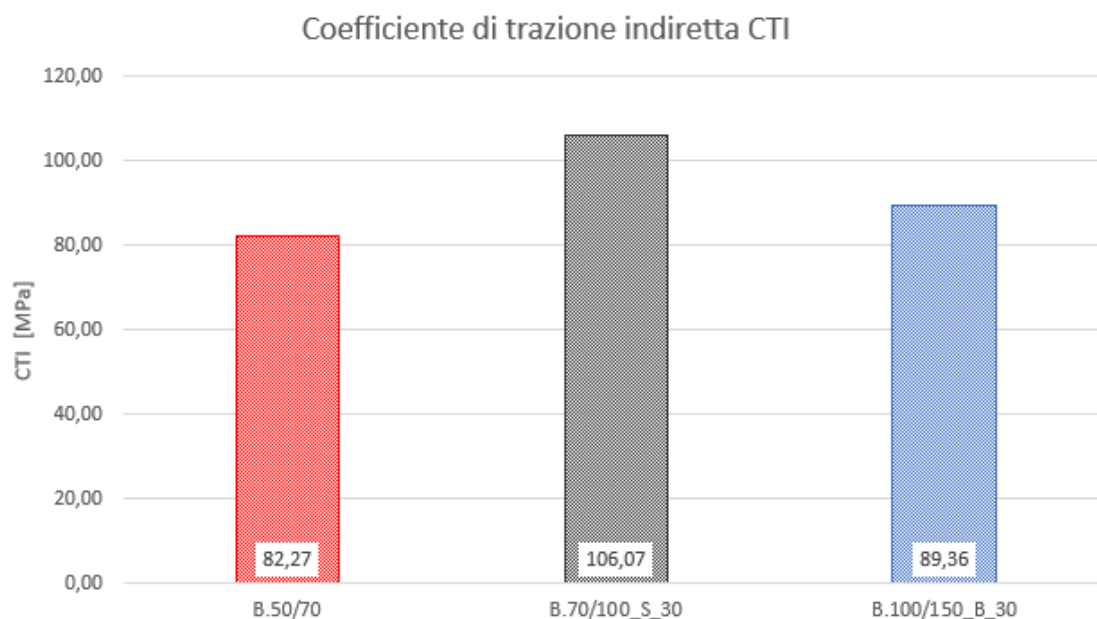


Figura 4. 10.b Valori del coefficiente di trazione indiretta delle miscele studiate

Ne deriva che la resistenza a trazione indiretta può considerarsi soddisfatta per tutte le miscele confezionate. In questo caso è fondamentale garantire la verifica del limite inferiore del range imposto dal Capitolato piuttosto del limite superiore, poiché un eccesso di rigidità non è penalizzante. Infatti, per studiare al meglio la risposta del materiale occorre eseguire ulteriori indagini di caratterizzazione meccanica.

Per quanto riguarda i valori del coefficiente di trazione indiretta, tutte le miscele soddisfano la prescrizione di Capitolato.

4.2.2 Caratterizzazione meccanica

Successivamente all'ottimizzazione delle miscele per mezzo del mix-design, sono stati confezionati i provini da sottoporre alle prove ITSM e ITS. Tali provini sono stati studiati in modo da presentare un contenuto di vuoti del $4,5 \pm 1\%$, scelti nel rispetto delle prescrizioni di Capitolato per lo strato di binder (3-6%), quindi sono stati compattati con la pressa giratoria a taglio nella configurazione di "altezza imposta", assunta pari a 60mm.

Indirect Tensile Strength Modulus (ITSM)

Per tutte le miscele studiate sono stati confezionati 9 provini ciascuna da cui si sono ottenuti i moduli di rigidità nelle condizioni *unaged* e *aged*.

Per quanto riguarda la determinazione dei moduli di rigidità delle miscele studiate nelle condizioni *unaged*, si è ottenuto quanto segue: (Figure 4.11.a, b, c)

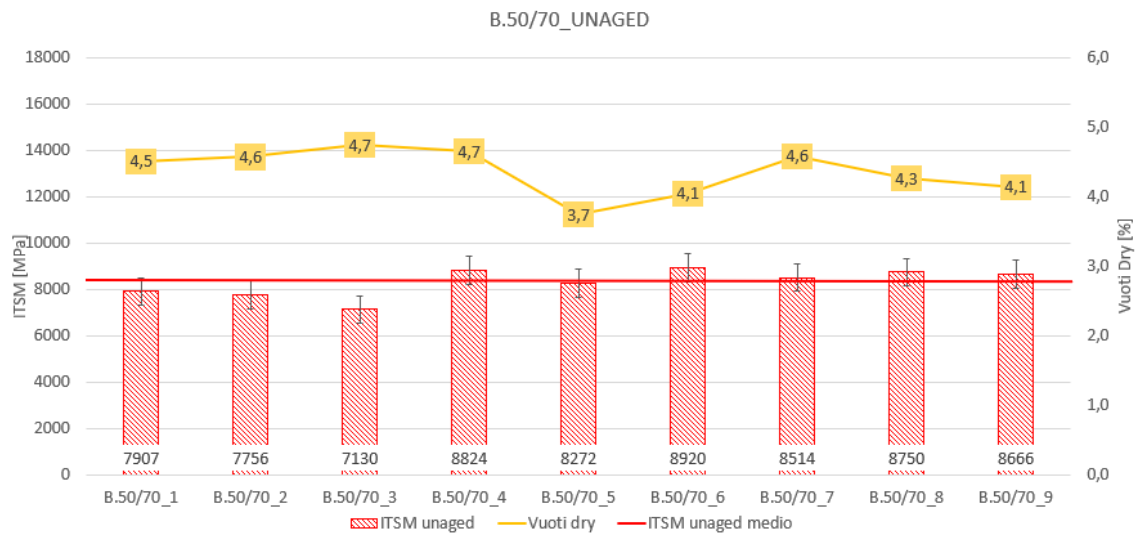


Figura 4. 11.a Valori dei moduli di rigidezza in condizioni unaged della miscela B.50/70

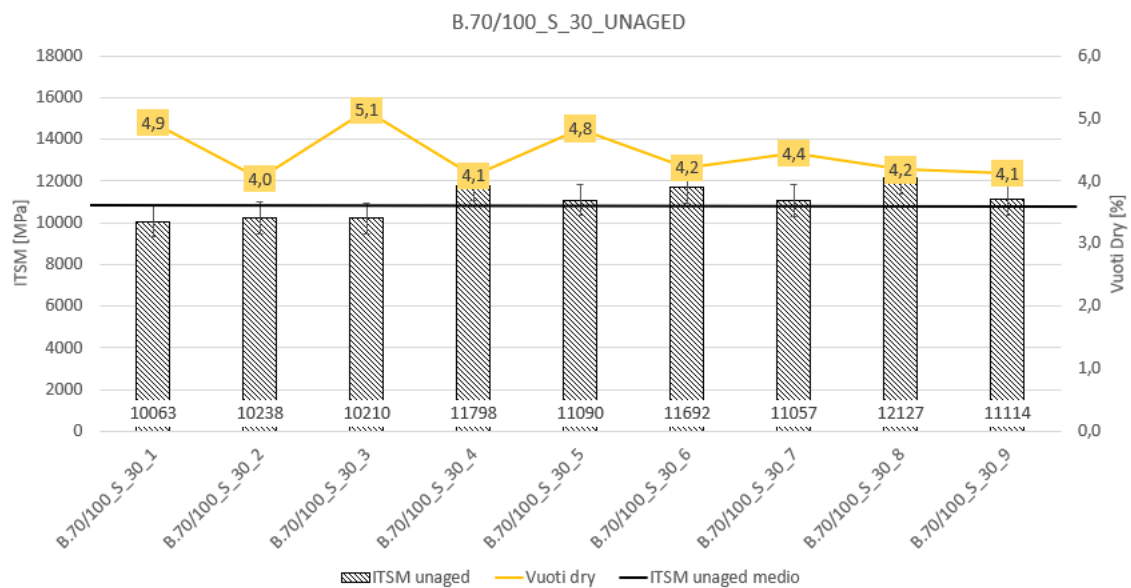


Figura 4. 12.b Valori dei moduli di rigidezza in condizioni unaged della miscela B.70/100_S_30

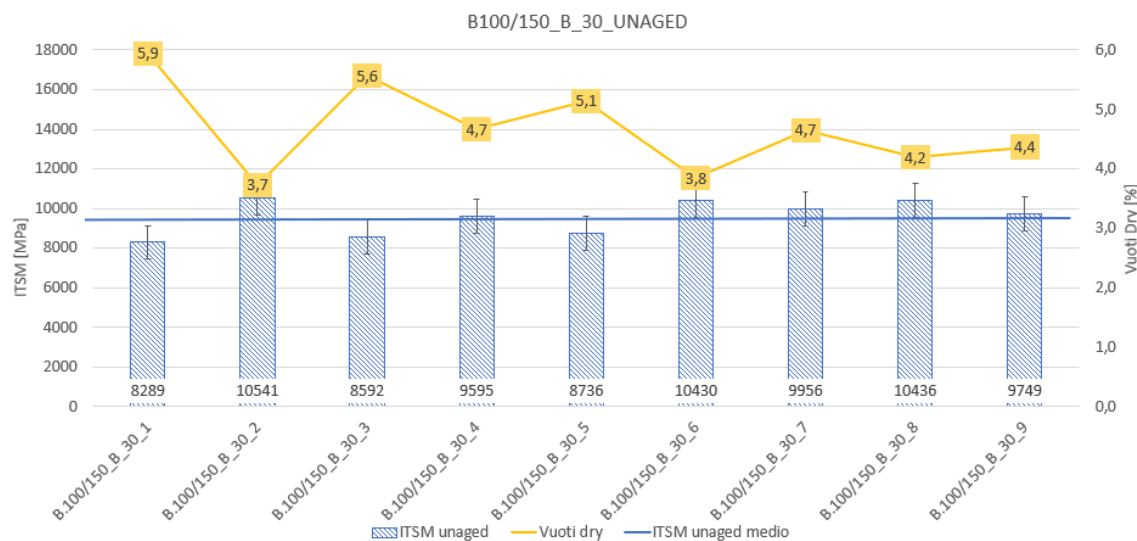


Figura 4. 13.c Valori dei moduli di rigidezza in condizioni unaged della miscela B.100/150_B_30

In generale, i grafici mettono in luce una ridotta dispersione dei dati sia per quanto riguarda il contenuto di vuoti che il modulo di rigidezza sviluppato da ciascun provino, indice di una buona ripetibilità. È possibile notare la presenza di provini più rigidi rispetto ad altri poiché caratterizzati da un contenuto di vuoti minore, ma perfettamente in linea con quelli desiderati pari al 4.5% teorico.

La stessa prova è stata effettuata in condizioni invecchiate, sottoponendo i provini ad un condizionamento di 85°C per 5 giorni consecutivi. I valori dei moduli ottenuti per le miscele studiate sono rappresentati graficamente nelle Figure 4.12.a, b, c:

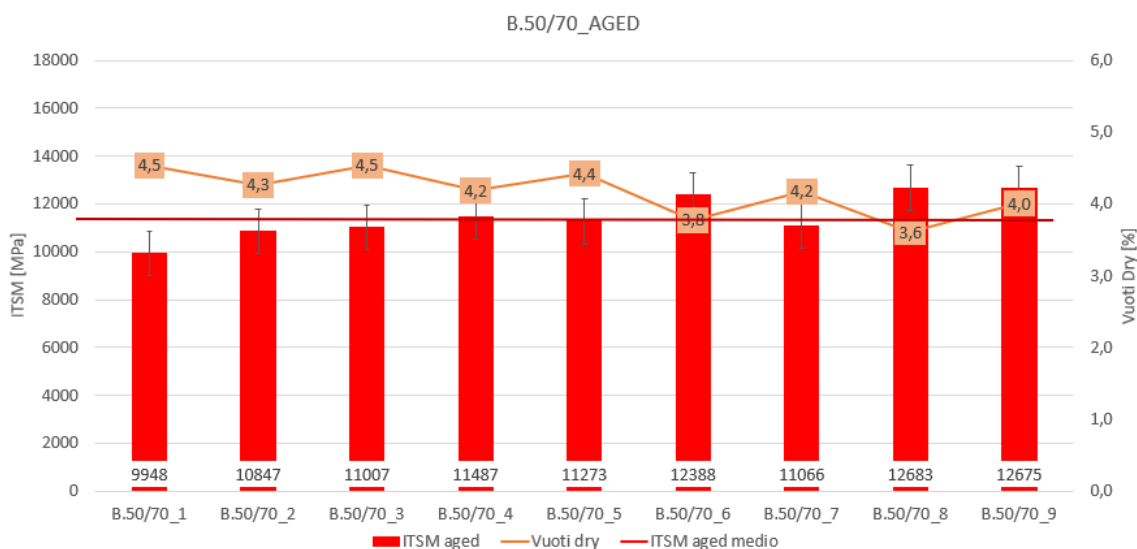


Figura 4. 12.a Valori dei moduli di rigidezza in condizioni aged della miscela B.50/70

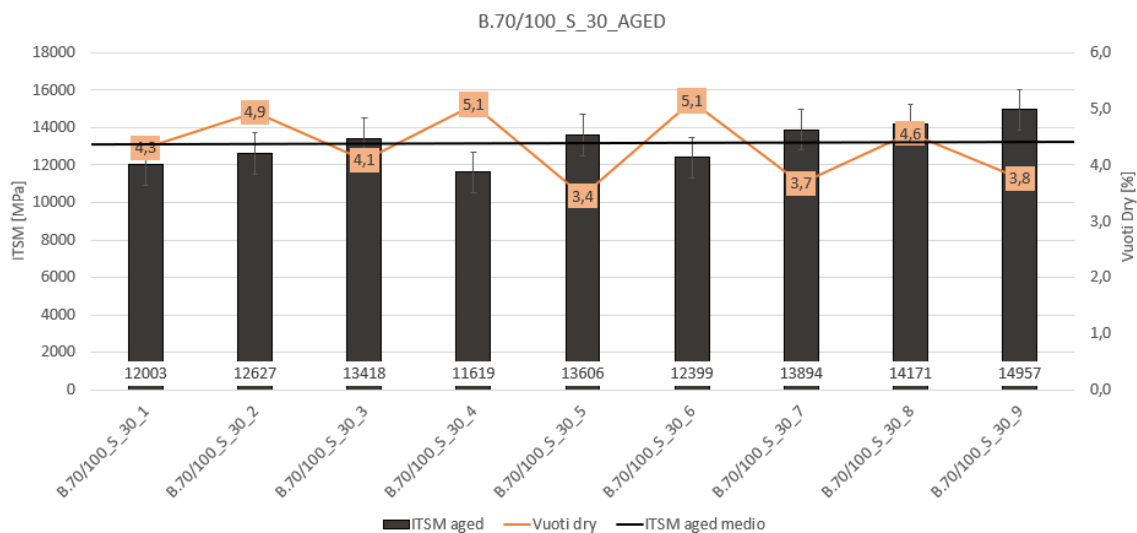


Figura 4. 12.b Valori dei moduli di rigidezza in condizioni aged della miscela B.70/100_S_30

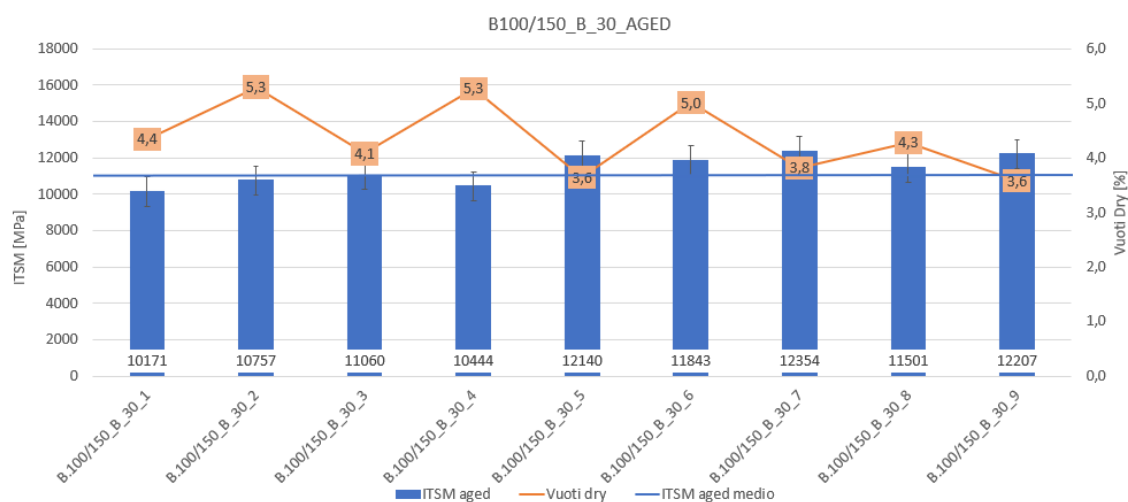


Figura 4. 12.c Valori dei moduli di rigidezza in condizioni aged della miscela B.100/150_B_30

Anche per i moduli registrati nelle condizioni *aged* è possibile apprezzare una ridotta dispersione dei dati. Inoltre, è possibile osservare che i valori più alti di rigidezza sono stati riscontrati nei casi in cui i provini sono risultati essere più chiusi, avvalorando l'ipotesi di un comportamento univoco da parte del materiale, le cui prestazioni dipendono fortemente dalle caratteristiche volumetriche che ciascun provino presenta singolarmente.

In Figura 4.13 vengono riportati i valori medi dei moduli di rigidezza ottenuti e viene fatto un confronto tra e varie miscele:

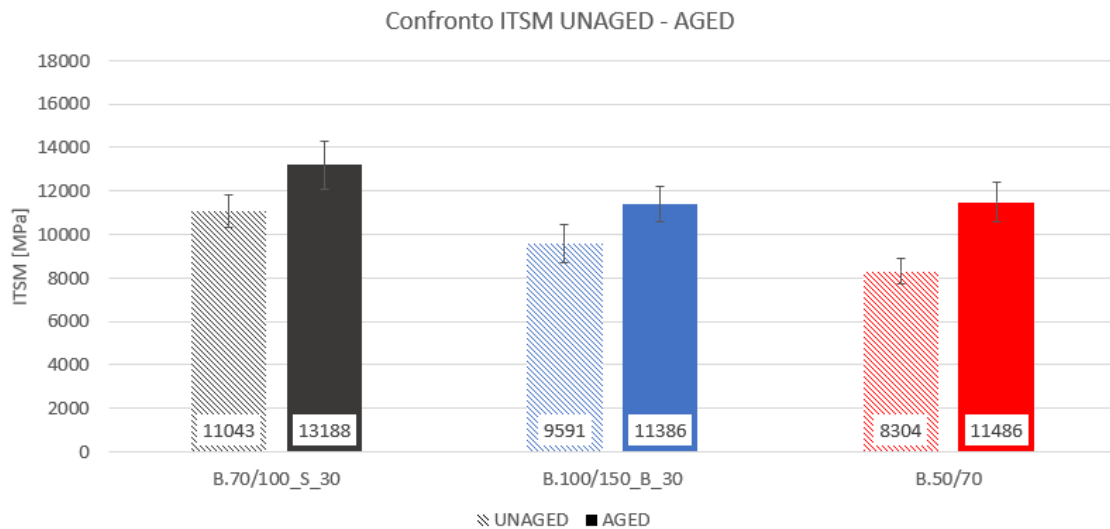


Figura 4. 13 Confronto dei moduli di rigidezza delle miscele studiate in condizioni unaged e aged

È possibile notare che nella condizione *unaged* le miscele contenenti lignina hanno subito un aumento di rigidezza rispetto a quelle con il bitume di riferimento, soprattutto tale aumento si è verificato nelle miscele B.70/100_S_30. Per la condizione *aged*, invece, i moduli di rigidezza sono risultati superiori alla condizione *unaged* come previsto, in quanto il legante nelle condizioni di invecchiamento solitamente si irrigidisce. In particolare, l'incremento di rigidezza delle miscele dalla condizione non invecchiata a quella invecchiata è pari a: (Tabella 4.12)

	Δ
B.70/100_S_30	+19 %
B.100/150_B_30	+19 %
B.50/70	+38 %

Tabella 4. 7 Incremento dell'ITSM medio tra la condizione unaged e aged

Rispetto alla miscela di riferimento, quelle con lignina sono meno suscettibili all'invecchiamento come è possibile notare dalla tabella precedente. In particolare, l'incremento di rigidezza dei provini osservato per le condizioni *aged* risulta dimezzato nelle miscele contenenti lignina. Questo effetto potrebbe essere dovuto alla presenza di lignina che, come riportato in letteratura, ritarderebbe il processo di invecchiamento grazie al suo potere "antiossidante" [6-7], oppure per la presenza di un minor contenuto di bitume all'interno della miscela: nelle miscele B.70/100_S_30 e B.100/150_B_30 si ha il 4,66% di bitume totale (bitume aggiunto + RAP) mentre nella miscela B.50/70 è presente il 5,4% di bitume totale, oppure potrebbe essere una combinazione dei due effetti precedentemente elencati.

Indirect Tensile Strength

Il calcolo della resistenza alla trazione indiretta (ITS) è stato effettuato per ciascuna delle miscele confezionate sia nelle condizioni *unaged* che *aged*.

Di seguito vengono rappresentati tutti i valori di resistenza alla trazione indiretta (ITS) in condizioni *unaged* restituiti dalle prove con la relativa percentuale dei vuoti. (Figure 4.14.a, b, c)

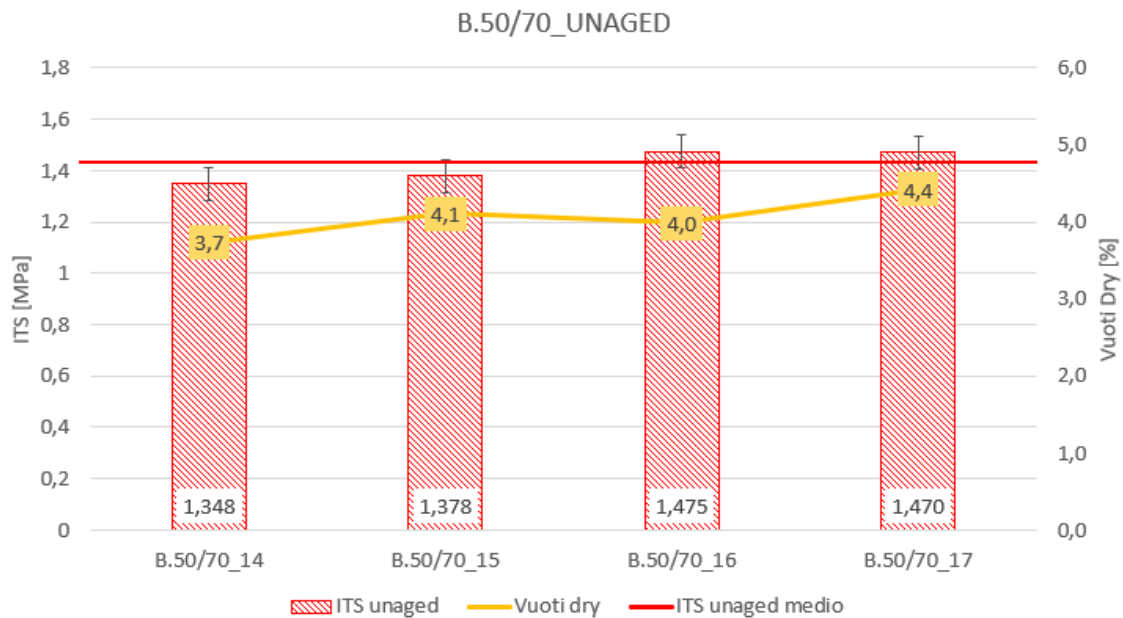


Figura 4. 14.a Valori della resistenza a trazione indiretta in condizioni *unaged* per la miscela B.50/70

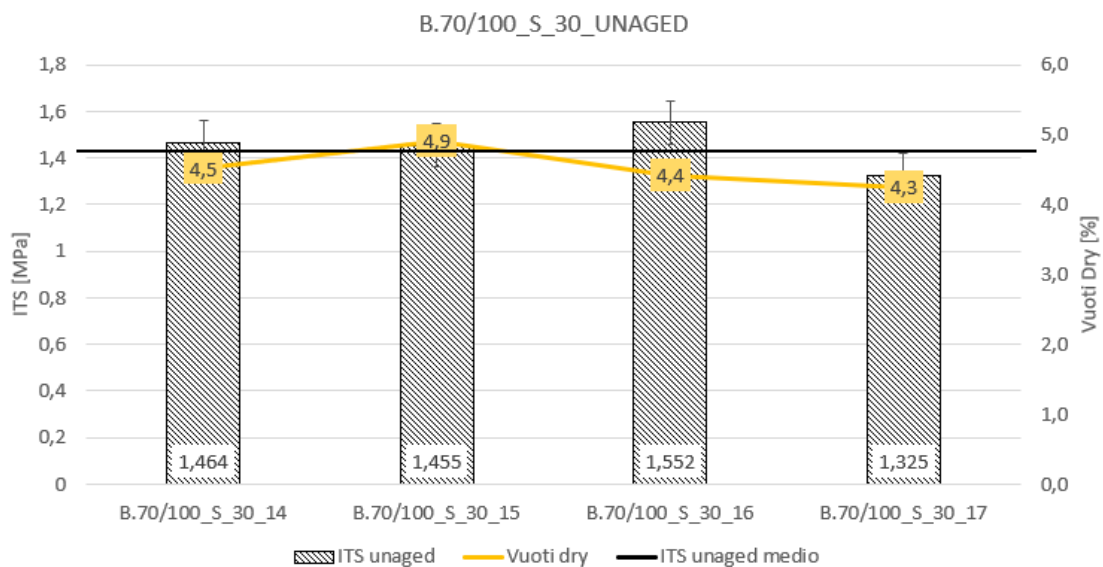


Figura 4. 15.b Valori della resistenza a trazione indiretta in condizioni *unaged* per la miscela B.70/100_S_30

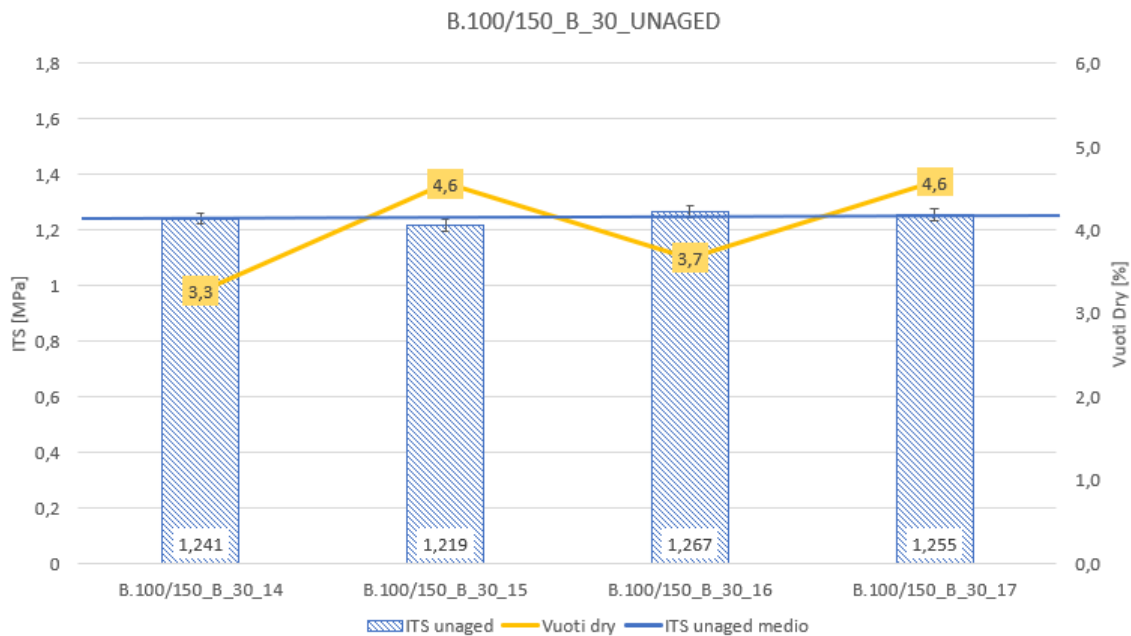


Figura 4. 16.c Valori della resistenza a trazione indiretta in condizioni unaged per la miscela B.100/150_B_30

I risultati inerenti alla resistenza alla trazione indiretta e al contenuto dei vuoti presentano una ridotta dispersione dei dati, indice di una buona ripetibilità. È possibile notare la presenza di provini più resistenti rispetto ad altri poiché caratterizzati da un contenuto di vuoti leggermente inferiore, ma perfettamente in linea con quelli desiderati pari al 4.5% teorico.

Come per la determinazione dei moduli di rigidezza, anche tali provini sono stati sottoposti ad un condizionamento di 85°C per 5 giorni consecutivi, per determinare i valori di ITS in condizioni invecchiate che vengono riportati graficamente di seguito alle Figure 4.15.a, b, c:

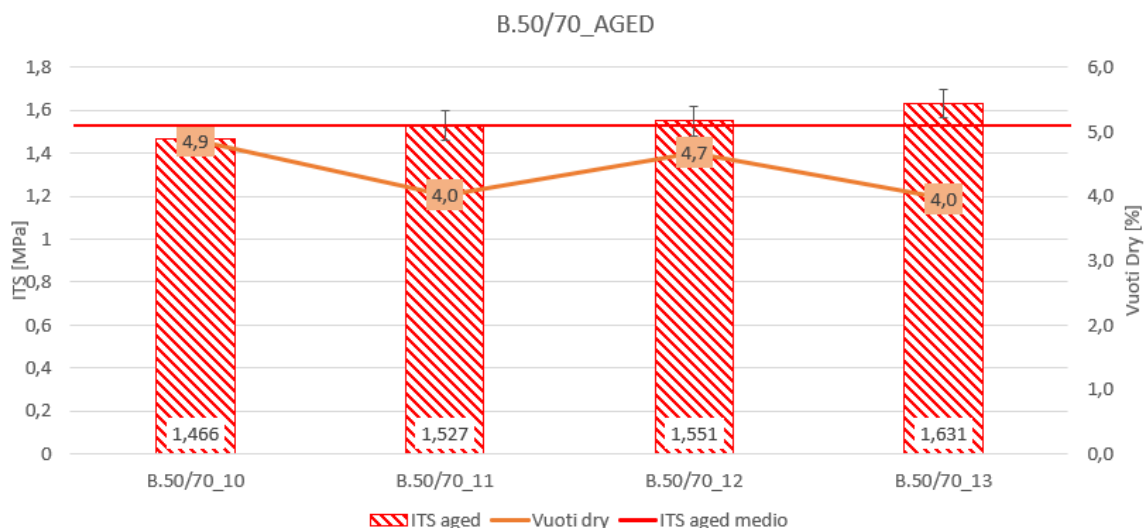


Figura 4. 15.a Valori della resistenza a trazione indiretta in condizioni aged per la miscela B.50/70

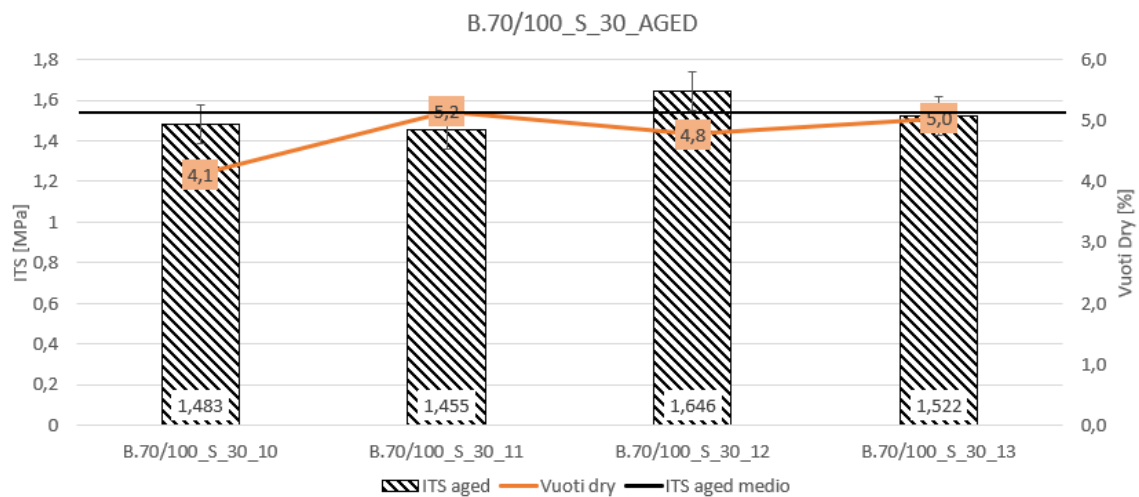


Figura 4. 15.b Valori della resistenza a trazione indiretta in condizioni *aged* per la miscela B.70/100_S_30

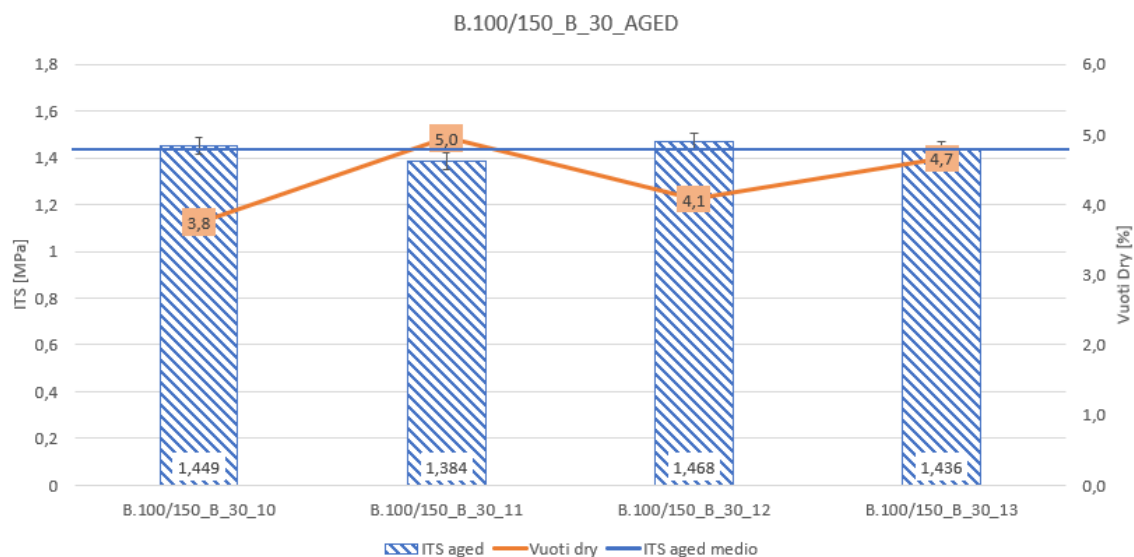


Figura 4. 15.c Valori della resistenza a trazione indiretta in condizioni *aged* per la miscela B.100/150_B_30

Anche in questo caso il tenore dei vuoti rispetta quello fissato teoricamente, inoltre i valori di ITS nelle condizioni *aged* presentano una ridotta dispersione dei dati: si può osservare che i valori più alti di resistenza sono stati riscontrati nei casi in cui i provini sono risultati essere più chiusi, infatti le prestazioni delle miscele dipendono fortemente dalle caratteristiche volumetriche che ciascun provino presenta singolarmente.

In Figura 4.16 è possibile apprezzare il confronto dei valori medi di ITS delle miscele studiate:

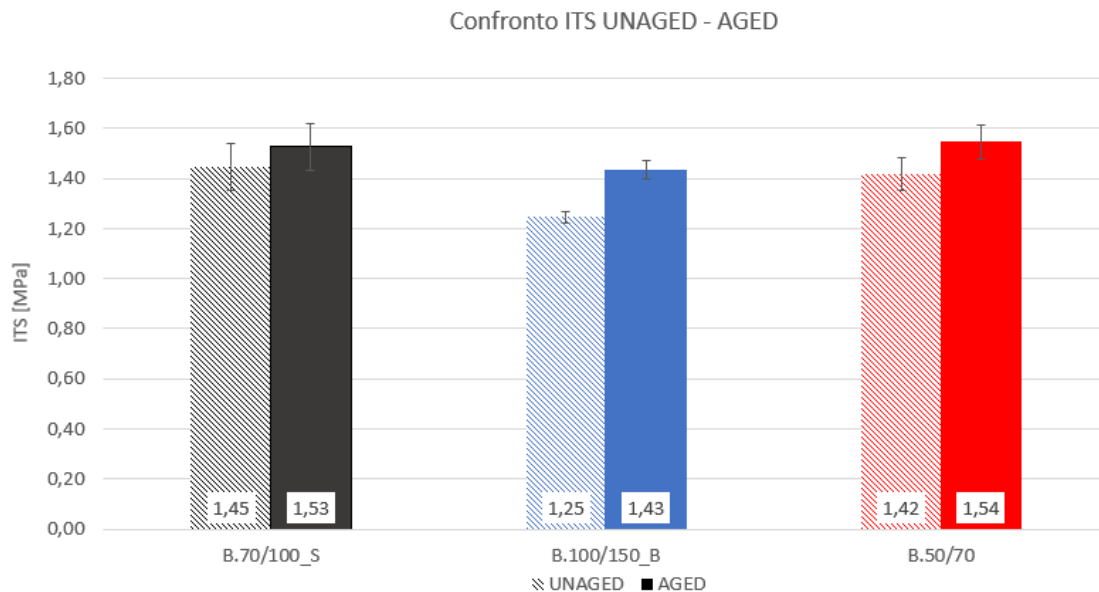


Figura 4. 16 Confronto dei valori di ITS delle miscele studiate in condizioni unaged e aged

Ne deriva che dalla condizione *unaged* a quella *aged*, si è verificato un leggero incremento della resistenza a trazione indiretta, soprattutto per la miscela B.100/150_B_30, che appare più sensibile all'invecchiamento, anche se ciò non trova riscontro nei risultati delle prove ITSM. Tale incremento è pari a: (Tabella 4.13)

	Δ
B.70/100_S_30	+5,5 %
B.100/150_B_30	+14,5 %
B.50/70	+8,5 %

Tabella 4. 8 Incremento dell'ITS medio tra la condizione unaged e aged

I valori di ITS nelle condizioni *unaged* ed *aged*, della miscela B.70/100_S_30 sono risultati molto simili alla miscela di riferimento, mentre per la miscela B.100/150_B_30 sono risultati leggermente inferiori.

Nel complesso, nonostante le miscele contenenti lignina siano risultate più rigide, la maggior rigidità non si è tradotta in un comportamento più fragile, garantendo prestazioni quanto meno paragonabili a quelle della miscela di riferimento. Ovviamente, per poter arrivare ad una simile conclusione, sono necessarie ulteriori prove di caratterizzazione meccanica, volte a indagare il comportamento delle miscele realizzate con bio-leganti in diverse condizioni di carico e sottoposte a diversa temperatura, in modo da fornire un quadro più completo.

La prova a trazione indiretta è stata eseguita anche per la determinazione della suscettibilità all'acqua delle miscele confezionate. Tale caratteristica viene determinata, secondo la Normativa di riferimento, considerando i provini in due condizioni:

- *Dry*, ovvero provini confezionati e condizionati alla temperatura di prova (25°C);
- *Wet*, ovvero provini che hanno subito un condizionamento in acqua per 3 giorni a 40°C e successivamente sono stati portati alla temperatura di prova (25°C).

In particolare, tali provini sono stati confezionati considerando un tenore di vuoti del $6,0 \pm 1\%$, maggiori rispetto alle altre prove, per consentire una migliore penetrazione dell'acqua all'interno del provino stesso.

I valori di ITS per i provini in condizioni *dry* sono riportati nelle seguenti figure: (Figure 4.17.a, b, c)

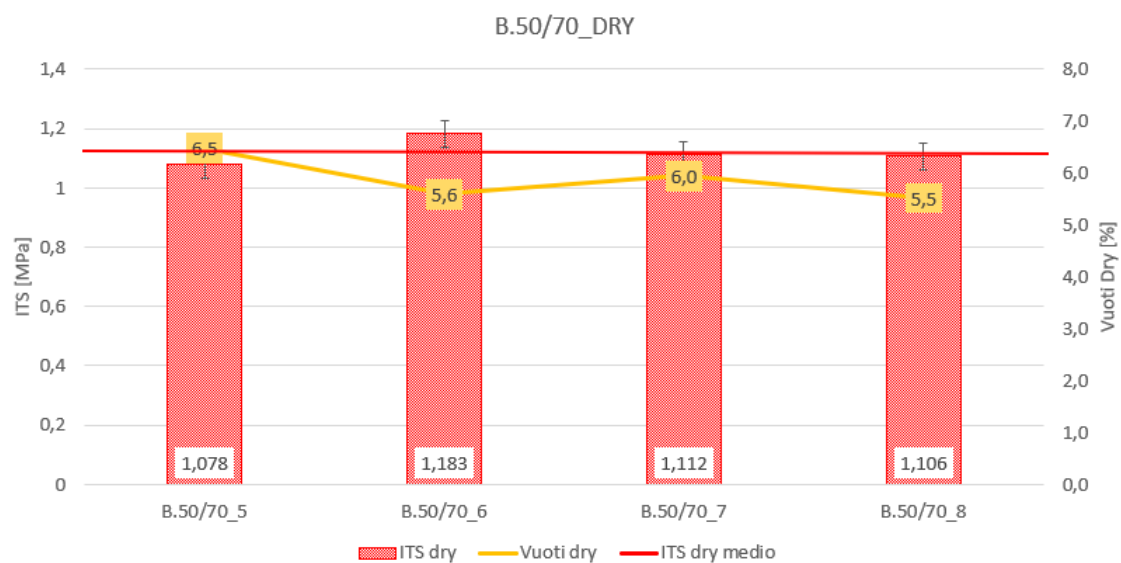


Figura 4. 17.a Valori della resistenza a trazione indiretta in condizioni *dry* per la miscela B.50/70

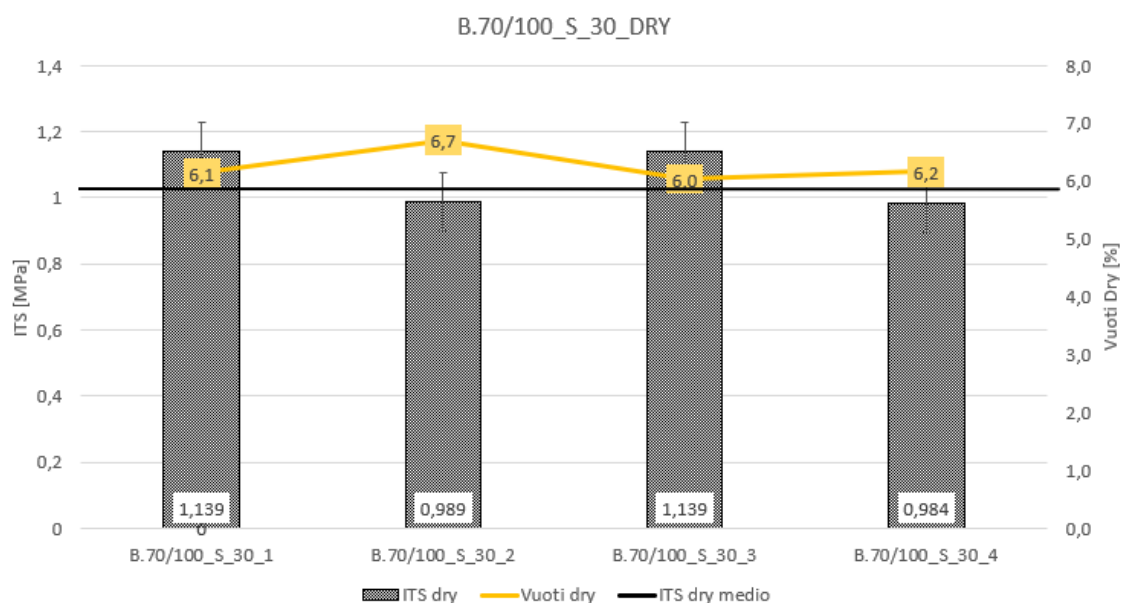


Figura 4. 18.b Valori della resistenza a trazione indiretta in condizioni *dry* per la miscela B.70/100_S_30

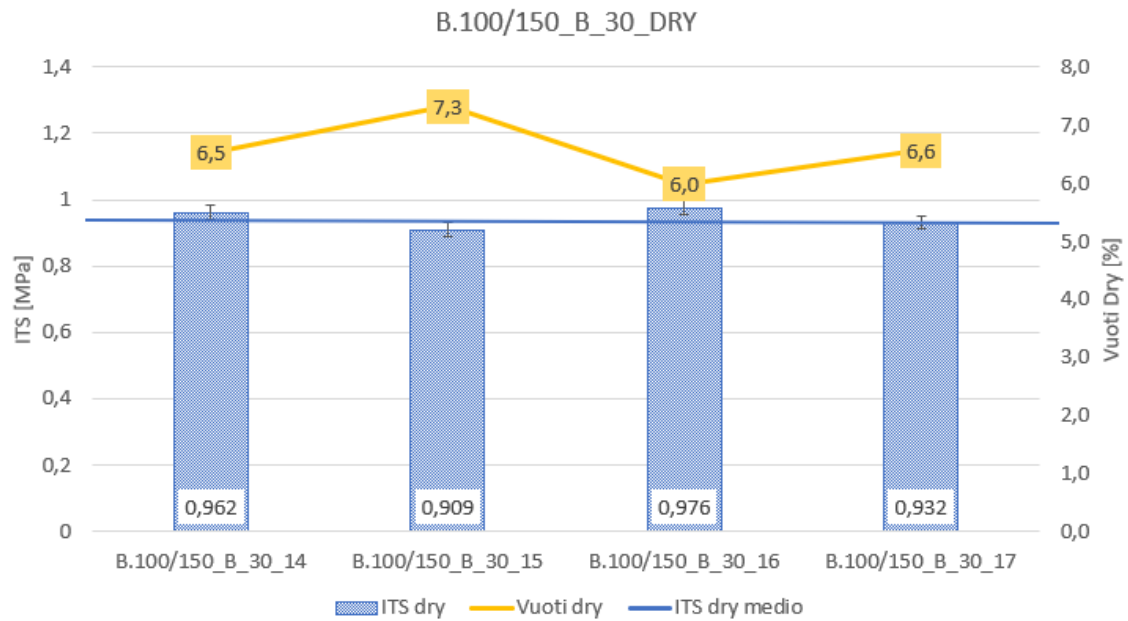


Figura 4. 19.c Valori della resistenza a trazione indiretta in condizioni dry per la miscela B.100/150_B_30

Come nel caso precedente, sia i valori della resistenza a trazione indiretta che il contenuto dei vuoti presentano una ridotta dispersione dei dati, indice di una buona ripetibilità. È possibile notare valori di resistenza maggiori di alcuni provini rispetto ad altri in quanto sono caratterizzati da una miscela leggermente più chiusa, quindi è possibile affermare che le caratteristiche volumetriche influenzano la resistenza delle stesse.

I provini sottoposti al condizionamento in acqua hanno riportato i seguenti valori di ITS: (Figure 4,18.a, b, c)

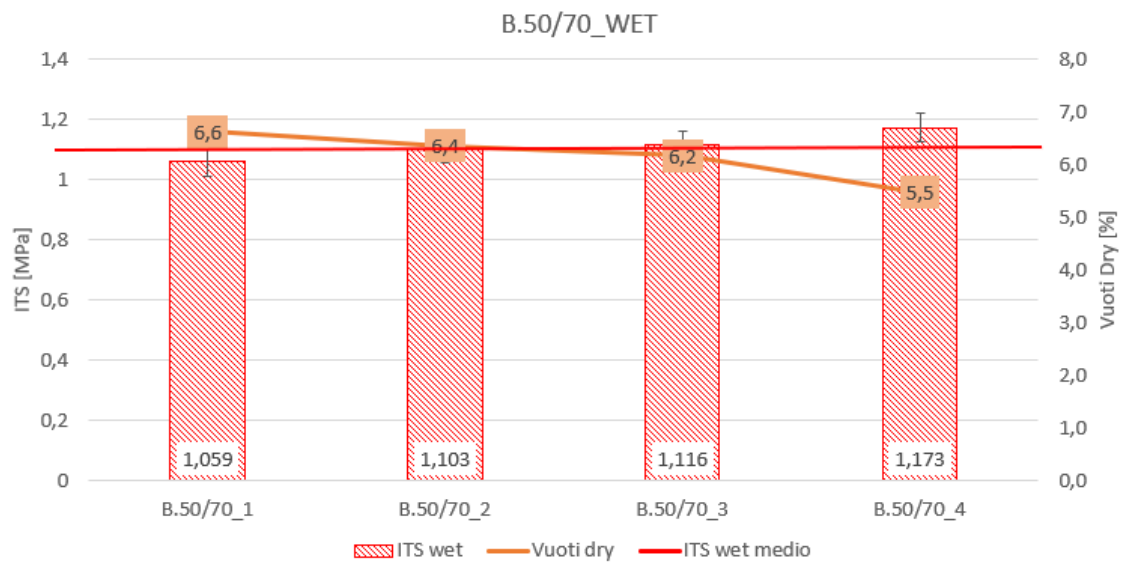


Figura 4. 18.a Valori della resistenza a trazione indiretta in condizioni wet per la miscela B.50/70

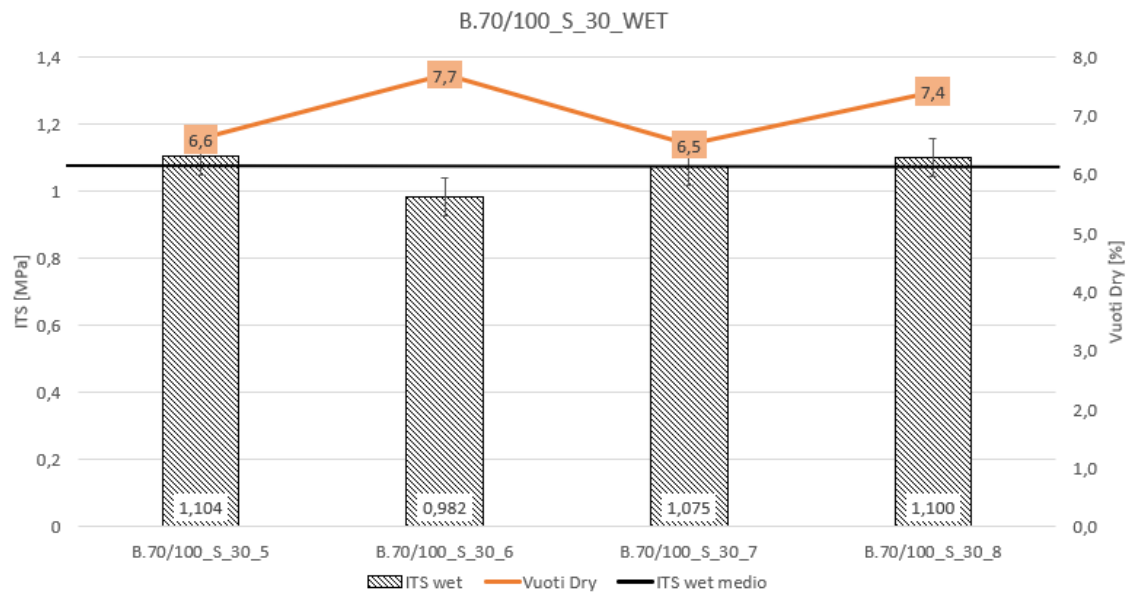


Figura 4. 18.b Valori della resistenza a trazione indiretta in condizioni wet per la miscela B.70/100_S_30

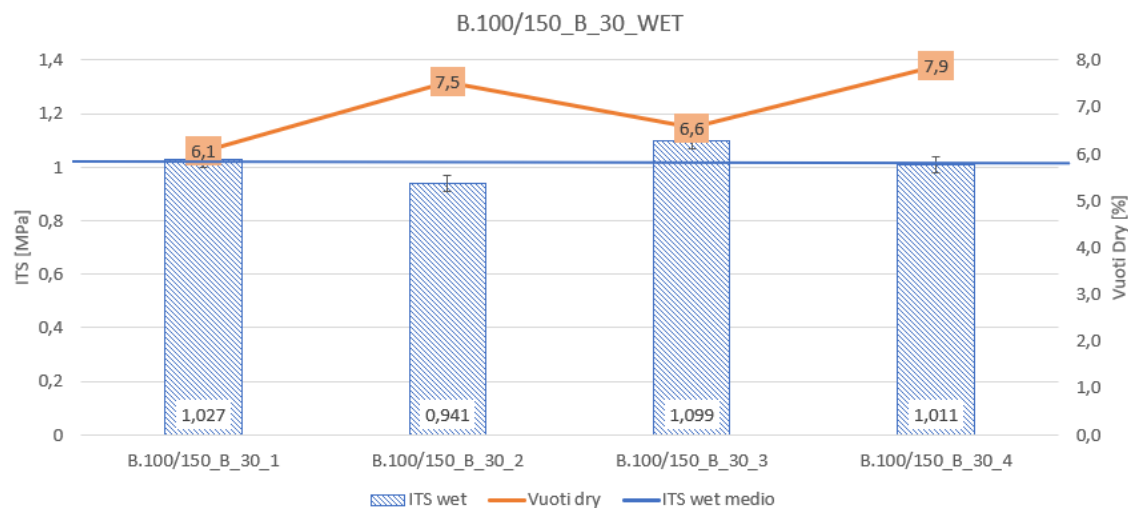


Figura 4. 18.c Valori della resistenza a trazione indiretta in condizioni wet per la miscela B.100/150_B_30

Per tutte le miscele indagate i provini hanno presentato valori di ITS molto simili tra loro e un contenuto dei vuoti in linea con quanto fissato teoricamente, quindi è possibile affermare che i dati sono ripetibili. Inoltre, come nei casi precedenti, si sono verificati dei valori di resistenza maggiori in alcuni provini rispetto ad altri laddove il tenore dei vuoti risultano leggermente inferiore, ovvero quando la miscela risulta più chiusa.

Per tale prova è stato determinato anche l'ITSR, ovvero il rapporto della resistenza a trazione indiretta (paragrafo 3.2.10), che ha restituito i seguenti risultati: (Tabella 4.11)

	ITSR [%]
B.70/100_S_30	100,9
B.100/150_B_30	108,5
B.50/70	99,1

Tabella 4. 9 Valori di ITSr delle miscele testate

In Figura 4.19 viene riportato il confronto dei valori medi di ITS per la determinazione della suscettibilità all'acqua delle miscele, da cui risulta:

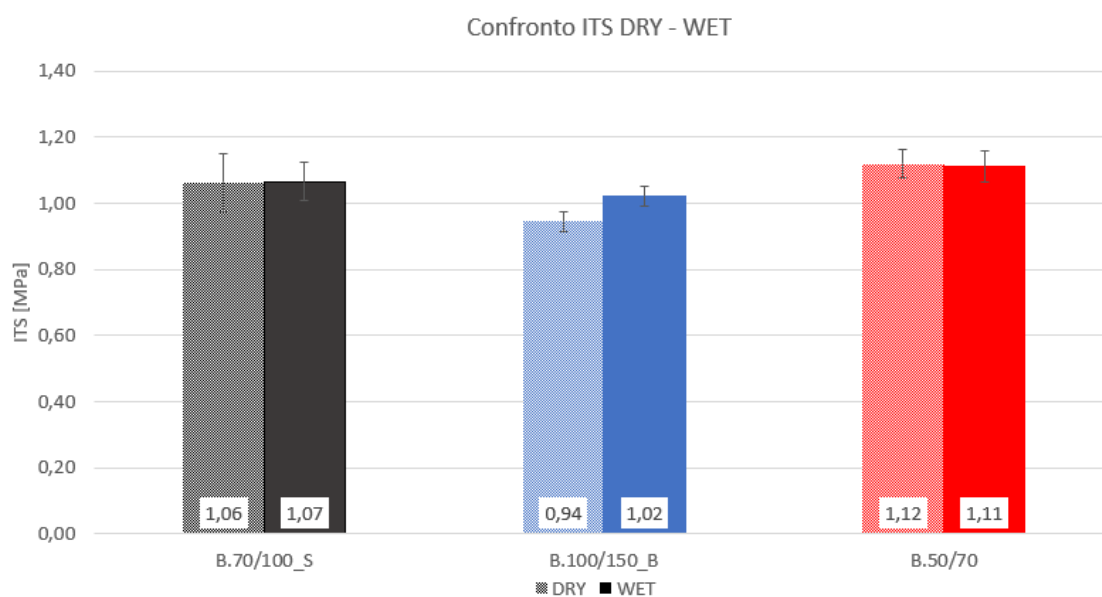


Figura 4. 19 Confronto dei valori di ITS in condizioni dry e wet per la determinazione della suscettibilità all'acqua

Si osserva che dalle condizioni *dry* a quelle *wet*, il valore di ITS medio è leggermente aumentato per tutte le miscele contenenti lignina, mentre si è leggermente ridotto per la miscela di riferimento (variazione non ritenuta sensibile). In particolare, l'incremento risulta pari a: (Tabella 4.14)

	Δ
B.70/100_S_30	+0,9 %
B.100/150_B_30	+7,8 %
B.50/70	-0,9 %

Tabella 4. 10 Incremento de valori di ITS tra la condizione dry e wet

Sia nelle condizioni *dry* che *wet*, i valori di ITS ottenuti nella miscela B.70/100_S_30 risultano confrontabili con la miscela di riferimento, invece la miscela B.100/150_B_30 restituisce valori di ITS medi inferiori alla miscela di riferimento, ma comunque confrontabili.

In generale, è possibile affermare che tali materiali non sono suscettibili all'acqua, e che l'adesione non viene penalizzata dalla presenza di lignina.

Conclusioni

A causa della crescente domanda di risorse esauribili come il petrolio, deriva la necessità di ricercare fonti rinnovabili che garantiscono la salvaguardia e la rigenerazione nel tempo di tali risorse. Nell'ambito delle infrastrutture di trasporto, numerosi ricercatori si stanno domandando se esistono alternative al bitume, approfondendo la possibilità di sostituire parzialmente o totalmente tale legante con materiali provenienti da risorse rinnovabili, introducendo materiali innovativi denominati bio-leganti.

In tale ambito, la presente sperimentazione si è occupata dello studio della lignina quale bio-materiale per la produzione di leganti e dei relativi conglomerati bituminosi.

Nello specifico, nella prima fase della sperimentazione la lignina è stata considerata come materiale per la parziale sostituzione del bitume. A tal fine, sono stati studiati tre possibili bio-leganti prodotti a partire da tre tipi di bitumi di diversa consistenza (70/100, 100/150, 160/220) sostituiti con tre diversi tipi di lignina in diversi dosaggi tali da massimizzarne l'impiego. Attraverso sperimentazioni di laboratorio, è stato possibile determinare le combinazioni bitume-lignina che presentassero alcune caratteristiche prestazionali quali la penetrazione, il punto di rammollimento e la viscosità dinamica confrontabili a quelle di un bitume di riferimento (50/70), nell'ambito delle prescrizioni dettate dal Capitolato Speciale d'Appalto ANAS. I bio-leganti selezionati sono stati testati sia in condizioni tal quali (*unaged*) che di invecchiamento a breve termine (*aged*).

Alla luce dei risultati emersi da tale sperimentazione, è risultato quanto segue:

- L'impiego di lignina come "replacement" del bitume è stato possibile fino ad un quantitativo pari al 30% in peso, pena l'insorgere di problematiche operative legate alla dispersione della lignina all'interno della fase legante;
- L'impiego di lignina ha comportato un incremento di consistenza (riduzione del grado di penetrazione e aumento del punto di rammollimento) dei bitumi tradizionali; tale effetto

di indurimento è risultato confrontabile a parità di legante, indipendentemente dal tipo di lignina impiegata;

- Ad eccezione del bitume 160/220, tutti i bio-leganti hanno raggiunto il grado di consistenza desiderato e ricadente nell'intervallo 50/70 (bitume di riferimento) a seguito di un replacement di lignina pari al 30% nel rispetto delle prescrizioni dettate dal Capitolato sia in condizioni *unaged* che *aged*;
- un replacement di lignina pari al 30% potrebbe tuttavia comportare difficoltà in fase di miscelazione considerata l'elevata viscosità dinamica associata, richiedendo delle temperature di produzione superiori.

Successivamente allo studio della fase legante è stata effettuata l'ottimizzazione delle miscele in conglomerato bituminoso prodotte con due bio-leganti validati nella fase precedente (B.70/100_S_30 e B.100/150_B_30). In particolare, la sperimentazione è stata condotta preliminarmente mediante lo studio di mix design e della lavorabilità, a cui è seguita una fase di caratterizzazione meccanica finalizzata allo studio del modulo di rigidezza (ITSM), resistenza alla trazione indiretta (ITS) e suscettibilità all'acqua. Anche in questo caso, i conglomerati bituminosi sono stati investigati sia in condizioni tal quali (*unaged*) che invecchiati a lungo termine (*aged*). Le considerazioni esposte nella presente fase di ricerca consentono di affermare che:

- Lo studio di mix design evidenzia la possibilità di ridurre il contenuto di “bitume efficace” del 15% senza compromettere sia la lavorabilità che le proprietà di resistenza a rottura dei conglomerati;
- In condizioni *unaged*, le miscele realizzate con bio-leganti esibiscono una rigidezza superiore rispetto alla miscela di riferimento, e ciò è attribuibile alla presenza di lignina. Diversamente, l'aumento di rigidezza riscontrato per le miscele invecchiate è verosimilmente dovuto all'ossidazione della fase legante bituminosa. Infatti, l'incremento percentuale di rigidezza rispetto alla corrispondente condizione *unaged* appare più marcato nel caso della miscela di riferimento rispetto alle bio-miscele, e ciò potrebbe essere imputabile sia all'azione “antiossidante” offerta dalla lignina, sia al minor contenuto di “bitume efficace” nella miscela;
- Analogamente alla rigidezza, l'invecchiamento produce un incremento della resistenza a trazione indiretta di tutte le miscele, evidenziando inoltre come le proprietà a rottura delle bio-miscele risultano comparabili rispetto a quelle esibite dalla miscela di riferimento sia in condizioni *unaged* che *aged*.
- Dallo studio della suscettività all'acqua emerge che tutte le miscele non mostrano cadute prestazionali dovute all'immersione in acqua, dunque tale evidenza sperimentale permette di affermare che la presenza di lignina non penalizza le proprietà a rottura anche in presenza di acqua.

A valle di tale sperimentazione, è emerso che la sostituzione parziale di bitume con lignina risulta essere un'ipotesi percorribile nell'ottica di ridurre l'impiego di bitume per la produzione di conglomerati bituminosi. Tuttavia, considerato che la presenza di lignina provoca un irrigidimento delle miscele, è auspicabile approfondire l'analisi delle stesse mediante ulteriori test atti ad indagare il comportamento a rottura (più fragile o duttile) a diverse temperature e condizioni di carico.

References

- [1] Pérez, I. P., Pasandín, A. M. R., Pais, J. C., & Pereira, P. A. A. (2019). **Use of lignin biopolymer from industrial waste as bitumen extender for asphalt mixtures.** *Journal of Cleaner Production*, 220, 87-98.
- [2] Airey, G. D., Mohammed, M. H., & Fichter, C. (2008). **Rheological characteristics of synthetic road binders.** *Fuel*, 87(10-11), 1763-1775.
- [3] Ingrassia, L. P., Lu, X., Ferrotti, G., & Canestrari, F. (2020). **Chemical, morphological and rheological characterization of bitumen partially replaced with wood bio-oil: Towards more sustainable materials in road pavements.** *Journal of Traffic and Transportation Engineering (English Edition)*, 7(2), 192-204.
- [4] Pérez, I., Pasandín, A. R., Pais, J. C., & Pereira, P. A. (2020). **Feasibility of using a lignin-containing waste in asphalt binders.** *Waste and Biomass Valorization*, 11(6), 3021-3034.
- [5] Zahedi, M., Zarei, A., Zarei, M., & Janmohammadi, O. (2020). **Experimental determination of the optimum percentage of asphalt mixtures reinforced with Lignin.** *SN Applied Sciences*, 2(2), 1-13.
- [6] Xie, S., Li, Q., Karki, P., Zhou, F., & Yuan, J. S. (2017). **Lignin as renewable and superior asphalt binder modifier.** *ACS sustainable chemistry & engineering*, 5(4), 2817-2823.
- [7] Zahedi, M., Zarei, A., & Zarei, M. (2020). **The effect of lignin on mechanical and dynamical properties of asphalt mixtures.** *SN Applied Sciences*, 2(7), 1-10.
- [8] Gao, J., Wang, H., Liu, C., Ge, D., You, Z., & Yu, M. (2020). **High-temperature rheological behavior and fatigue performance of lignin modified asphalt binder.** *Construction and Building Materials*, 230, 117063.
- [9] Arafat, S., Kumar, N., Wasiuddin, N. M., Owhe, E. O., & Lynam, J. G. (2019). **Sustainable lignin to enhance asphalt binder oxidative aging properties and mix properties.** *Journal of Cleaner Production*, 217, 456-468.
- [10] ANAS - S.p.a (2009). **Accordo quadro triennale per l'esecuzione di lavori di manutenzione straordinaria della pavimentazione.** Capitolato Speciale d'Appalto, Norme Tecniche, Allegato D.

Bibliografia

- Capitolato Speciale d'Appalto, ANAS S.p.a
- ANAS, Gruppo FS Italiane - I quaderni tecnici per la salvaguardia delle infrastrutture – Vol.V (2019)
- F.A. Santagata – Strade: teoria e tecnica delle costruzioni stradali – Vol.I: Progettazione (2016)
- Barlassina, A. - Studio della lignina nel campo dei trattamenti superficiali di substrati metallici, Politecnico di Milano (2015)
- UNI EN 1426:2007 Bitumi e leganti bituminosi – Determinazione della penetrazione con ago
- UNI EN 1427:2007 Bitumi e leganti bituminosi - Determinazione del punto di rammollimento - Metodo biglia e anello
- UNI EN 12607-1:2007 Bitumi e leganti bituminosi - Determinazione della resistenza all'indurimento per effetto del calore e dell'aria - Parte 1: Metodo RTFOT
- UNI EN 13302:2010 Bitumi e leganti bituminosi - Determinazione della viscosità dei leganti bituminosi attraverso l'uso del viscosimetro rotazionale
- UNI EN 12697-5:2008 Miscele bituminose – Metodi di prova per conglomerati bituminosi a caldo – Parte 5: Determinazione della massa volumica massima
- UNI EN 12697-6:2012 Miscele bituminose – Metodi di prova per conglomerati bituminosi a caldo – Parte 6: Determinazione della massa volumica in mucchio di provini bituminosi
- UNI EN 12697-12:2008 Miscele bituminose – Metodi di prova per conglomerati bituminosi a caldo – Parte 12: Determinazione della sensibilità all'acqua dei provini bituminosi
- UNI EN 12697-23:2012 Miscele bituminose - Metodi di prova - Parte 23: Determinazione della resistenza a trazione indiretta di provini bituminosi
- UNI EN 12697-26:2012 Miscele bituminose - Metodi di prova - Parte 26: Rigidezza

