

# UNIVERSITÀ POLITECNICA DELLE MARCHE

FACOLTÀ DI INGEGNERIA

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

CORSO DI LAUREA MAGISTRALE IN INGEGNERIA CIVILE

Caratterizzazione reologica delle malte bituminose a freddo

Rheological characterization of cold bituminous mortars

Relatore

Prof. Ing. Andrea Graziani

Tesi di laurea di:

Alessia Pellicciotta

Correlatore:

Dott. Ing. Chiara Mignini

Anno Accademico 2020/2021

# Sommario

Introduzione					
Stato dell'a	Stato dell'arte				
1.1 N	iscele bituminose a freddo				
1.1.1	1.1.1 Materiali				
1.1.2	Categoria di miscele a freddo	10			
1.2 Studio multi-scala: dalla miscela alla malta					
1.3 RILEM TC 280 Interlaboratory test					
1.3.1	Organizzazione dell'ILT	18			
Viscoelasti	icità lineare delle miscele bituminose a freddo	19			
2.1 V	iscoelasticità lineare	19			
2.1.1	Rappresentazioni	27			
2.1.2	Curva Maestra	28			
2.2 N	Iodellazione reologica	31			
2.2.1	Modello Huet-Sayegh	32			
2.2.2	Modello 2S2P1D	33			
2.3 N	Iodulo complesso delle miscele bituminose a freddo	35			
2.4 Effetti di non linearità					
Materiali e metodi					
3.1 N	Iateriali utilizzati	43			
3.1.1	Aggregati	43			
3.1.2	Emulsione bituminosa	44			
3.1.3	Cemento	45			
3.1.4	Acqua	45			
3.2 P	reparazione dei campioni	47			
3.3 Metodi					
3.3.1	3.3.1 Caratterizzazione del filler				

3.3.2 Caratterizzazione volumetrica delle malte					
3.3.3 Misurazione del modulo complesso					
3.3.4 Costruzione delle master curve					
3.3.5 Modellazione reologica					
3.4 Studio degli effetti di non linearità					
3.5 Programma sperimentale					
Analisi dei dati					
4.1 Esempio di elaborazione dei risultati74					
4.1.1 Dati sperimentali					
4.1.2 Costruzione delle curve maestre					
4.1.3 Modellazione reologica dei dati sperimentali					
4.2 Modulo complesso di malte bituminose a freddo					
4.3 Modellazione reologica					
4.4 Prove di linearità					
4.5 Confronto Malte - Mastici					
Conclusioni					
Bibliografia					
Allegati					

# Introduzione

La ricerca sulle miscele bituminose a freddo con emulsione bituminosa (*cold bitumen emulsion*, CBE) è strategica per l'implementazione di pavimentazioni stradali sostenibili, poiché associate a un minor consumo energetico ed emissioni di CO<sub>2</sub> rispetto alle tradizionali miscele bituminose a caldo.

Al giorno d'oggi, le emulsioni bituminose sono classificate secondo le norme EN 13808, ASTM D977/D2397 e AASTHO M 208/M 316. Queste normative classificano le emulsioni sulla base di un insieme di proprietà (come polarità, tipo e contenuto di bitume, viscosità, comportamento alla rottura, ecc.) che non forniscono alcuna informazione intrinseca per supportare la comprensione e la progettazione delle miscele CBE. Pertanto, basare la caratterizzazione delle emulsioni solo su queste specifiche non è sufficiente per stabilire una relazione tra l'emulsione utilizzata e il comportamento fisico-meccanico delle miscele. Stabilire questo legame tra le proprietà delle emulsioni e delle miscele è essenziale, e seguendo il quadro proposto dal comitato tecnico RILEM TC 280-CBE "Multiphase characterisation of cold bitumen emulsion materials", tale obiettivo potrebbe essere raggiunto valutando le proprietà relative alla mesoscala dei compositi a base di emulsione (come mastici e malte). Su questi presupposti, il gruppo di lavoro numero 1 del RILEM TC 280-CBE ha proposto uno studio per stabilire un legame tra le proprietà dell'emulsione e le proprietà della miscela CBE. Tale quadro si basa sulla valutazione delle proprietà dei mastici (emulsione bitume, cemento e filler) e delle malte (aggregato fine, mastice). È stato, dunque, avviato una sperimentazione interlaboratorio (ILT) per indagare le relazioni tra le diverse scale e il comportamento fisico macroscopico delle miscele.

La seguente tesi svolge le attività descritte nel Work Package 3 dell'ILT, ovvero la caratterizzazione meccanica di malte bituminose a freddo attraverso la misura del modulo complesso. Le malte oggetto di sperimentazione sono di quattro tipi, ottenute utilizzando tre tipi di emulsioni cationiche e aggregati di diversa natura mineralogica. Le prove sono state eseguite presso il Laboratorio di Strade di Infrastrutture Viarie dell'Università Politecnica delle Marche. In particolare, lo studio ha riguardato la determinazione dell'effetto della tipologia di emulsione e della mineralogia degli aggregati sul comportamento viscoelastico lineare delle malte. Inoltre, è stata valutata l'influenza della deformazione assiale sulla risposta reologica delle malte tramite l'esecuzione di prove di linearità.

La presente tesi è strutturata in quattro capitoli, oltre la presente introduzione:

- Stato dell'arte: il capitolo descrive brevemente le diverse tipologie di miscele a freddo
  e i loro materiali costituenti. Si riporta, poi, una rassegna delle conoscenze
  provenienti dalla letteratura scientifica sulla modellazione multi-scala dei materiali
  compositi con particolare riferimento agli studi condotti sulle malte bituminose a
  freddo.
- Viscoelasticità lineare delle miscele bituminose a freddo: si riporta la trattazione teorica della caratterizzazione meccanica dei materiali viscoelastici, del principio di sovrapposizione tempo-temperatura e dei modelli matematici per l'analisi dei risultati di prova. Infine, si descrivono gli effetti della non linearità.
- 3. Materiali e metodi: sono presentati i materiali utilizzati nella sperimentazione, le malte investigate e le metodologie di prova adottate.
- 4. Analisi dei dati: nel capitolo conclusivo sono descritti e commentati i risultati delle prove di modulo complesso e delle prove di linearità eseguite sulle malte. Inoltre, si illustrano i confronti tra le malte e i corrispondenti mastici.
- 5. Conclusioni: si elencano le conclusioni osservate in seguito all'elaborazione dei dati.

# Capitolo 1

# Stato dell'arte

In questo capitolo si descriveranno in breve le diverse tipologie di miscele a freddo e i materiali costituenti. Si presenterà, inoltre, una rassegna delle conoscenze provenienti dalla letteratura scientifica sulla modellazione multi-scala dei materiali bituminosi a freddo. Infine, si introdurranno gli obiettivi che caratterizzano il quadro sperimentale sviluppato nell'ambito dell'*Interlaboratory test* del RILEM TC 280 (*Multiphase characterisation of cold bitumen emulsion materials*).

# 1.1 Miscele bituminose a freddo

Le miscele bituminose a freddo rappresentano una tecnologia sostenibile nel campo della costruzione, manutenzione e riabilitazione delle pavimentazioni. A differenza delle tradizionali miscele a caldo, la cui produzione avviene a temperature di 150-180 °C, le miscele bituminose riciclate a freddo sono prodotte a temperatura ambiente (< 60°C). Ciò consente di ridurre le emissioni e il consumo di energia rispetto alle tecnologie di produzione tradizionali.

Una miscela di conglomerato riciclato a freddo è costituita dai seguenti materiali:

- conglomerato bituminoso di recupero o fresato, (*Reclaimed Asphalt*, RA), proveniente dalla fresatura degli strati ammalorati della pavimentazione, impiegabile in quantità fino al 100%
- aggregati lapidei di primo impiego, inseriti in quantità variabili per correggere la granulometria del fresato;
- legante bituminoso (emulsione bituminosa o bitume schiumato), in quantità variabili tra 11% e il 3%;
- legante idraulico, generalmente cemento, in quantità variabili tra 1% e 3%;
- acqua di aggiunta, per garantire lavorabilità alla miscela in fase di stesa e compattazione

La mancanza di riscaldamento fa sì che l'acqua (dall'emulsione e di aggiunta) risulti essenziale per ottenere la lavorabilità della miscela a temperatura ambiente. Infatti, l'acqua agisce come lubrificante durante la fase di compattazione sostituendo il calore. Il corretto dosaggio di acqua e un'adatta formulazione di emulsione sono quindi fondamentali per evitare la rottura prematura, che potrebbe portare a disomogeneità e difficoltà di compattazione. Di recente, le emulsioni con bitume modificato con polimeri sono state utilizzate per migliorare la resistenza a fatica della miscela riciclate.

# 1.1.1 Materiali

Di seguito verranno descritti brevemente i materiali utilizzati per la produzione di miscele a freddo.

## <u>Aggregati</u>

La norma UNI-EN 13043 definisce aggregato il materiale granulare utilizzato nelle costruzioni e lo suddivide in: naturale, industriale e riciclato. La norma suddivide l'aggregato in frazioni: grosso, fine e filler. L'aggregato principale utilizzato nelle miscele riciclate a freddo è il RA, il fresato proveniente dalla demolizione di vecchie pavimentazioni. Nelle miscele a freddo il legante bituminoso contenuto nel fresato viene considerato "inattivo" ossia incapace di apportare coesione alla miscela. Ciò implica che si considera la distribuzione granulometrica del RA senza togliere il bitume in esso contenuto: i grumi di aggregati legati dal bitume si considerano "grani".

Il fresato da utilizzare nel riciclaggio a freddo viene campionato e su di esso viene eseguita un'analisi granulometrica, in modo da ricostruirne la curva di distribuzione granulometrica. La curva ottenuta deve rientrare in opportuni fusi granulometrici prescritti dai capitolati, qualora ciò non avvenisse, si devono attuare delle correzioni con aggregati di primo impiego.Oltre all'aggregato fresato e naturale spesso si ricorre all'aggiunta di filler. Il filler naturale, o non attivo, ha come principale scopo quello di favorire la dispersione del bitume all'interno della miscela. Nel caso in cui si utilizzi il bitume schiumato, la quantità e la qualità del filler presente nella miscela di aggregato è fondamentale poiché le particelle di bitume e filler vanno a formare un mastice che funge da legante per gli aggregati più grossi. In caso di utilizzo di emulsione bituminosa, tradizionalmente si è ritenuto che la quantità di filler è meno importante, in quanto il bitume da sé riveste già parzialmente gli aggregati grossi e, in questo caso, il filler ha il solo scopo di correggere la curva granulometrica, qualora fosse mancante della frazione fine. Tuttavia, studi più recenti hanno mostrato che il filler è essenziale per ottenere miscele riciclate a freddo con alte prestazioni.

#### Leganti

I leganti vengono utilizzati allo scopo di dare coesione alle singole particelle degli aggregati per aumentare la resistenza meccanica e/o la resistenza all'acqua, nonché la durabilità del materiale. Nelle miscele riciclate a freddo si adoperano due tipologie di leganti:

• i leganti bituminosi;

# • i leganti idraulici.

I leganti cementizi, ovvero idraulici, promuovono la rigidezza, mentre i leganti bituminosi tendono a rendere un materiale relativamente flessibile. Il materiale cementato può presentare una tendenza al ritiro, che nello strato sottoposto a carichi ripetuti si manifesta sotto forma di fessurazione a blocchi. I materiali legati con bitume, invece, sono relativamente flessibili, presentano proprietà elastiche migliori e tendono a deformarsi sotto carico.

Il tipo e il quantitativo di legante utilizzato sono, dunque, tra i principali fattori che determinano il numero di ripetizioni del carico che uno strato può sopportare prima che si manifesti una fessurazione di tale genere. Nelle miscele a freddo il legante bituminoso, al fine di poter essere adoperato a temperatura ambiente, è inserito in forma di bitume schiumato o emulsione bituminosa. Tra i leganti idraulici quello più comunemente utilizzato è il cemento. Di seguito si descriveranno, brevemente, i tre materiali leganti.

#### **Bitume schiumato**

Il bitume schiumato consiste in uno stato di temporanea bassa viscosità del legante. Il bitume passa allo stato schiumato quando piccole particelle d'acqua vengono a contatto con il bitume riscaldato a 160-180 °C: la superficie complessiva aumenta e si riduce la viscosità del bitume che quindi diventa particolarmente adatto per essere miscelato con un aggregato freddo e umido. Il grosso vantaggio del bitume schiumato rispetto all'emulsione bituminosa è un minor tempo di maturazione con conseguente riduzione dei tempi di riapertura al traffico veicolare della sovrastruttura. Di contro il processo di espansione, che necessita di un bitume molto caldo, richiede attrezzature speciali.

# **Emulsione bituminosa**

Un'alternativa al bitume schiumato è rappresentata dalle emulsioni, in cui la viscosità del bitume viene ridotta grazie all'impiego di acqua. Si definisce emulsione un sistema eterogeneo costituito da almeno due fasi immiscibili: una prende il nome di fase dispersa (o discontinua), costituita da piccolissime goccioline o bollicine, l'altra è definita fase disperdente (o continua). Nel caso delle emulsioni bituminose il bitume costituisce la fase dispersa, presentandosi sotto forma di goccioline con diametro compreso tra 0.1 e 20 µm, mentre l'acqua la fase disperdente. I bitumi che possono essere impiegati per il confezionamento di un'emulsione bituminosa sono bitumi puri o bitumi modificati con polimeri, inseriti in percentuali che variano tra il 40% e il 75% (percentuale in volume del bitume disperso sul volume totale dell'emulsione). Una fase chiave nella maturazione dell'emulsione è la rottura: meccanismo attraverso il quale, in un primo momento, il bitume coagula sulla superficie degli

aggregati formando una pellicola. In seguito, l'acqua evapora, defluisce o viene legata dal cemento. Finché non si utilizza l'emulsione bituminosa, il bitume deve restare in sospensione, ma quando viene impiegata è bene che l'acqua evapori. Le moderne tecnologie di produzione consentono di bilanciare la rottura dell'emulsione per ottenere un prodotto a rottura lenta o veloce, a seconda delle esigenze del progettista nello specifico, le fasi della rottura si succedono nel seguente ordine (Figura 1):

- a. decantazione, in cui le gocce di bitume sedimentano sulla superficie del granulo d'aggregato;
- b. flocculazione, ovvero le gocce di bitume sedimentati si raggruppano in flocculi;
- c. coagulazione, ha inizio quando i globuli di bitume flocculati si fondono, formando un coagulo.
- d. si può osservare che in seguito alla coagulazione ha inizio la presa, durante la quale il coagulo di bitume espelle l'acqua rimasta al suo interno e aderisce sempre più al granulo, formando un film totalmente anidro.



Figura 1. Fasi della rottura di un'emulsione: (a) decantazione; (b) flocculazione; (c) coagulazione; (d) presa.

Un'emulsione necessita di emulsionanti che la mantengano stabile ostacolando la prematura flocculazione e la coalescenza delle goccioline di bitume (Errore. L'origine riferimento non è stata trovata.). Gli emulsionanti sono agenti chimici dotati di cariche elettriche (negative e positive) in grado di essere assorbiti dalle goccioline di bitume a cui conferiscono una carica positiva o negativa. In questo modo le particelle di bitume si respingono a vicenda e non incorrono nei fenomeni di flocculazione e coalescenza. Proprio in relazione agli emulsionanti adottati è possibile suddividere le emulsioni in:

- emulsioni bituminose anioniche (carica negativa delle particelle di bitume), basiche;
- emulsioni bituminose cationiche (carica positiva), acide.



Figura 2. a) Flocculazione; b) coagulazione.

Le emulsioni sono inoltre caratterizzate in funzione del contenuto di bitume residuo. Infine, si possono categorizzare in funzione della velocità di rottura, cioè il tempo necessario affinché l'acqua si separi dal bitume e inizi il fenomeno della presa. In base ad essa, le emulsioni si distinguono in:

- emulsione super rapida (RR);
- emulsione rapida (R);
- emulsione media (M);
- emulsione lenta (L);
- emulsione sovrastabilizzata (LL).

Per quanto sopra esposto, le emulsioni cationiche vengono classificate attraverso la nomenclatura proposta dalla UNI EN 13808, attraverso un codice alfanumerico in cui:

- la prima lettera indica la polarità (C per cationica, A per anionica);
- il secondo termine è un numero che individua il contenuto di bitume residuo;
- le lettere successive indicano la tipologia di bitume e la presenza di eventuali agenti modificanti (la lettera B indica il bitume stradale, l'eventuale lettera P individua la modifica con polimeri; infine, se è presente flussante in quantità superiore al 3% si aggiunge la lettera F);

• l'ultimo numero indica la velocità di rottura (da 2 per rottura super rapida a 10 per l'emulsione sovrastabilizzata).

Ad esempio, il codice C 65 BP F 3 indica un'emulsione cationica col 65% di bitume residuo, modificata con polimeri e con flussante a rottura rapida.

# **Cemento**

La presenza del cemento nelle miscele conferisce rigidezza e ne incrementa dunque la capacità portante, migliorando la distribuzione dei carichi di traffico sugli strati sottostanti; tuttavia, una rigidezza eccessiva è controproducente, in quanto rende la pavimentazione più fragile e soggetta a fessurazioni da fatica. I cementi sono impiegati nel riciclaggio a freddo in quantità variabili in relazione alla funzione svolta dallo strato riciclato: valori compresi tra 1.5% e 2% sono

usualmente adottati per gli strati di base, mentre percentuali fino al 2.5% per gli strati di fondazione o di sottobase.

#### 1.1.2 Categoria di miscele a freddo

Le miscele a freddo possono essere classificate in accordo alle linee guida della Asphalt Academy, in funzione delle percentuali impiegate di cemento e bitume (Figura 3) tratta da Grilli, A., Graziani, A., and Bocci, M., 2012).

Come interpretazione generale del grafico si può osservare come all'aumentare del quantitativo di cemento aumenti la rigidezza della miscela, e all'aumentare di quella di bitume, la sua termodipendenza e flessibilità. Partendo dai materiali non legati U (*unbound materials*) e spostandosi sull'asse delle ordinate, sono presenti i materiali in cui è utilizzato solo cemento come legante; si tratta di materiale convenzionale trattato con cemento CTM, (*cement-treated material*), comprendente materiale riciclato. Il dosaggio del legante cementizio è generalmente compreso tra 1 e 6%. Le miscele stabilizzate con bitume BSM, (*bitumen-stabilized material*) vengono legate tramite emulsione bituminosa o bitume schiumato: il dosaggio di bitume residuo generalmente non supera il 3% in peso dell'aggregato e fino all'1% di cemento può essere aggiunto come un "filler attivo": il rapporto tra quantità di bitume e cemento (B/C) è maggiore di 1.

Esistono poi miscele a freddo nelle quali il legante bituminoso e quello cementizio vengono utilizzati come co-leganti. Queste sono le miscele legate a cemento e bitume, CBTM (*cement-bitumen treated materials*). Il dosaggio di bitume residuo e cemento è generalmente compreso tra 1 e 3% e il rapporto B/C è di circa 1. Questi materiali guadagnano più rigidezza e coesione rispetto ai BSM. Al contempo, la presenza del cemento ne riduce la termodipendenza.

Vi sono poi miscele di asfalto freddo CAM, (*cold asphalt mixture*) prodotte utilizzando un alto dosaggio di bitume ed una percentuale di cemento più limitata; il loro comportamento



può essere assimilato a quello di un tradizionale mix di asfalto caldo HMA (hot mix asphalt).

Figura 3. Classificazione delle miscele stradali in funzione del contenuto di legante cementizio e legante bituminoso

Inoltre, questi materiali hanno un comportamento evolutivo, per il quale durante il processo di maturazione cambiano le proprietà fisiche e meccaniche a causa dei processi di rottura dell'emulsione, idratazione del cemento ed evaporazione dell'acqua.

# 1.2 Studio multi-scala: dalla miscela alla malta

Le miscele bituminose sono materiali multifase e, a diverse scale di grandezza, possono essere descritte come compositi costituiti da una regione omogenea interconnessa, chiamata anche matrice, con inclusioni di particolato (Gibson, 2016). A partire dalla macroscala rappresentata dalla pavimentazione stradale, si può osservare che esistono molte scale di osservazione, fondamentalmente legate alla geometria del materiale che viene aggiunto al legante bituminoso (Allen et al., 2017; B. S. Underwood, 2015a). Sulla base di questo, negli ultimi anni si è ricorso a studi multi-scala condotti sulle diverse scale di osservazione, riportate in Figura 4 (Garcia Cucalon L., Rahmani E., Little D.N. et al) passando dalle proprietà macro-, meso-, micro- fino a quelle atomiche. Alla macro-scala la sovrastruttura stradale è analizzata come un materiale continuo e omogeneo, alla meso-scala il conglomerato bituminoso è considerato come multifase ed eterogeneo, con delle proprietà che sono diverse da quelle della scala superiore, mentre alla micro-scala si analizzano le proprietà dei singoli costituenti fino ad arrivare alla scala atomica in cui si studiano i legami atomici dei materiali.



Figura 4. Studio multi-scala: scale di osservazione dei materiali componenti la pavimentazione stradale.

Nel caso del conglomerato bituminoso a caldo, oltre al bitume, sono comunemente identificate quattro ulteriori scale di interesse (Figura 5) mastice, malta di aggregato fine (*fine aggregate matrix*, FAM), miscela e pavimentazione (Allen et al., 2017; Pichler et al., 2012; B. S. Underwood, 2015b):

- il bitume è un materiale legante semisolido con proprietà da viscose a viscoelastiche e una scala di lunghezza che varia tra 10<sup>-6</sup> e 10<sup>-5</sup> m. Il suo studio è principalmente legato alle proprietà reologiche che possono influenzare le proprietà di scale più grandi;
- Il mastice è composto da una matrice di bitume con inclusioni di particelle di filler, con una dimensione massima inferiore a 1,25·10<sup>-4</sup> m. A questa scala, le interazioni che si verificano all'interfaccia del bitume e dell'aggregato sono amplificate grazie alla grande superficie specifica delle particelle di filler. Inoltre, questa scala può essere considerata la matrice legante della miscela, e quindi in gran parte influenza il rivestimento dell'aggregato e la diffusione del bitume nella miscela (Hesami et al., 2012; Sefidmazgi et al., 2013);
- La malta FAM consiste in una matrice di mastice omogenea con particelle di sabbia che agiscono come inclusioni. La sua scala di lunghezza è di circa 10<sup>-3</sup> m. Lo studio di questa scala è interessante perché le malte FAM sono solo la scala immediatamente più piccola delle miscele. La FAM è il materiale che esiste tra le particelle di aggregato grosso nella miscela, quindi, è il materiale che si deforma sotto carico ad alta temperatura, e che mostra fessure visibili sotto carichi ripetuti a temperature intermedie;

- la miscela è composta da una matrice omogenea di malta FAM con inclusioni di aggregato grosso e scala di lunghezza compresa tra 10<sup>-2</sup> e 10<sup>-1</sup> m;
- la pavimentazione, la macroscala che varia tra 10<sup>-1</sup> e 10<sup>3</sup> m, è la scala di applicazione strutturale. In questo caso, le miscele sono considerate continue e caratterizzate da proprietà meccaniche come il modulo elastico, il rapporto di Poisson, ecc.



Figura 5. Scale coinvolte nell'indagine multiscala dei conglomerati bituminosi a caldo (Underwood, 2015 a)

Gli studi multiscala hanno lo scopo di aiutare nella comprensione dei meccanismi fisici e chimici che avvengono nei materiali bituminosi. Una volta indagate le scale dove questi meccanismi prevalgono, possono essere integrati in elaborazioni analitiche o computazionali complete. Pertanto, le indagini multiscala possono essere strumenti efficaci per dedurre le relazioni causa-effetto, se applicate dalle scale più piccole alle più grandi (nella direzione dell'*upscaling*). Lo studio dalle scale piuù grandi alle più piccole (*downscaling*) può aiutare a migliorare le proprietà e le prestazioni delle miscele bituminose aiutando a decidere sulla loro composizione e fabbricazione (Underwood, 2015a).

Rispetto ai conglomerati bituminosi a caldo, per i quali l'uso di approcci multiscala è uno strumento diffuso, la loro applicazione ai materiali a freddo è piuttosto nuova, con pochi studi di ricerca condotti su questo argomento finora. Ciò è dovuto principalmente all'introduzione relativamente nuova di questi materiali nell'applicazione stradali rispetto ai tradizionali conglomerati bituminosi a caldo. A questo si aggiunge il livello generalmente più alto di complessità dei materiali freddi, legata alla presenza di acqua e di un secondo legante (cemento), e alla loro natura evolutiva. La sezione successiva riporta una panoramica degli studi multiscala dei materiali freddi, concentrandosi su malte FAM che sono l'obiettivo principale di questa tesi

#### Studio delle malte FAM

Diversi studi hanno dimostrato che le proprietà della FAM dei conglomerati bituminosi a caldo influenzano il comportamento viscoelastico, a fatica e a frattura osservato alla scala delle miscele (Aragão et al., 2017; Fadil et al., 2019; Fakhari Tehrani et al., 2018), così come la resistenza all'acqua (Caro et al., 2008). È stato anche dimostrato che la riparazione, l'ossidazione e l'invecchiamento avvengono nella fase della FAM (Gundla et al., 2017; Izadi et al., 2011; Zhang & Leng, 2017). Inoltre, le malte FAM sono state utilizzate per prevedere il comportamento complessivo della miscela utilizzando modelli computazionali multiscala (Aigner et al., 2009; Eberhardsteiner et al., 2016). Nonostante ciò, non esiste un accordo comune sulla composizione delle malte FAM. La Tabella 1 riassume i principali approcci per definire la composizione della malta FAM in termini di dimensione massima nominale degli aggregati (NMAS), curva di classificazione, dosaggio di bitume e contenuto di vuoti d'aria. Rispetto ai conglomerati bituminosi a caldo, relativamente pochi studi hanno indagato sulla composizione delle malte FAM e relazionato il loro comportamento con le miscele a freddo.

Le malte FAM sono state utilizzate in modelli per valutare il comportamento delle miscele. In questi modelli, gli aggregati grossolani sono stati identificati da una dimensione minima di 2 mm. La matrice della malta includeva mastice e particelle, e i vuoti d'aria sono stati considerati come una fase separata nella miscela (Fu et al., 2015, 2018). Studi recenti hanno indagato sui materiali bituminosi a freddi prodotti con emulsione (*cold bitumen emulsion materils* CBE). Come illustrato nella Figura 6 le miscele di CBE possono essere considerate un materiale composito multifase per le quali possono essere identificate varie scale di caratterizzazione. Partendo dalla scala della miscela e muovendosi verso le scale inferiori, possono essere considerate tre ulteriori scale di interesse ingegneristico:

- la malta FAM, la matrice legante della miscela ottenuta rimuovendo l'aggregato grossolano dalla miscela;
- il mastice che costituisce la matrice legante della malta FAM, ottenuta rimuovendo l'aggregato fine e i vuoti. Il mastice CBE è composto da bitume residuo e aggiunte minerali, cioè filler e legante cementizio;
- l'emulsione bituminosa, l'agente legante dei materiali CBE insieme all'eventuale legante cementizio. L'emulsione bituminosa è essa stessa un materiale composito in quanto le gocce di bitume sono disperse in una matrice di acqua.

Proprietà FAM	Valore/approccio selezionato	Riferimento		
	1.18 mm	Izadi et al., 2011; Kim, 2003; Sousa et al., 2013		
NMAS	2.00 mm	Neumann et al., 2017; Pichler et al., 2012		
	2.36 mm	Dai et al., 2005; Underwood & Kim, 2013b, 2013a		
	Stessa gradazione della miscela			
Granulometria	Stessa gradazione della miscela, escludendo la frazione di	Izadi et al., 2011; Sousa et al., 2013		
	filler nel mastice	Underwood & Kim, 2013b		
	Bitume della miscela, sottraendo il bitume assorbito dall'aggregato grosso aggregato	Izadi et al., 2011		
Contenuto di bitume	Bitume della miscela, sottraendo la frazione di bitume nel mastice	Underwood & Kim, 2013b		
	FAM ottenuto dalla setacciatura meccanica della miscela (procedura sperimentale procedura)	Sousa et al., 2013		
Contenuto vuoti d'aria	50-70% dei vuoti d'aria totali della miscela	Underwood & Kim, 2013b		
	2,5%-3,5% (alla fine della compattazione)	Sousa et al., 2013		

Tabella 1. riassunto degli approcci proposti per definire la composizione di HMA FAM.



Figura 6. Definizione generale delle varie scale di osservazione dei materiali CBE

In particolare, si è applicato il concetto di malta FAM allo studio delle proprietà meccaniche delle miscele sia in termini di evoluzione sia in termini di caratterizzazione reologica a lungo termine. In questi studi, le malte FAM avevano dimensione massima nominale degli aggregati (*NMSA*) di 2 mm e sono state prodotte utilizzando tutto il contenuto di emulsione bituminosa e cemento della miscela (il rapporto bitume residuo/cemento era costante tra malte e miscele e variava tra 0.8 e 2.0). Gli autori hanno concluso che malte FAM contenenti circa il 65-70% dei vuoti totali della miscela erano in grado di predire l'evoluzione delle proprietà fisiche (perdita d'acqua per evaporazione) e meccaniche (rigidezza e resistenza) durante il periodo di maturazione tramite semplici relazioni matematiche. Tali relazioni erano valide indipendentemente dal dosaggio e tipo di leganti, così come dalle condizioni di maturazione (tempo e umidità relativa) (Mignini et al 2018, 2021). Un'ulteriore sperimentazione ha dimostrato inoltre che malte FAM che includono circa l'80% dell'acqua e il 17% dei vuoti d'aria della miscela erano in grado di prevedere la rigidezza delle miscele durante il processo di indurimento e il loro comportamento LVE (Graziani et al., 2020).

Le malte bituminose a freddo sono state anche proposte come sistema modello per caratterizzare l'emulsione bituminosa (Miljković et al., 2017; Miljković & Radenberg, 2014) con un approccio

simile a quello utilizzato per determinare la resistenza massima a compressione del cemento (EN 197-1). Gli autori hanno dunque selezionato la stessa dimensione massima, pari a 2 mm, e una distribuzione granulometrica simile a quella adottata per la produzione delle malte cementizie standard. Poiché questi studi sono concentrati sull'emulsione di bitume, le malte avevano un comportamento dominato dal bitume con un rapporto B/C compreso tra 3 e 7. Il concetto di malta è anche applicato con scopo simile all'interno del RILEM TC-280 sulla caratterizzazione multifase dei CBE materiali (Miljković, M., Graziani, A., and Mignini, C., 2020. Interphase relations in the characterisation of bitumen emulsion-cement composites. In: Proceedings of ISBM Lyon 2020. RILEM).

Uno studio dettagliato delle proprietà alla scala della malta può supportare lo sviluppo di modelli di calcolo più realistici per le miscele CBE.

# **1.3 RILEM TC 280 Interlaboratory test**

Il comitato tecnico 280 del gruppo F dell'organizzazione internazionale RILEM (*International Union of Laboratories and Experts in Construction Materials, Systems and Structures*) ha come obiettivo la caratterizzazione multifase dei materiali a freddo prodotti con emulsione bituminosa CBE. In particolare, il gruppo di lavoro, (*task group* TG) 1, "Emulsioni e compositi basati su emulsioni", sta attualmente eseguendo una campagna di test interlaboratorio (ILT) per sviluppare un quadro scientifico dove studiare le malte come sistemi modello per prevedere il comportamento della miscela (risparmiando tempo e materiali di laboratorio rispetto alle miscele CBE). Lo studio, inoltre, si propone di caratterizzare le proprietà fisico-meccaniche delle emulsioni bituminose e dei compositi emulsione-cemento per quantificare l'influenza del legante/co-legante sulle miscele realistiche. Inoltre, l'obiettivo è di estendere le conoscenze fondamentali relative ai meccanismi chimici e fisici che controllano il comportamento complessivo dei materiali di pavimentazione a base di emulsione.

Questi obiettivi saranno realizzati concentrandosi principalmente sulle malte in emulsione di bitume di una composizione standardizzata, concepita nella recente ricerca in questo campo, e sul mastice di emulsione bituminosa e cemento/filler. Il risultato atteso di questo ILT è quello di fornire una metodologia univoca, robusta e pratica per collegare le proprietà delle emulsioni bituminose e le prestazioni delle miscele per abilitare gli strati strutturali. Inoltre, questo lavoro fornirebbe, in pratica, le necessarie conoscenze e linee guida per la progettazione di miscele.

#### 1.3.1 Organizzazione dell'ILT

L'ILT incentrato sullo studio dei campioni di malta è organizzato in tre pacchetti di lavoro (da WP1 a WP3) mentre l'ILT riguardante lo studio dei mastici è organizzato in un solo pacchetto di lavoro (WP4) come mostrato nella Tabella 2Nel WP1, i campioni di una singola composizione di malta di riferimento, prodotti con un set di materiali costituenti di riferimento sono testati da una serie di metodi di prova di riferimento. Nello specifico lo studio riguarda la misura dell'evoluzione della resistenza a trazione indiretta durante per periodi di maturazione compresi tra 1 e 28 giorni. Per tutti i laboratori partecipanti, il WP1 è la parte centrale di questo ILT, ma facoltativamente i laboratori possono partecipare agli altri WP. Nel WP2, si applicano la stessa composizione e gli stessi metodi di riferimento adottati nel WP1, ma con una variazione dei materiali. Nel WP3, è prevista l'adozione di metodi di prova aggiuntivi sia su campioni con la composizione di riferimento (testati nel WP1) e sia su campioni con variazione dei materiali (considerati nel WP2). Il WP4 considera mastici con composizioni predefinite ottenuti con gli stessi materiali utilizzati nel WP1 e WP2. Per l'ILT della malta, ogni laboratorio conduce il WP1 ed è libero di scegliere se partecipare al WP2 o al WP3, o a entrambi, mentre per il mastice, i laboratori stanno facoltativamente condurre il WP4 (come analogo del WP3 della malta).

Tabella 2. Organizzazione ILT.

	Materiali di riferimento	Materiali nuovi
Test standard	WP1	WP2
Altri test	WP3	WP3

La composizione della malta di riferimento è descritta nel Capitolo 3. I set di metodi supplementari e mastici, considerati per il WP3 e WP4, comprendono per le malte un'ampia varietà di tecniche selezionati dai partecipanti dell'ILT come ad esempio test ciclici, mentre per i mastici test basati sull'utilizzo del DSR.

La seguente tesi si colloca all'interno del pacchetto di lavoro WP3. In particolare, si è deciso di svolgere prove di modulo complesso sia sulla malta di riferimento (Malta1) e sia su malte con diverse composizioni dei costituenti.

# Capitolo 2

# Viscoelasticità lineare delle miscele bituminose a freddo

In questo capitolo viene riportata le basi teoriche della caratterizzazione meccanica dei materiali viscoelastici. Si illustreranno dapprima le risposte meccaniche dei materiali bituminosi nel dominio viscoelastico lineare a sollecitazioni di tipo variabile con legge oscillatoria sinusoidale, dopo di che verranno presentati il principio di sovrapposizione tempo-temperatura ed i modelli matematici che sono utilizzati per l'analisi dei risultati di prova. Infine, lo studio e l'interpretazione degli effetti di non linearità.

# 2.1 Viscoelasticità lineare

A causa della presenza di bitume, i materiali a freddo con emulsione bituminosa (*Cold Bitumen Emulsion* CBE), così come tutti i materiali bituminosi, sono caratterizzati da un comportamento che dipende dalla temperatura, dalla frequenza e dall'ampiezza del carico applicato. In funzione dell'ampiezza dello sforzo applicato e il numero dei cicli di carico, dovrebbero essere considerati quattro aspetti principali di comportamento quando si modella la risposta dei materiali bituminosi (Di Benedetto et al., 2001; Di Benedetto et al., 2007; Olard et al., 2005):

- rigidezza ed evoluzione della rigidezza nel tempo nel dominio lineare;
- fatica ed evoluzione del danno;
- accumulo di deformazione permanente;
- fessurazione e propagazione delle fessure, in particolare a bassa temperatura

Si possono distinguere tre comportamenti principali, in relazione all'ampiezza di deformazione  $\epsilon$  e al numero di applicazioni del carico:

- A grandi deformazioni il comportamento è marcatamente non lineare anche per un numero ridotto di applicazioni di carico.
- A piccole deformazioni il comportamento è viscoelastico lineare (*linear visco-elastic* LVE), se il numero di cicli non è troppo elevato.

 Qualora invece, a differenza dei due precedenti casi, il numero di cicli di carico sia consistente, il fenomeno del danno è predominante anche in presenza di piccole deformazioni, si parla quindi di fatica del materiale.



I comportamenti finora descritti vengono ben rappresentati in Figura 1.

Figura 7. Domini di comportamento per le miscele bituminose, (ampiezza della deformazione in funzione del numero di cicli).

Nel dominio LVE, il materiale ha un comportamento a metà strada tra quelli di un materiale elastico e di un materiale viscoso. Si possono identificare due limiti: ad alte frequenze, o a temperature molto basse, il materiale bituminoso può essere considerato perfettamente elastico, mentre a frequenze molto basse frequenze o ad alte temperature, è considerato perfettamente viscoso.

Nel caso di materiali viscoelastici, la caratterizzazione meccanica viene generalmente effettuata considerando prove di creep, di rilassamento o di carico dinamico per valutare la risposta del materiale in funzione del tempo e della temperatura di carico.

## Creep

La prova di creep consiste nel misurare la deformazione dipendente dal tempo  $\varepsilon$ (t) risultante dall'applicazione di una sollecitazione monoassiale costante  $\sigma$ 0 come illustrato in Figura 8. Le tre curve rappresentate in Figura 8 rappresentano le deformazioni misurate a tre diversi livelli di sollecitazione, ognuno dei quali è il doppio della grandezza del precedente. Si osserva che quando la sollecitazione è raddoppiata, la deformazione risultante è raddoppiata su tutto il suo intervallo di tempo. Questo accade se il materiale è caratterizzato da una risposta di tipo lineare. Se la relazione sforzo-deformazione è lineare, la deformazione risultante da una sollecitazione  $\alpha\sigma$ , dove a è una costante, è data dalla deformazione risultante dalla sola  $\sigma$  moltiplicata per a. Matematicamente:



 $\varepsilon(a\sigma) = a\varepsilon(\sigma)$ 

Figura 8. Sforzo di creep a varie sollecitazioni costanti.

Se le deformazioni da creep prodotte in un dato momento fossero tracciate in ascissa in funzione della sollecitazione applicata in ordinata, si otterrebbe una curva di sforzo-deformazione "isocrona". Se il materiale è lineare, questa "curva" sarà una linea retta, con una pendenza che aumenta al diminuire del tempo scelto diminuito. Per i materiali lineari, la famiglia delle storie di deformazione  $\varepsilon(t)$  ottenute a varie sollecitazioni costanti possono essere sovrapposte normalizzandole in base alla sollecitazione applicata. Il rapporto tra deformazione e sollecitazione è chiamato *compliance* C, e nel caso di deformazione variabile nel tempo derivante da una sollecitazione costante il rapporto è la *creep compliance*  $C_{crp}$ :

$$C_{crp} = \frac{\varepsilon(t)}{\sigma_0}$$

Una forma tipica di questa funzione è mostrata in Figura 9, tracciata in funzione del logaritmo del tempo. Si noti che la forma logaritmica del grafico cambia drasticamente la forma della curva, allungando la porzione relativa alla risposta ottenuta per brevi tempi di carico e comprime la regione ottenuta per tempi di carico lunghi. Al momento del carico, il materiale si tende inizialmente allo stato vetroso Cg che è la deformazione elastica corrispondente alla distorsione del legame. Nel tempo C<sub>crp</sub> aumenta fino a raggiungere un valore di equilibrio o gommoso Cr, corrispondente all'estensione gommosa del materiale. Il valore lungo l'ascissa

come log  $\tau$  segnala il punto di flesso e il passaggio dalla pendenza crescente a quella decrescente.  $\tau$  è chiamato il "tempo di rilassamento" del processo di creep.



Figura 9. La funzione di creep compliance C<sub>crp</sub>(t).

# Rilassamento

La prova di rilassamento consiste nel monitorare lo sforzo dipendente dal tempo risultante da una deformazione costante, come si vede in Figura 10. Tale comportamento è l'inverso della Figura 8; qui le curve di sollecitazione corrispondono a tre diversi livelli di deformazione costante, ognuno dei quali è il doppio della grandezza del precedente.



Figura 10. Misurazione della risposta di rilassamento.

Analogamente al creep compliance, si possono sovrapporre le curve di rilassamento per mezzo del modulo di rilassamento, definito come:  $E_{rel}(t) = \sigma(t)/\varepsilon_0$ , la Figura 11 mostra l'andamento del modulo di rilassamento in funzione del logaritmo del tempo di carico. Per tempi ridotti, lo sforzo la curva del modulo di rilassamento presenta un asintoto superiore, corrispondente ad un modulo vetroso Eg. E diminuisce diminuisce poi fino a raggiungere un valore asintotico inferiore corrispondente al modulo gommoso Er.



Figura 11. Il modulo di rilassamento della tensione Erel(t), con  $E_g = 100$ ,  $E_r = 10$ ,  $e \tau = 1$ .

Lo scorrimento e il rilassamento sono entrambi manifestazioni degli stessi meccanismi molecolari, e ci si dovrebbe aspettare che Erel e Ccrp siano correlati. Tuttavia, anche se Eg = 1/Eg e Er = 1/Er, in generale  $Erel(t) \neq 1/Ccrp(t)$ . In particolare, la risposta di rilassamento si muove verso il suo valore di equilibrio più rapidamente della risposta di creep.

## **Carico dinamico**

I test di creep e di rilassamento dello stress sono convenienti per studiare la risposta del materiale in tempi lunghi (da minuti a giorni), ma meno accurati per tempi più brevi (secondi e meno). Per questo motivo, i test dinamici, in cui viene misurata la sollecitazione (o la deformazione) risultante da una deformazione (o sollecitazione) sinusoidale, sono generalmente utilizzati per caratterizzare la risposta del materiale per tempi brevi. Quando un materiale viscoelastico è sottoposto a una sollecitazione sinusoidale, alla fine si raggiunge uno stato stazionario in cui la deformazione risultante è anch'essa sinusoidale, con la stessa frequenza angolare ma ritardata in fase di un angolo  $\delta$ . Tale ritardo è analogo alla deformazione ritardata osservata negli esperimenti di creep. La deformazione ritarda la sollecitazione dell'angolo di fase  $\delta$ , e questo è vero anche se la deformazione piuttosto che la sollecitazione è la variabile controllata.

Il modulo complesso  $E^*(\omega)$  viene utilizzato per caratterizzare il comportamento LVE dei materiali bituminosi. Questa grandezza permette, infatti, di valutare il modulo elastico del materiale considerando anche la sua dipendenza dalla frequenza. Il modulo complesso  $E^*(\omega)$  può essere misurato applicando una sollecitazione sinusoidale  $\sigma$  che produce una risposta sinusoidale della deformazione  $\varepsilon$ :

$$\sigma = \sigma_0 \sin \omega t$$
$$\varepsilon = \varepsilon_0 \sin(\omega t - \varphi(\omega))$$

dove  $\omega = 2\pi f$  è la frequenza angolare (f è la frequenza di prova in Hz),  $\sigma_0$  e  $\varepsilon_0$  sono, rispettivamente, le ampiezze dello stato stazionario dei segnali di sollecitazione e di deformazione misurati. La deformazione è ritardata rispetto alla sollecitazione dell'angolo di fase,  $\varphi(\omega)$ , come mostrato in Figura 12. Ritardo di fase della deformazione rispetto alla sollecitazione.



Figura 12. Ritardo di fase della deformazione rispetto alla sollecitazione.

Per descrivere la risposta dei materiali in campo viscoelastico lineare sottoposti a sollecitazioni sinusoidale si fa ricorso all'utilizzo dei numeri complessi. Le funzioni sinusoidali precedentemente definite, utilizzate per rappresentare tensione e deformazione, rappresentano la parte reale dello sforzo complesso  $\sigma^*$ e della deformazione complessa  $\varepsilon^*$ . Tali grandezze in forma cartesiana sono descritte come:

$$\sigma^*(\omega) = \sigma_0[\sin(\omega t) + i\cos(\omega t)]$$

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon_0(\omega)[\sin(\omega t - \varphi) + i\cos(\omega t - \varphi(\omega))]$$

dove *i* è l'unità immaginaria.

L'ampiezza della risposta deformativa del materiale ( $\varepsilon_0$ ) e il ritardo di fase ( $\phi$ ) sono dipendenti dalla frequenza di applicazione del carico ( $\omega$ ).

Tensione e deformazione complesse possono essere scritte in forma esponenziale:

$$\sigma^*(\omega) = \sigma_0 e^{i\omega t}$$

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon_0(\omega) e^{i(\omega t - \varphi(\omega))}$$

Il rapporto tra le due grandezze appena definite definisce il modulo complesso  $E^*$ :

$$E^{*}(\omega) = \frac{\sigma^{*}(\omega)}{\varepsilon^{*}(\omega)} = \frac{\sigma_{0}e^{i\omega t}}{\varepsilon_{0}(\omega)e^{i(\omega t - \varphi(\omega))}} = \frac{\sigma_{0}}{\varepsilon_{0}(\omega)}e^{i\varphi(\omega)} = E_{0}e^{i\varphi(\omega)}$$

Dove  $E_0$  è il modulo di rigidezza, il valore assoluto del modulo complesso. Rappresentando il modulo complesso sul piano cartesiano (Figura 13):

$$E^* = E_1 + iE_2$$
$$E_0 = |E^*| = \sqrt{E_1^2 + E_2^2}$$

Dove:

- $E_1 = |E^*| \cos \varphi$  è il modulo di immagazzinamento (o restituzione elastica) che definisce la deformazione reversibile, cioè la componente elastica, la componente reale del modulo complesso
- $E_2 = |E^*|sin\varphi$  è il modulo di dissipazione (o di perdita viscoso) che definisce la deformazione irreversibile, cioè la componente viscosa, la componente immaginaria del modulo complesso



Figura 13. Rappresentazione del modulo E\* sul piano complesso

L'angolo di fase  $\varphi$  è un indice del comportamento viscoso del materiale:

• valori bassi riducono la componente E<sub>2</sub>, il materiale manifesta un comportamento elastico;

• valori alti riducono la componente  $E_1$ , il materiale manifesta un comportamento viscoso. Si può assumere inoltre, che per materiali puramente elastici,  $\phi=0^\circ$ , mentre per materiali puramente viscosi,  $\phi=90^\circ$ .

Per i materiali bituminosi, sia  $E_0$  che  $\varphi$  sono funzioni della frequenza della sollecitazione: alle basse frequenze (tempi di carico elevati) o alte temperature si accentua il comportamento viscoso, alle alte frequenze (tempi di carico ridotti) e basse temperature invece prevale il comportamento elastico.

I valori di  $E_0$  che  $\varphi$  sono comunemente rappresentati in un piano bilogaritmico in funzione della frequenza di misura, dando origine alle curve isoterme del modulo complesso ( $E_0$ ) e dell'angolo di fase ( $\varphi$ ) mostrate in Figura 14:



Figura 14. Isoterme del modulo complesso E<sub>0</sub> e dell'angolo di fase φ

## 2.1.1 Rappresentazioni

Una rappresentazione dei dati provenienti da prove in regime oscillatorio sinusoidale è realizzata nel diagramma Black Space, nel quale ogni coppia angolo di fase – norma del modulo complesso è rappresentativa di una frequenza e di una temperatura come riportato in Figura 15.



Figura 15. Diagramma Black Space

Il Black Space può essere utilizzato per visualizzare il massimo valore di  $E_0$  e di  $\varphi$  della materiale. La Black curve mostra come l'angolo di fase aumenta al diminuire dell' $E_0$  o all'aumentare del tempo di carico o della temperatura.

Un'altra modalità di rappresentazione dei risultati è il piano di Cole-Cole (Figura 16), per il quale l'asse delle ascisse è rappresentativo del modulo di restituzione  $E_1$ , mentre l'asse delle ordinate lo è del modulo di dissipazione  $E_2$ , per ogni prova di compressione sinusoidale effettuata ad una certa temperatura e ad una certa frequenza.



Figura 16. Piano complesso Cole-Cole.

## 2.1.2 Curva Maestra

Quando i dati sperimentali disegnano curve uniche nel piano Cole-Cole e nel Black space, significa che il materiale risulta essere termo-reologicamente semplice, cioè una medesima risposta meccanica è ottenuta o variando la temperatura o variando la frequenza di carico, con una perfetta sovrapposizione degli effetti. Tale proprietà è definita come "principio di sovrapposizione tempo-temperatura" (*Time Temperature Superposition Principle-TTSP*).

Il TTSP afferma che lo stesso valore  $E^*$  può essere ottenuto con diverse coppie frequenzatemperatura, il che permette di determinare una frequenza equivalente (ridotta) per una temperatura di riferimento.

Pertanto, questo principio viene utilizzato per la costruzione della curva maestra, (*master Curve*), che si ottiene dalla traslazione delle varie isoterme rispetto ad una temperatura di riferimento: le curve maestre di  $E_0(\omega)$  o  $\varphi(\omega)$  (Figura 17 e Figura 18), descrivono la risposta della LVE ad una temperatura di riferimento *Tref* in funzione della frequenza.



Figura 17. Curva Maestra di E<sub>0</sub> a 25°C.



Figura 18. Curva Maestra di φ a 25°C.

Poiché i materiali bituminosi sono generalmente termicamente semplici, il loro comportamento LVE può essere rappresentato tramite curve maestre, che permettono di confrontare materiali diversi con comportamento visco-elastico lineare a diverse frequenze di prova.

Una volta selezionata la temperatura di riferimento, i dati misurati ad ogni temperatura *T* sono spostati orizzontalmente e allineati a quelli ottenuti a *Tref*:

$$fr = f \cdot a_{Tref}(T)$$

dove f è la frequenza di prova, fr è la frequenza traslata, solitamente chiamata frequenza ridotta e  $a_{Tref}(T)$  è il fattore di traslazione (*shift factor*), relativo alla temperatura considerata, necessario per sovrapporre i dati misurati a T e  $T_{ref}$ .

I fattori di traslazione  $a_{Tref}$  sono comunemente determinati manualmente spostando i segmenti della funzione di risposta lungo la scala temporale logaritmica. La determinazione di  $a_{Tref}$  diventa così puramente soggettiva e dipende molto dall'esperienza dell'operatore. Una procedura matematica alternativa è stata proposta per rimuovere l'ambiguità relativa alla procedura di spostamento: l'algoritmo *the closed-form shifting* (CFS) (Gergesova et al., 2011), descritto nel Capitolo 3.

Viene quindi determinata una relazione tra  $a_{Tref}(T)$  e la temperatura come mostrato nella Figura 19. Questa relazione è necessaria per prevedere il valore  $E_0$  a una temperatura diversa da quella di riferimento.



Figura 19. Shift Factor ad una temperatura di riferimento di 25°C.

In conclusione, la curva maestra descrive la dipendenza del materiale dalla frequenza mentre i fattori di traslazione descrivono invece la dipendenza dalla temperatura.

# 2.2 Modellazione reologica

Le curve maestre rivestono un ruolo fondamentale nell'interpretazione del comportamento reologico dei materiali visco-elastici, consentendo una stima delle proprietà meccaniche in ampi intervalli di temperatura e frequenza, non sempre riproducibili in laboratorio.

Per individuare una funzione che meglio approssimi i risultati dedotti dalla sperimentazione sono proposti in letteratura vari modelli: i modelli matematici descritti tramite funzioni algebriche, come ad esempio i modelli sigmoidali a 4 o a 5 parametri e i modelli analogici, che introducono un riferimento fisico del modello stesso.

Questi ultimi sono ottenuti combinando un certo numero di molle, che descrivono elementi elastici, e *dashpot* (smorzatori) lineari che rappresentano elementi viscosi newtoniani (Ferry, 1980).

Sono state proposte diverse combinazioni tra questi elementi, le più semplici sono il modello Kelvin-Voigt (Figura 20. a) Modello Kelvin-Voigt; b) Modello Kelvin-Voigt generalizzatoe il modello Maxwell (Figura 20 b; Figura 21 b).

Il modello Kelvin-Voigt consiste in una molla e un dashpot collegati in parallelo e rappresenta un solido viscoelastico. Il modello Maxwell considera la molla e il dashpot in una disposizione in serie ed è usato per i liquidi viscoelastici. Tuttavia, questi modelli sono troppo semplici per descrivere il comportamento dei materiali bituminosi. Pertanto, sono generalmente utilizzati come elementi di base per definire modelli di maggiore complessità, come il Kelvin-Voigt generalizzato (Figura 20. a) Modello Kelvin-Voigt; b) Modello Kelvin-Voigt generalizzato e i modelli generalizzati di Maxwell (Figura 21. a) Modello Maxwell; b) Modello Maxwell generalizzato che consistono, rispettivamente, in un numero di elementi Kelvin-Voigt in serie, possibilmente con una molla e un dashpot lineare in serie, e un numero di elementi Maxwell in parallelo, eventualmente con una molla e un dashpot lineare in parallelo.



Figura 20. a) Modello Kelvin-Voigt; b) Modello Kelvin-Voigt generalizzato



Figura 21. a) Modello Maxwell; b) Modello Maxwell generalizzato

## 2.2.1 Modello Huet-Sayegh

Altri modelli, caratterizzati da una maggiore complessità, sono stati proposti per descrivere meglio il comportamento LVE dei materiali bituminosi. Tra questi, c'è il modello Huet-Sayegh (HS), proposto per le miscele bituminose (Sayegh, 1967). Come mostrato in Figura 22, il modello è composto dal collegamento in serie di una molla di rigidezza  $E_g$  e due dashpot parabolici, a sua volta paralleli ad una molla di rigidezza inferiore  $E_e$ .

Il modulo complesso è descritto con il modello HS come:

$$E^*(\omega) = E_e + \frac{E_g - E_e}{1 + \delta(j\omega\tau)^{-k} + (j\omega\tau)^{-h}}$$

dove  $E_e e E_g$  sono rispettivamente il modulo di equilibrio e il modulo vetroso,  $\delta$ , h e k sono parametri del modello, e  $\tau$  è il tempo caratteristico. I due moduli definiscono la risposta delle molle, mentre k e h sono legati ai dashpot parabolici.  $E_e$  rappresenta il valore di  $E^*$  quando  $\omega \tau \rightarrow$ 0, che definisce la risposta puramente viscosa del materiale quando il legante bituminoso diventa liquido (alta temperatura/bassa frequenza).  $E_g$  è il valore di  $E^*$  quando  $\omega \tau \rightarrow \infty$  e descrive la risposta puramente elastica del materiale quando il bitume è un solido vetroso (bassa temperatura/alta frequenza). Il suo valore dipende principalmente dalle proprietà volumetriche del materiale. I parametri adimensionali k,  $\delta$  e h influenzano la forma del modello a bassa, media e alta temperatura. Valori più alti di h e k segnalano la presenza di una maggiore componente di dissipazione viscosa (il valore uno indica la risposta puramente viscosa). Valori più bassi di h e k rappresentano un comportamento più elastico del materiale (zero rappresenta la risposta puramente elastica). In generale, 0 < k < h < 1, con k che caratterizza il comportamento a bassa temperatura/alta frequenza e h il comportamento ad alta temperatura/bassa frequenza, mentre  $\tau$  è una funzione della temperatura di prova T:

$$\tau(\mathbf{T}) = a(\mathbf{T})\tau_0$$

dove a(T) sono i fattori di spostamento funzione della temperatura, e  $\tau_0$  è il tempo caratteristico alla temperatura di riferimento.  $\tau$ , è un moltiplicatore di frequenza e, di conseguenza, influenza solo la posizione della curva maestra lungo gli assi di frequenza senza alcun effetto sulla sua forma. Aumentare il valore di  $\tau$  si traduce in uno spostamento della curva maestra del modulo di rigidezza verso sinistra. Questo indica una minore capacità di rilassamento del materiale. In generale, valori più elevati di  $\tau$  sono legati ad un maggiore invecchiamento del bitume e ad un più alto contenuto di RA, sia nelle miscele a caldo che in quelle a freddo (Godenzoni et al., 2017b; Graziani et al., 2020a; Mangiafico et al., 2013; Mangiafico et al., 2014).



Figura 22. Modello Huet-Sayegh

#### 2.2.2 Modello 2S2P1D

Olard & Di Benedetto (2003) hanno osservato che il modello HS non descrive correttamente il comportamento a basse frequenze (alte temperature) dei leganti. Pertanto, hanno proposto un aggiornamento del modello HS, aggiungendo un dashpot lineare, il modello 2S2P1D: 2 molle, 2 elementi parabolici, 1 dashpot (2 *springs*, 2 *parabolic*, 1 *dashpots*) (Figura 23).

Il modello 2S2P1D è un modello che racchiude i modelli fino ad ora descritti, proposto da Di Benedetto al fine di ottenere un modello unico che fosse valido sia per i leganti che per i conglomerati bituminosi. In questo modello è stato aggiunto uno smorzatore caratterizzato da una viscosità  $\eta$  in serie con i due elementi parabolici, così da ottenere una risposta migliore dei materiali bituminosi sollecitati a temperature elevate e a bassissima frequenza.



Figura 23. Modello 2S2P1D

Il modulo complesso nel modello 2S2P1D è descritto dall'espressione:

$$E^*(\omega) = E_e + \frac{E_g - E_e}{1 + \delta(j\omega\tau)^{-k} + (j\omega\tau)^{-h} + (j\omega\beta\tau)^{-1}}$$

dove  $\beta$  è un parametro adimensionale ed è influenzato principalmente dall'invecchiamento del legante:

$$\beta = \frac{\eta}{\tau(E_g - E_e)}$$

# 2.3 Modulo complesso delle miscele bituminose a freddo

Studi recenti hanno utilizzato protocolli sperimentali e modelli matematici originariamente sviluppati per le miscele a caldo per caratterizzare il comportamento LVE delle miscele a freddo.

La

Tabella 3 fornisce una panoramica dei risultati di una ricerca bibliografica degli ultimi nove anni, incentrata sulle misure di laboratorio del modulo complesso E<sup>\*</sup> con prove cicliche

Riferiment	Contenuto RAP	Agenti stabilizzanti riciclanti	Preparazione Campione	Stagionatura	T di prova	Frequenza di prova	Deformazione assiale	Modello reologico
Stimilli et al., 2013.	90%	4% Emulsione + 2% Cemento	Carote di campo e compattatore giratorio	1 a 6 mesi	0 - 40 °C	0.3 - 20 Hz	50 *10-6 m/m	4 parametri sigmoidali
Schwartz & Khosravifar , 2013	40% e 100%	2,8-2,2% Schiuma	Carote di campo e compattatore giratorio	4-6mesi (carote); 3 giorni a 40 °C (campioni GC)	5 - 35 °C	0.1 - 20 Hz	AASHTO T P62	4 parametri sigmoidali
Cardone et al., 2015b	50%	3% Emulsione +1-2% Cemento	Compattatore giratorio	28 giorni a 20°C	5 - 50 °C	0.1 - 20 Hz	15 *10-6 m/m	4 parametri sigmoidali
Godenzoni et al., 2017b	50% e 70%	3% schiuma + 2% Cemento	Compattatore a lastra	14 giorni a 40°C	-20 - 55 °С	0.03 - 10 Hz	30-50*10-6 m/m	HuetSaye gh
Gandi et al., 2017	50% e 100%	3% Emulsione + 1% Cemento	Compattatore giratorio	28 giorni a 38°C	-20 - 25°C	0.01 - 3 Hz	30-50*10-6 m/m	2S2P1D
Godenzoni et al., 2018	33%	3% Emulsione + 2% Cemento; 3% schiuma + 1.75% Cemento	Carote di campo	7anni	0- 50 °C	0.1 - 20 Hz	30*10-6 m/m	HuetSaye gh
Graziani et al., 2020a	33%	3% Emulsione + 2% Cemento; 3% schiuma + 1.75% Cemento	Carote di campo	7anni	0- 50 °C	0.1 - 20 Hz	30*10-6 m/m	Huet Sayegh HY
Graziani, et al., 2020b	94%	5% Emulsione + 1.5% Cemento	Compattatore giratorio	14 giorni a 25 °C e 14 giorni a 25 °C + giorni a 40 °C	0- 50 °C	0.1 - 20 Hz	30*10-6 m/m	Huet Sayegh HY

monoassiali eseguite su provini cilindrici di miscele a freddo. La ricerca considera miscele a freddo prodotte in laboratorio o ottenute da carotaggi in sito, contenenti quantità di aggregati RA tra il 30 e il 100%. Come legante principale sono stati considerati sia l'emulsione bituminosa che il bitume schiumato, con dosaggio di emulsione e di bitume schiumato che variavano
rispettivamente tra il 2 e il 6% e tra il 2 e il 3%. Il cemento è stato spesso utilizzato, sia come agente stabilizzante secondario/filler attivo, sia come co-legante. I periodi di maturazione considerati erano estremamente variabili, da pochi giorni a diversi anni. Anche la gamma di temperature studiate è ampia. La frequenza e le temperature adottate sono quelle normalmente utilizzate per testare le miscele bituminose a caldo. Principalmente sono stati considerati gli standard AASHTO (AASHTO TP 62, AASHTO TP 79, AASHTO T 342). Per quanto riguarda il livello di deformazione adottato spesso non era specificato dagli Autori. In questi casi esso era probabilmente  $100 \cdot 10^{-6}$  m/m (valore di riferimento da normativa). Altri autori hanno considerato che il limite di linearità delle miscele a freddo potrebbe essere inferiore a quello di quelle a caldo, e pertanto hanno utilizzato valori inferiori a 100  $\mu$ m/m. Le miscele a freddo testate comunque erano caratterizzate da un comportamento LVE simile a quello delle miscele a caldo, dove all'aumentare della temperatura (o al diminuire della frequenza) il modulo di rigidezza diminuiva e l'angolo di fase cresceva. In generale, i materiali a freddo sono risultati essere termoreologicamente semplici, e il TTSP risultava essere valido. In generale, a causa della presenza del legante cementizio, le miscele a freddo hanno comunque mostrato di essere caratterizzati da una ridotta termosensibilità rispetto alle miscele a caldo. Hanno inoltre mostrato una ridotta risposta viscosa (Cardone et al., 2015b; Graziani et al., 2020a; Lin et al., 2017; Stimilli et al., 2013), che si è tradotta in una minore riduzione del modulo di rigidezza alle alte temperature (basse frequenze). Inoltre, il contenuto più elevato dei vuoti rispetto alle tradizionali miscele a caldo ha comportato generalmente una riduzione della rigidezza e probabilmente, a causa della presenza dei legami cementizi, a valori di angolo di fase più bassi a tutte le temperature e frequenze rispetto alle miscele a freddo, (Ferrotti et al., 2020b; Graziani et al., 2020a; Stimilli et al., 2013). Il bitume schiumato ha causato miscele leggermente più rigide a temperature più elevate, mentre l'emulsione ha portato ad avere miscele leggermente più rigide alle temperature più basse (Schwartz & Khosravifar, 2013). Riguardo al periodo di maturazione, un suo aumento ha generalmente portato ad un aumento del modulo e ad una riduzione dell'angolo di fase (Graziani et al., 2020b; Stimilli et al., 2013). La risposta reologica dei materiali a freddo dipende fortemente dalla loro composizione in termini di dosaggio dei leganti bituminosi e cementizi, dal comportamento reologico del legante bituminoso e dal suo invecchiamento.

Il modulo complesso delle miscele a freddo può essere misurato e modellato utilizzando le stesse procedure sperimentali e gli stessi modelli reologici (Huet -Sayegh o il modello 2S2P1D), sviluppati per miscele a caldo. Tuttavia, anche se i modelli si adattano bene alla curva maestra del modulo di rigidezza, sono stati osservati alcuni problemi relativi alla modellazione dell'angolo di fase. In particolare, si è osservato che i modelli Huet-Sayegh e 2S2P1D tendono a sottostimare l'angolo di fase dei dati sperimentali e l'errore è abbastanza costante, indipendente dalla frequenza

(o temperatura) considerata. Graziani et al., 2020 hanno proposto di adottare un modello reologico modificato per superare questo problema considerando una parte isteretica.

Il modello, abbreviato HY, descrive E<sup>\*</sup> come:

$$E^*_{HY}(\omega) = E^*(\omega) \exp(j\varphi_o)$$

Dove:

- $E^*(\omega)$  rappresenta il modello reologico originale (Huet-Sayegh o 2S2P1D);
- $\exp(j\varphi_0)$  è un termine di correzione che aggiunge un angolo di fase costante  $\varphi_0$ . Il termine exp  $(j\varphi_0)$  risulta praticamente una rotazione nel piano complesso.

Dal punto di vista fisico, l'angolo isteretico  $\varphi_0$  descrive un fenomeno di dissipazione indipendente dal tempo (non viscoso) e dalla temperatura, che si presenta durante il carico ciclico (Ferrotti et al., 2020b). Il termine isteretico descrive generalmente meccanismi di dissipazione che possono essere attribuiti ai legami cementizi o a fenomeni di attrito interno (Ashmawy et al., 1995; Genta, 2009). Si riporta in Figura 24 il confronto tra i due modelli sul piano Cole-Cole e Black space.



Figura 24. Confronto tra il modello HY e HS.

# Tabella 3. Sintesi delle proprietà delle miscele a freddo e degli approcci di caratterizzazione termo-reologica basati su prove assiali cicliche su provini cilindrici.

Riferiment o	Contenuto RAP	Agenti stabilizzanti riciclanti	Preparazione Campione	Stagionatura	T di prova	Frequenza di prova	Deformazione assiale	Modello reologico
Stimilli et al., 2013.	90%	4% Emulsione + 2% Cemento	Carote di campo e compattatore giratorio	1 a 6 mesi	0 - 40 °C	0.3 - 20 Hz	50 *10-6 m/m	4 parametri sigmoidali
Schwartz & Khosravifar , 2013	40% e 100%	2,8-2,2% Schiuma	Carote di campo e compattatore giratorio	4-6mesi (carote); 3 giorni a 40 °C (campioni GC)	5 - 35 °C	0.1 - 20 Hz	AASHTO T P62	4 parametri sigmoidali
Cardone et al., 2015b	50%	3% Emulsione +1-2% Cemento	Compattatore giratorio	28 giorni a 20°C	5 - 50 °C	0.1 - 20 Hz	15 *10-6 m/m	4 parametri sigmoidali
Godenzoni et al., 2017b	50% e 70%	3% schiuma + 2% Cemento	Compattatore a lastra	14 giorni a 40°C	-20 - 55 °С	0.03 - 10 Hz	30-50*10-6 m/m	HuetSaye gh
Gandi et al., 2017	50% e 100%	3% Emulsione + 1% Cemento	Compattatore giratorio	28 giorni a 38°C	-20 - 25°C	0.01 - 3 Hz	30-50*10-6 m/m	2S2P1D
Godenzoni et al., 2018	33%	3% Emulsione + 2% Cemento; 3% schiuma + 1.75% Cemento	Carote di campo	7anni	0- 50 °C	0.1 - 20 Hz	30*10-6 m/m	HuetSaye gh
Graziani et al., 2020a	33%	3% Emulsione + 2% Cemento; 3% schiuma + 1.75% Cemento	Carote di campo	7anni	0- 50 °C	0.1 - 20 Hz	30*10-6 m/m	Huet Sayegh HY
Graziani, et al., 2020b	94%	5% Emulsione + 1.5% Cemento	Compattatore giratorio	14 giorni a 25 °C e 14 giorni a 25 °C + giorni a 40 °C	0- 50 °C	0.1 - 20 Hz	30*10-6 m/m	Huet Sayegh HY

Nel campo dei materiali bituminosi a freddo, che comprende chiaramente le miscele a freddo, le malte sono state considerate sia come sistemi modello per lo studio delle proprietà delle emulsioni bituminose e la loro interazione con i leganti cementizi o, in alternativa, per indagare le proprietà della miscela stessa (come descritto nel Capitolo 1). Quest'ultimo approccio è stato recentemente approfondito in termini di caratterizzazione LVE da Graziani et al, 2020. Nella prima parte dello studio sperimentale, a partire da una composizione della miscela a freddo fissata, sono testate diverse composizioni di malta ottenute rimuovendo la frazione di aggregato grossolano e modificando il contenuto di acqua e aria. Nella seconda parte dello studio, è stata selezionata una

composizione di malta che fosse rappresentativa della matrice legante della miscela (FAM) e studiato il suo comportamento in termini di maturazione monitorando l'evoluzione della rigidezza e della perdita d'acqua per evaporazione. Infine, è stato misurato il modulo complesso sia della miscela e che della malta selezionata a due diversi di maturazione. I risultati sono stati poi modellati applicando il modello reologico Huet-Sayegh-HY, descritto precedentemente. Gli autori hanno osservato che la miscela e la malta presentavano un comportamento LVE simile indipendentemente dal tempo di maturazione e che i due materiali potevano essere modellati utilizzando gli stessi parametri del modello viscosi. Ciò indica che la malta controllava la risposta reologica della miscela.

# 2.4 Effetti di non linearità

Diversi autori hanno sottolineato che il comportamento delle miscele bituminose può essere considerato come viscoelastico lineare (LVE) quando si considera una piccola ampiezza di deformazione, strain (o sforzo, stress). Il valore limite lineare per le miscele bituminose è indicato essere di circa 100  $\mu$ m/m, mentre per i leganti è stato trovato di alcuni ordini di grandezza più grande (Nguyen 2015). All'interno del dominio LVE, molte ricerche hanno confermato che il principio di sovrapposizione tempo- temperatura (TTSP) può essere applicato come una buona approssimazione per tutti i tipi di materiali bituminosi. Ciò significa che all'interno del dominio LVE, la relazione tra sforzo e deformazione dipende solo dalla temperatura e dal tempo di carico e non è influenzata dalla sollecitazione o dall'ampiezza della deformazione. Il comportamento può essere modellato usando la teoria viscoelastica lineare. Come per tutti i materiali, il comportamento dei materiali bituminosi diventa non lineare quando il livello di ampiezza della deformazione (strain) aumenta oltre il dominio lineare. Studi recenti hanno dimostrato che le miscele bituminose mostrano una variazione non trascurabile del loro modulo complesso anche al di sotto del loro presunto limite LVE (Nguyen et al. 2015). È importante sottolineare che la non linearità è intesa puramente come dipendenza del modulo complesso e dell'angolo di fase dalla deformazione considerata. La procedura più comune per indagare la non linearità è l'esecuzione di prove di spazzate di ampiezza (strain sweep), ovvero prove che prevedono l'applicazione di cicli di deformazione a diversi livelli di ampiezza.

Nguyen et al. 2015 hanno proposto di caratterizzare la nonlinearità delle miscele bituminose a caldo tramite la determinazione delle direzioni di non linearità. Le direzioni di non linearità permettono di determinare il valore assoluto del modulo complesso e l'angolo di fase a qualsiasi ampiezza di deformazione assiale per qualsiasi coppia di temperatura e frequenza

considerata (Figura 25). Gli autori hanno proposto la determinazione delle direzioni di nonlinearità sia nella rappresentazione dei risultati sperimentali nel diagramma di Black che nel piano Cole-Cole. Il fenomeno della non linearità può essere dunque studiato determinando:

- s<sub>E</sub> è la pendenza della non linearità per il valore assoluto modulo complesso;
- $p_{\phi}$  è la pendenza della non linearità per l'angolo di fase
- $E_0^*$  è il "vero" modulo complesso viscoelastico lineare alla frequenza e alla temperatura considerate, corrispondente al valore ottenuto per estrapolazione quando la deformazione ampiezza ( $\varepsilon_{01}$ ) tende a zero
- $p_E = s_E/|E_0^*|$  è la pendenza normalizzata della non linearità per la norma del modulo complesso



Figura 25. Variazione del modulo complesso e dell'angolo di fase in funzione dell'ampiezza di deformazione.

Un risultato interessante che si può osservare è la relazione lineare tra  $p_E$  e p $\phi$ . Questa caratteristica implica che nel Black space, quando aumenta l'ampiezza della deformazione, il modulo complesso in qualsiasi punto diminuisce seguendo una linea retta con una pendenza  $\lambda$ , come indicato nella Figura 26.



Figura 26. Direzione di non linearità nel Black Space

La direzione della diminuzione del modulo complesso in qualsiasi punto del diagramma Back è identica, ma l'ampiezza della diminuzione dipende dalla coppia temperatura-frequenza considerata.

Il risultato presentato nel Black space implica anche che nel diagramma di Cole-Cole, la direzione della diminuzione del modulo complesso può essere presentata da un angolo  $\alpha$  come tracciato in Figura 27.



Figura 27. Direzione di non linearità nel piano Cole-Cole

Dove l'angolo  $\alpha$  è definito come segue:

$$\alpha = -\tan\left[-\frac{p_{\varphi}}{p_{E}}(1+p_{E}\varepsilon_{0})\right]$$

Gli effetti della non linearità si possono, dunque, osservare: in termini di variazioni della norma e dell'angolo di fase in funzione dell'ampiezza della deformazione applicata e identificando le direzioni di non linearità nei diagrammi Black space e Cole-Cole.

# Capitolo 3

# Materiali e metodi

Nel seguente capitolo si illustreranno dapprima i materiali impiegati per la produzione delle malte bituminose a freddo e le loro caratteristiche fisiche, nonché la composizione delle malte. Verranno quindi descritte le procedure utilizzate per la preparazione dei campioni e per la loro caratterizzazione reologica.

# 3.1 Materiali utilizzati

Per il confezionamento delle malte a freddo sono stati utilizzati aggregati caratterizzati da diversa natura mineralogica, e tre tipologie di emulsione bituminosa. Tutte le malte presentavano tuttavia le medesime caratteristiche volumetriche. Sono stati inoltre utilizzati cemento e acqua. Nei successivi paragrafi verranno fornite le caratteristiche fisiche di ciascuno di essi.

## 3.1.1 Aggregati

In questa ricerca sono state selezionate due fonti di sabbia con diverse composizioni mineralogiche:

- la prima fonte è una sabbia di quarzo prodotta in Germania, appositamente selezionata come materiale di riferimento all'interno dell'ILT;
- la seconda fonte, una sabbia calcarea italiana, è stata utilizzata per la sua buona compatibilità con le emulsioni cationiche.

Le distribuzioni granulometriche delle sabbie sono state ottenute utilizzando la curva di riferimento mostrata nella Figura 28. Le due sabbie erano caratterizzate dagli stessi valori di densità apparente e assorbimento d'acqua (EN 1096-6), rispettivamente 2650 kg/m<sup>3</sup> e 1,0%. La frazione di sabbia comprende le particelle di aggregato fine da 0,063 a 2 mm, che sono considerate in condizioni di superficie satura asciutta (SSA).

I filler erano entrambi di tipo calcareo e provengono da due fonti indipendenti, ovvero dalla Germania (filler di riferimento adottato nell'ILT) e dall'Italia. Entrambi i filler hanno la

dimensione massima delle particelle di 0,063 mm, mentre sono caratterizzati da due densità diverse, una massa volumica di 2689 kg/m<sup>3</sup> per quello tedesco e 2728 kg/m<sup>3</sup> per il filler italiano.



Figura 28. Distribuzione delle dimensioni delle particelle di riferimento della sabbia.

## 3.1.2 Emulsione bituminosa

Per l'emulsione bituminosa sono stati valutati tre tipi di emulsioni commerciali di bitume fornite da Valli Zabban S.p.A. (Tabella 4).

L'emulsione A, della classe C65BP4 (EN 13808), è l'emulsione di riferimento adottata nell'ILT. È un'emulsione cationica a media velocità di rottura con il 65% di bitume residuo e l'aggiunta di lattice SBS. L'emulsione è stata appositamente progettata per applicazioni di *microsurfacing*.

Le emulsioni B e C sono emulsioni cationiche, sovrastabilizzate appositamente progettate per applicazioni di riciclaggio a freddo, con il 60% di bitume residuo. L'emulsione B, della classe C60B10 (EN 13808), è stata ottenuta utilizzando bitume vergine, mentre l'Emulsione C, designata C60BP10 (EN 13808) è stata ottenuta utilizzando bitume vergine con l'aggiunta di lattice SBS.

Dronviotà	Standard	Val	lori nominali		
Порпета	Stanuaru	Α	В	С	
Emulsione					
Contenuto di bitume residuo (%)	EN 1428	65	60	60	
Viscosità a 40 °C /tempo di efflusso a 40 °C	EN 12846-1	5/70	15/70	15/70	
Comportamento di rottura (con filler minerale) (%)	)EN13075-1	110–195			
Stabilità di miscelazione con cemento (%)	EN 12848		< 2	< 2	
Legante residuo					
Penetrazione a 25 °C (mm/10)	EN 1426	100	100	100	
Punto di rammollimento (°C)	EN 1427	55	43	55	

# Tabella 4. Proprietà generali delle emulsioni di bitume e dei leganti residui (come dichiarato dal produttore).

## 3.1.3 Cemento

Il cemento utilizzato era di tipo Portland classificato CEM I 42.5 N (EN 197-1) fornito da HeidelbergCement, la cui densità è di 3125 kg/m<sup>3.</sup>

## 3.1.4 Acqua

La quantità totale di acqua nella malta includeva l'acqua dell'emulsione e l'acqua di aggiunta, corrispondente all'assorbimento della sabbia.

#### 3.1.5 Composizione delle malte bituminose

Per l'ILT, la composizione di riferimento è stata identificata dalle seguenti quattro condizioni aggiuntive:

- (A) La frazione di volume dei vuoti d'aria è stata fissata a:  $\phi_v = 0.05$
- (B) Il rapporto mastice-malta è stato fissato a:  $\frac{\phi_{mastic}}{\phi_{malta}} = \frac{1}{3}$ ;
- (C) Il rapporto bitume-fine (filler più cemento) è stato fissato a:  $\frac{\phi_b}{\phi_c + \phi_f} = 3;$
- (D) Il rapporto cemento-filler è stato impostato su:  $\frac{\phi_c}{\phi_f} = \frac{1}{3}$ .

Lo scopo della condizione A è quello di ridurre il più possibile il contenuto d'aria dei campioni, per aumentarne la resistenza anche in tempi di stagionatura brevi. L'obiettivo della condizione B è di ottenere una malta con una composizione simile alla matrice di aggregati fini (fine aggregate matrix, FAM) di una miscela CBE realistica, mentre l'obiettivo delle condizioni C e D è di ottenere un mastice con un comportamento dominato dal bitume, perché l'ILT è focalizzato sullo studio delle proprietà delle emulsioni bituminose.

Come calcolato in riferimento alle condizioni da A a D di cui sopra, le composizioni volumetriche target delle quattro malte testate in questa ricerca sono riassunte nella Tabella 5. Questa tabella elenca anche le frazioni di volume e gravimetriche utilizzate per il dosaggio dei costituenti di base.

La malta 1 è stata preparata utilizzando i costituenti di riferimento adottati all'interno dell'ILT emulsione A, sabbia di quarzo e filler di calcare dalla Germania. La malta 2 ha gli stessi costituenti tranne per l'emulsione, che in questo caso è la B. La malta 3 è stata preparata utilizzando l'emulsione B, la sabbia calcarea e il filler dall'Italia. La malta 4 aveva gli stessi costituenti della malta 3, tranne per il fatto che è stata utilizzata l'emulsione C. Lo stesso cemento è stato utilizzato per tutte le malte, (Figura 29):

	Frazione v	olumetrica (%)	Frazione	di massa (%)
Costituenti	Malta	Malta	Malta	Malta
	1	1 2, 3, 4		2, 3, 4
Vuoti d'aria	5.00	5.00		
Sabbia (secca)	61.70	61.70	78.94	79.20
Assorbimento d'acqua	1.60	1.60	0.79	0.79
Filler	4.20	3.90	5.37	5.04
Cemento	1.40	1.30	2.11	1.97
Emulsione				
bituminosa+	16.8+9.3	15.7+10.7	12.79	13.00
acqua				
Totale	100	100	100	100

Tabella 5. Composizione volumetrica e gravimetrica target delle malte.



Figura 29. Diagramma dei costituenti delle malte.

# 3.2 Preparazione dei campioni

La procedura di miscelazione è stata organizzata in due parti seguendo la procedura proposta all'interno dell'ILT come mostrato nella Figura 30. L'acqua di aggiunta è stata miscelata con l'aggregato fine asciutto (sabbia e filler) nella prima fase di miscelazione, e tale aggregato bagnato è stato sigillato in un sacchetto di plastica per almeno 12 ore per raggiungere le condizioni di SSA. Nella seconda fase, il cemento e l'emulsione bituminosa sono stati aggiunti in due fasi e mescolati utilizzando un mixer meccanico alternato a fasi di mescolazione manuale. Prima della compattazione, la malta è stata conservata in un sacchetto di plastica sigillato per circa 20 minuti. Una pressa giratoria è stata utilizzata per produrre i campioni applicando una pressione verticale costante di 600 kPa, una velocità di rotazione di 30 giri al minuto, un angolo di inclinazione di 1,25° e fustelle con un diametro di 100 mm. Per ogni campione, la quantità di materiale sciolto gettato nella fustella è stata pesata per ottenere le composizioni volumetriche target con un'altezza del campione di 130 mm. L'aspetto dei quattro campioni di malta in seguito alle operazioni di carotaggio è mostrato nella Figura 31.

I campioni di malta sono stati poi stagionati per almeno 90 giorni (due campioni per tipologia di malta, tranne per la malta 4) in una camera ambientale alla temperatura di  $(22\pm3)$  °C e umidità relativa del  $(70\pm5)$  % in condizioni di libera evaporazione.

Sand, dry Filler	Abs. water									
m <sub>s,d</sub> m <sub>f</sub>	$m_{w,ab}'$									
mixing (1 min)	j,									
$rac{l}{l}$ $m_{FA,SSD}'$ mixing (1 min) and storing in sealed condition (min 12 h)										
Fine aggregate, SSD	Cement	Bit. emulsion								
m <sub>FA,SSD</sub> "	<i>m</i> ,"	<i>m</i> <sub>BE</sub> "								
mixing (3 min)										
$m_{mort}$ " mixing (2 × 3 min) and st	oring in sealed con	ditions (15 min)								
Mortar	Ext. content									
m <sub>mort</sub> extruding	$\int m_{\rm ext}$									
$m_{\rm spec}(t=0)$ extruding	-									
Specimen										

Figura 30. Procedura per la preparazione dei campioni.

Una volta terminato il periodo di stagionatura, tramite l'ausilio di un carotiere cilindrico riportato in Figura 32, è stato necessario operare sulla geometria dei campioni per renderli compatibili con la metodologia di prova.

Prima dell'esecuzione delle prove è stato registrato il peso dei campioni e ne sono stati rilevati i parametri geometrici, effettuando una media di tre misurazioni sul diametro e sull'altezza. Le grandezze misurate sono riportate in Tabella 6.

Successivamente i provini sono stati sottoposti al livellamento di entrambe le due facce, attraverso l'utilizzo di una colla cementizia bicomponente (Figura 33) al fine di garantire per ciascuno di essi un perfetto piano di appoggio orizzontale sia superiormente che inferiormente.

Specimen Code	d (mm)	h (mm)	h' (mm)	Peso (g)
Malta1_S1	74.1	134.1	135.1	1136.7
Malta1_S2	73.1	133.1	135.1	1136.7
Malta2_S1	74.1	134.1	131.2	1131.8
Malta2_S2	74.1	134.1	135.1	1141.5
Malta3_S1	74.2	134.1	135.7	1135.7
Malta3_S2	74.2	134.1	135.2	1132.1
Malta4_S1	74.1	134.1	135.1	1149.1

Tabella 6. Geometria dei provini.



Figura 31. Aspetto provini per le quattro composizioni di malta.



Figura 32. Carotaggio provini.



Figura 33. Livellamento delle facce del provino.

L'ultima operazione di preparazione dei provini è l'installazione dei trasduttori. Viene realizzata tramite l'incollaggio di due riscontri distanziati di 70 mm, per ognuna delle tre verticali a 120° su cui si andrà a leggere la deformazione durante la prova, con apposita attrezzatura e colla bicomponente (Figura 34).



Figura 34. Provino sulla piattaforma di incollaggio.

Il macchinario, attivato da un apparato pneumatico, procede all'installazione dei riscontri: si attende un tempo di circa 30 minuti per la solidificazione della colla (

Figura 35).



Figura 35. Incollaggio dei riscontri.

# 3.3 Metodi

Si illustrano i metodi adottati per la caratterizzazione del filler e per la caratterizzazione volumetrica delle malte. Infine, le procedure applicate per l'esecuzione delle prove di modulo complesso e prove di linearità.

# 3.3.1 Caratterizzazione del filler

Nei successivi paragrafi vengono descritte le operazioni eseguite per la caratterizzazione fisica dei due filler, (Figura 36), impiegati per il confezionamento delle malte.



Figura 36. Filler calcareo tedesco e italiano.

#### Massa volumica del filler

La massa volumica del filler è stata misurata seguendo la procedura descritta dalla norma EN 1097-7. Il metodo del picnometro è una procedura ben nota per determinare il volume di campioni di forma irregolare, ad esempio, aggregati. Quando la massa del campione è nota, la densità può essere calcolata.

Il principio si basa sulla sostituzione di una certa quantità di liquido di densità nota con la porzione di prova. Per entrambi i due materiali sono stati preparati due provini separati, usando quattro picnometri calibrati (Figura 37) e l'acqua come liquido di densità nota.

Per ciascuno dei provini si procede come segue:

- si registra il peso del picnometro pulito e asciutto con tappo (mo) (Figura 38 a);
- successivamente si riempie con (10 ± 1) g di filler prelevato dalla porzione di prova e pesato di nuovo (m1), (Figura 38 b);
- si aggiunge l'acqua sufficiente per immergere completamente il provino. Questa fase viene condotta con molta attenzione lasciando percolare il filler, (Figura 38 c);
- la rimozione dei vuoti d'aria viene eseguita portando a bollore il picnometro con l'utilizzo di un fornetto elettrico, (Figura 38 d), poi lo si lascia raffreddare per almeno 12 ore;
- si riempie il picnometro con acqua fino a livello, e lo si inserisce nel bagno d'acqua a (25 ± 0,1) °C senza tappo o in modo che la parte superiore sporga da 2 a 3 mm sopra il livello dell'acqua nel bagno, (Figura 38 e); Dopo 60 minuti, si reinserisce il tappo nel picnometro facendo uscire una quantità di acqua capillare;
- si rimuove il picnometro dal bagno d'acqua, asciugando la parte superiore dall'acqua capillare e si procede a raffreddarlo rapidamente in acqua fredda corrente;

- viene registrato l'ultimo peso del picnometro, riempito con il filler e il liquido (m2), (Figura 38 f);
- Infine, per determinare il volume V del picnometro, si rimuove il contenuto dal picnometro e lo si riempie interamente di acqua a 25°C. Una volta sigillato viene registrato il suo peso e determinato il volume attraverso la definizione di densità.



Figura 37. Picnometri.





b)







d)



**e**)



Figura 38. a) peso m<sub>0</sub>; b) peso m<sub>1</sub>; c) immersione provino; d) ebollizione picnometro; e) picnometro nel bagno termostatico; d) riempimento d'acqua a livello; f) peso m<sub>2</sub>.

La densità del filler è stata determinata tramite la seguente relazione:

$$p_{f=\frac{m1-m0}{V-\frac{m2-m1}{p_l}}}$$

- m<sub>0</sub> è la massa del picnometro vuoto con tappo, in grammi;
- m<sub>1</sub> è la massa del picnometro con la porzione test di filler, in grammi;

- m<sub>2</sub> è la massa del picnometro con la porzione test di filler;
- V è il volume del picnometro, in millilitri;
- ρ<sub>1</sub> è la densità del liquido (acqua) a 25 °C, in Mg/m<sup>3</sup> per metro cubo;
- $\rho_f$  è la densità delle particelle del filler a 25 °C, in Mg/m<sup>3</sup>

La densità delle particelle del filler è stata calcolata come media delle due determinazioni, per ciascuno dei due materiali. I risultati sono riportati nella Tabella 7:

ITA	mo	m1	m2	m3	V	ρι	ρf	media
	[g]	[g]	[g]	[g]	[ml]	[Mg/m <sup>3</sup> ]	[Mg/m <sup>3</sup> ]	[Mg/m <sup>3</sup> ]
PIC_1	33,453	43,125	71,098	64,972	31,612	0,997	2,720	2 720
PIC_2	33,749	43,049	72,519	66,607	32,955	0,997	2,737	2,720

Tabella 7. Densità media del filler italiano

	GER	mo	m1	m2	m3	V	ρι	ρf	media
GER	[g]	[g]	[g]	[g]	[ml]	[Mg/m <sup>3</sup> ]	[Mg/m <sup>3</sup> ]	[Mg/m <sup>3</sup> ]	
	PIC_3	34,480	43,621	72,988	67,195	32,811	0,997	2,722	2 6 9 0
	GER PIC_3 PIC_4	25,509	35,247	89,213	83,132	57,792	0,997	2,655	2,009

Tabella 8. Densità media del filler tedesco

## Porosità del filler secco

Per la determinazione della porosità inter-granulare del filler secco è stata applicata la procedura esposta dalla norma UNI EN 1097-4, che vede servirsi di un apparecchio Rigden così composto (Figura 39):

- un blocco di caduta, che comprende un cilindro metallico cavo, con fondo orizzontale, diametro interno pari a  $(25 \pm 1)$  mm e altezza pari a  $(65 \pm 5)$  mm;
- un pistone metallico, con un foro lungo l'asse longitudinale di diametro pari a  $(1.6 \pm 0.1)$  mm e altezza pari a 10 mm, tale da scorrere all'interno del cilindro metallico cavo;

• una piastra di base metallica rettangolare, di dimensioni minime 150 mm x 140 mm, su cui sono fissate 2 barre verticali metalliche che guidano la caduta del blocco sulla piastra stessa. La massima altezza di caduta è determinata dalla presenza di una vite di arresto in prossimità dell'estremità superiore delle barre.



Figura 39. Apparecchio Rigden con carta filtro.

Il test si esegue pesando inizialmente l'apparato Rigden, privo di pistone, e la carta filtro, registrandone il valore m<sub>0</sub>, (Figura 40 a); si inseriscono quindi 10 g di materiale all'interno del cilindro cavo e vi si posiziona sopra la carta filtro e il pistone, compattando leggermente il materiale, (Figura 40 b). A questo punto si imprimono 100 colpi, a intervalli di 1 secondo, sollevando il blocco all'altezza di caduta lungo le barre guida verticali e lasciandolo cadere liberamente (Figura 40 c). Si legge quindi, con l'ausilio di un calibro (Figura 40 d) l'altezza del filler compattato, e se ne registra il valore h. Successivamente si procede con la rimozione del pistone, facendo attenzione a non compromettere l'integrità del filler compattato, e si pesa nuovamente l'apparato, comprensivo di carta filtro, registrandone il valore m1, (Figura 40 e).



a)

b)





Figura 40. a) Peso m<sub>0</sub>; b) inserimento materiale più filtro; c) realizzazione dei colpi; d) lettura altezza tramite calibro; e) Peso m<sub>1</sub>.

Per differenza è possibile poi determinare la massa del filler secco compattato m<sub>2</sub>:

$$m_2 = m_1 - m_0$$

La porosità del filler è stata invece determinata tramite la seguente relazione:

$$\nu = \left(1 - \frac{4 \cdot 10^3 \cdot m_2}{\pi \cdot \alpha^2 \cdot \rho_f \cdot h}\right) \cdot 100$$

Dove:

- v: vuoti presenti all'interno del filler secco compattato (%);
- m<sub>2</sub>: massa del filler compattato (g);
- α: diametro interno del cilindro cavo metallico (mm), nel caso specifico è stato considerato α = 25.4 mm;
- ρ<sub>f</sub>: densità del filler (Mg/m3);
- h: altezza del filler compattato (mm).

I risultati ottenuti per entrambi i filler sono riportati in Tabella 9 e Tabella 10.

Campione	<b>m</b> 0	<b>m</b> 1	<b>m</b> 2	<b>h</b> 1	ho	h	ρf	v	media
ITA	[g]	[g]	[g]	[mm]	[mm]	[mm]	[Mg/m <sup>3</sup> ]	[%]	[%]
1	3087.2	3096.4	9.2	23.75	14.2	9.55	2.728	30.315	
2	3087.2	3096.8	9.6	23.75	14.2	9.55	2.728	27.285	29.02
3	3087.2	3097.1	9.9	24.35	14.2	10.15	2.728	29.445	

Tabella 9. Porosità media filler italiano.

Tabella 10. Porosità media del filler tedesco.

Campione	<b>m</b> 0	<b>m</b> 1	<b>m</b> 2	h1	ho	h	ρf	V	media
GER	[g]	[g]	[g]	[mm]	[mm]	[mm]	[Mg/m <sup>3</sup> ]	[%]	[%]
1	3087.2	3096.6	9.4	25.1	14.2	10.9	2.689	36.699	
2	3087.2	3097	9.8	25.95	14.2	11.75	2.689	38.780	37.67
3	3087.2	3097.1	10	25.95	14.2	11.75	2.689	37.350	

### 3.3.2 Caratterizzazione volumetrica delle malte

Nei successivi paragrafi vengono descritte le procedure eseguite per la caratterizzazione volumetrica dei provini di malta. Sono state determinati i vuoti a partire dalle masse volumetriche, apparente e massima.

### <u>Vuoti</u>

La norma di riferimento che tratta la determinazione delle caratteristiche dei vuoti di provini bituminosi è la UNI EN 12697-8, procedura C. Il calcolo della percentuale dei vuoti di un conglomerato bituminoso si esegue con seguente formula:

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

dove:

- V<sub>m</sub>= indice dei vuoti espresso in percentuale;
- *ρ*<sub>m</sub>= massa volumica massima;
- ρ<sub>b</sub>= massa volumica apparente del provino in questione.

#### Massa volumica apparente

Per la determinazione della massa volumica apparente (*Bulk Density*)  $\rho_{b,dim}$  la norma di riferimento è la UNI EN 12697-6. Tra i vari metodi citati, è stata utlizzata la procedura D "massa volumica apparente geometrica". Determinata la massa del provino secco  $m_l$  e le due dimensioni in millimetri, si utilizza la seguente relazione:

$$\rho_{b,dim} = \frac{m_1}{\frac{\pi}{4} * h * d^2} * 10^6$$

dove:

- h= altezza del provino;
- d= diametro del provino.

## Massa volumica massima

Per la determinazione della massa volumica massima, "(*Max Density*)  $\rho_{max}$  di una miscela bituminosa, i vari metodi di prova sono specificati dalla normativa tecnica europea UNI EN 12697-5.

La norma propone tre metodi, tra questi è stata utilizzata la procedura C nota come "Metodo Matematico", dove la massa volumica massima di una miscela bituminosa è calcolata a partire dalla sua composizione (contenuto di legante e contenuto di aggregati) a dalle masse volumiche dei materiali di cui è composto il conglomerato bituminoso. È un metodo semplice da utilizzare nel caso in cui sia nota la composizione della miscela, la percentuale dell'aggregato, la percentuale del legante, e le densità dell'aggregato e del legante. Nel caso in esame si ricade bene nell'utilizzo di questo metodo, visto che molte delle variabili sopracitate risultano essere fissate.

Per calcolare la massa volumica massima del conglomerato bituminoso si può impiegare la seguente formula:

$$\rho_{max} = \frac{100}{\frac{p_a}{\rho_a} + \frac{p_b}{\rho_b}}$$

dove:

- p<sub>a</sub>= percentuale dell'aggregato rispetto alla miscela (aggregato+bitume);
- $\rho_a$ = densità dell'aggregato;
- p<sub>b</sub>= percentuale di bitume rispetto alla miscela (aggregato+bitume);
- $\rho_b$ = densità del bitume

Si riportano in Tabella 11. Caratterizzazione volumetrica delle malte i risultati relativi alla caratterizzazione volumetrica dei provini di malta.

Spacimon Code	Vuoti [%]	Massa volumica apparente [kg/m³]	Massa volumica massima [kg/m³]		
Specifien Code	UNI EN 12697-8	UNI EN 12697-6	UNI EN 12697-5		
	procedura C procedura D		procedura C		
Malta1_S1	9.441	1.967	2.173		
Malta1_S2	6.289	2.03	2.173		
Malta2_S1	9.911	1.957	2.173		
Malta2_S2	9.058	1.976	2.173		
Malta3_S1	9.839	1.959	2.173		
Malta3_S2	10.154	1.952	2.173		
Malta4_S1	8.453	1.989	2.173		

#### Tabella 11. Caratterizzazione volumetrica delle malte.

### 3.3.3 Misurazione del modulo complesso

Con l'obiettivo di valutare quali siano gli effetti che le diverse tipologie di emulsione bituminosa e aggregati producono sul comportamento meccanico delle malte, e la loro dipendenza da temperatura e frequenza sono stati realizzate prove di modulo complesso.

I provini sono stati sottoposti a prove di compressione monoassiale, con ampiezza dell'onda sinusoidale di 30  $\mu$ e alle temperature di 5, 15, 25 ,35 ,45, 55 °C, mentre per le prove di linearità le caratteristiche del test sono descritte di seguito. La prova alla temperatura di 25 °C è stata eseguita altre due volte, un prima volta prima del test a 5 °C ed una terza volta dopo il test a 55 °C.

Ad ogni temperatura, raggiunta tramite condizionamento di circa 3 ore, sono state realizzate le prove alle frequenze di 10, 5, 1, 0.5, 0.1, Hz, tramite una cosiddetta "spazzata di frequenze" (*frequency sweep*).

#### **Strumentazione AMPT Pro**

La strumentazione utilizzata nel presente studio sperimentale è AMPT Pro - Asphalt Mixture Performance Tester (Figura 41. Strumentazione AMPT PROFigura 41).



Figura 41. Strumentazione AMPT PRO.

L'apparecchiatura AMPT Pro costituisce una strumentazione integrata composta, da un punto di vista meccanico, da un impianto di condizionamento a controllo digitale e da un motore a funzionamento idraulico in controllo della piastra di carico, gestito direttamente tramite il software di prova. La camera in cui avviene il test del provino, camera il cui sollevamento è anch'esso gestito tramite software, è una cella triassiale climatizzata: la presenza di bocchette d'aria consentono una rapida rimozione del calore favorendo l'efficienza energetica ed una buona performance nel raffreddamento.

Come mostrato in Figura 42, il provino viene strumentato attraverso l'uso di tre trasduttori (nero, verde, blu) distanziati a 120°, centrati rispetto all'altezza, atti a fornire al software la quantificazione della deformazione subita dal provino durante la compressione assiale. Vengono installati sul provino con l'ausilio degli x-man, direttamente collegati ai riscontri precedentemente incollati.



Figura 42. a) Montaggio del provino nella cella climatica; b) Xman.

L'AMPT Pro è collegata tramite cavo di rete ad un notebook, in cui sono installati i software di controllo: nella sperimentazione oggetto di questa tesi è stato utilizzato "UTS6".

Nella prima schermata "*General*", come mostrato in Figura 43. Schermata "General"è possibile inserire i seguenti dati:

- *Project name*
- *Operator name*
- Comments
- Data file

• Template: modello in uso riferito al range di temperature (rigidezze) adottato

Queste informazioni verranno inserite nei file di output della prova. In alto, i pulsanti "*Raise*" e "*Lower*" consentono di elevare o abbassare la cella.

UTS006 2.23 SPT Dynamic Modu	us Test	i X
File Run Options View Help		
🚇 • 🖉 🚔 🛃	🔯 🖸 New 💆 Levels 📓 Start 🖉 Stop 🔺 Raise 🔶 Lower	
General Setup	and Control Test Data Tuning Chart	
Project name		
Operator name		
Comments Default Template Calibration files ar Turing may be ac Select Desired Fir If changed save t	(m 415 de judgebab in the AMPT PRIO di Channel Belescharse tet. Judindi for optimal exuela: suprimons o a now name.	
Data Ba		
Tamplata Ba CNPColobal LITS	SIDE Durswin Med & Standard MMDT RED Generation Article # 14 Med Med # 4 EPDIC	
	UTS006.2.23 SPT Dynamic Modulus Test	1
Measured C Centered		
C Normalized	ENTER TEST INFORMATION	
🔽 — Axial Stress		
🔽 — Confining Stress	Text information check list	Ģ
🔽 — Strain #1	Trujech name Ar Specuren doalecte Operator name Specuren height	o-stra
🔽 — Strain #2	Comments I arget test temperature	0 jij
🔽 — Strain #3	Specimen identification Specimen conditioning time Sections conditioning time Sections	Lain (
	- Neol	55
	TO INSERT THE SPECIMEN PRESS THE FAMSE BUTTON	
Left (kPa) 0		
Right (micro-strain) 0		
Bottom (sec) 0	Time (sec)	
11 2 0 + + <u>x</u>	V C V NEW TEST A1: (0) Actuator displacement A2: (0) Confining stress	

Figura 43. Schermata "General".

Nella seconda schermata, "*Setup and Control*", mostrata in Figura 44, vengono inseriti i parametri relativi alla prova di compressione sinusoidale che si vuole effettuare:

- *Frequencies*: il software consente di selezionare le frequenze di prova desiderate, sia ad una singola frequenza, che a gruppi di frequenze.
- Specimen information: nello spazio "Identification" viene inserito il nome del provino.
- *Conditioning time*, e *Properties/Comments*: informazioni che verranno legate agli output di prova.
- *Dimensions*: in queste caselle si inseriscono i dati relativi al diametro (mm) e all'altezza (mm) del campione sperimentato, per consentire al software di elaborare correttamente la pressione applicata:  $pressione = \frac{forza}{area}$ . In caso di letture multiple delle dimensioni geometriche è possibile inserire fino a 6 diverse letture, delle quali il software provvederà ad eseguire la media.
- *Target test temperature*: la temperatura obiettivo di prova.
- *Target confining stress*: la cella di prova è in grado di instaurare un regime di pressione radiale grazie all'insufflazione di aria dalle bocchette interne alla cella. Per quanto riguarda la sperimentazione effettuata non è stata adottata pressione di confinamento.
- *Initial modulus*: questo parametro consente all'operatore di tarare lo stato di sollecitazione che andrà ad utilizzare l'apparecchiatura all'applicazione della prima onda sinusoidale, per impedire che una sollecitazione eccessiva vada ad impegnare il provino: durante la sperimentazione si è utilizzata come buona norma quella di impostare il modulo iniziale

ad un valore inferiore a quello generalmente atteso alla frequenza e temperatura di ogni singola prova.

- *Axial gauge length* (mm): la distanza alla quale sono applicati i riscontri sul provino, che individua la lunghezza a riposo del trasduttore. Nella sperimentazione è di 70 mm.
- *Average dynamic strain range*: indica il range all'interno del quale ricade il livello deformativo desiderato.
- *Contact stress (% of dynamic stress)*: la pressione minima applicata sulla piastra di carico per garantire il contatto con il provino.

💶 UTS006 2.23 SP	T Dynamic Moduli	us Test		-								- 0 ×
File Run Option	ns View Help											
<b>@</b> - <b>@</b>	è 🛃	🖄 🕒 New 🖺 Levels	🚺 Start 🖉 Stop	<b>A</b> B	aise 🛛 🔶 L	ower						
General	Setup -	and Control Test Data	Tuning	Chart	1							
T 25 Hz	Specimen informi Identifi	ation Mortar4_S1-56_allF		Dimensions	Point 1 Point :	Point 3	Point 4 Poin	t 5 Point 6	Average	Std Dev.		
□ 20 Hz	Conditionin	ig time		Diameter (mm)	74.0 74.1	74.0			74.1	0.029		
10 Hz	Properties/Com	ments		leight (mm)	135.1 135.1	135.1			135.1	0.029		
IV 5 Hz □ 2 Hz						C	Cross-section:	al area (mm²)	4308.6			
2 Hz     Si units     US customsy units       1 Hz     0 SHz     Target text temperature (C) 5       1 G Hz     Target confining abses (kPa)     Target confining abses (kPa)       0 SHz     Target confining abses (kPa)     Target confining abses (kPa)       0 SHz     Axial gauge tergth (min)     70       0 SHz     Axial gauge tergth (min)     70				Use NCHRI Average d Contact stre	P 9-29 default va dynamic strain ran ess (% of dynamic	ues ge from 25 stress) 5	to	35 mic	ro-strain			
Avail Stress Confining St C	Measured Centered Normaized	UTS006223 SPT Dynamic Modulus Test Current ENTER TEST INFORMATION Test infomation check ist Project name Coments Comments Science confiscing time Section confiscing time Net To INSERT THE SPECIMEN PRES OR PRESS THE START BUT TON	Specimen danieler Specimen height Taget cottenpedure Taget cotting dess Langt cotting dess Langt Cotting dess S The RAISE BUTTON TO BEGIN TEST			Tim	0 e (sec)					Steri (nkto-stain)
1P _ 🗶 🛧 🕈	0 0 TI	📽 'c 🛛 👑 NEW TEST 🛛 🗛	: [0] Actuator displacements N: Actuator displacements	nt A2: [0] Con	nfining stress							

Figura 44. Schermata "Setup and Control".

Una volta definite tutte le grandezze inerenti alla prova, si può passare al controllo del motore idraulico che gestisce la testa di carico, tramite un telecomando virtuale (Figura 45) si gestiscono indipendentemente l'alimentazione fornita "*Hydraulic power supply*" secondo due livelli ("*medium*" ed "*high*"), e la pressione nei pistoni, "*Hydraulic service manifold*", anche questa con due livelli ("*medium*" ed "*high*"). Una accensione corretta della macchina prevede prima l'attivazione dell'alimentazione e poi la messa in pressione dei pistoni. Terza funzionalità è "*Axis jog control*" con la quale si può determinare manualmente l'innalzamento o l'abbassamento del pistone su cui è montato il provino.



Figura 45. "Virtual Pendant".

L'installazione corretta dei trasduttori viene valutata nella schermata "Levels", riportata in Figura 46. Su questa finestra si leggono i parametri di prova che il macchinario rileva in seguito al montaggio del provino:

- Actuator dispacementent (mm): posizione dell'attuatore;
- Axial force (kN): valore forza assiale;
- *Confining stress* (kPa): pressione di confinamento applicata, che nel caso studio viene prevista nulla;
- *Temperature* (°C): la temperatura interna della cella triassiale climatizzata;
- Axial LVD T (#1, #2, #3) (mm): deformazione applicata ai tre trasduttori.

Durante la fase iniziale di montaggio del provino, nella camera climatica, si mira a garantire il suo corretto centraggio. Questa operazione prevede di realizzare dei movimenti controllati sulla posizione del provino, con l'obiettivo di raggiungere uno stato tensionale uniforme sui tre trasduttori. Affinché essi non risultino essere né troppo compressi e né troppo tesi, bisogna verificare che la deformazione in *Axial LVD T*, per ciascuno, sia prossima allo zero.



Figura 46. Schermata "Levels"

L'ultima schermata illustrata è quella in Figura 47. È possibile monitorare l'evoluzione dello stato di sollecitazione e deformazione in presa diretta durante l'esecuzione del test, tramite il grafico time-stress; al termine della prova vengono illustrati i risultati.



Figura 47. Schermata "Test Data" .

Al completamento della prova è possibile, oltre a salvare il file nativo del software in formato "D006" e esportare i risultati in formato ".CSV" (Comma-Separated Values): vengono creati un file sommario "\_Sum" contenente informazioni generali, ed un file relativo alla singola frequenza di prova contenente, oltre ai risultati appena illustrati, i seguenti valori, relativi a 50 punti per onda, per le 10 onde di prova.

#### 3.3.4 Costruzione delle master curve

Le curve maestre (master curves) di  $E0(\omega)$  o  $\varphi(\omega)$  che descrivono la risposta LVE del materiale ad una temperatura di riferimento Tref in funzione della frequenza, possono quindi essere costruite applicando il TTSP, come descritto precedentemente. I dati misurati ad ogni temperatura T sono traslati orizzontalmente e allineati a quelli ottenuti a Tref, con l'applicazione del fattore di traslazione aTref(T), necessario per sovrapporre i dati misurati a  $T \in Tref$ . I fattori di traslazione aTref(T) sono comunemente determinati manualmente spostando i segmenti della funzione di risposta lungo la scala temporale logaritmica. La determinazione di aTref(T) diventa così puramente soggettiva e dipende molto dall'esperienza dell'operatore. Una procedura matematica alternativa è stata proposta per rimuovere l'ambiguità relativa alla procedura di traslazione: l'algoritmo di spostamento in forma chiusa (Closed-Form Shifting, CFS). Il CFS consiste nel determinare il fattore di traslazione tale da minimizzazione dell'area di sovrapposizione tra due curve isoterme successive (Gergesova et al., 2011) Il metodo CFS consente dunque la costruzione delle curve maestre tramite la determinazione dei fattori di traslazione a partire da considerazioni geometriche (Figura 48). I fattori di traslazione considerati sono in scala logaritmica, poiché è solito lavorare con questa scala sull'asse delle frequenze o dei tempi. Nella presente sperimentazione i fattori di traslazione sono stati determinati usando il CFS per ricavare la curva maestra di  $E0(\omega)$ . La curva maestra di  $\varphi(\omega)$  è stata poi ottenuta applicando gli stessi fattori di traslazione.



Figura 48. a) spostamento orizzontale (*Tref* = 25 °C), b) algoritmo CFS.

#### 3.3.5 Modellazione reologica

La dipendenza dalla temperatura degli aT ottenuti è stata modellata utilizzando il modello Williams-Landel-Ferry (WLF) dove *C*1, *C*2 sono costanti ottenute tramite adattamento ai minimi quadrati (Ferry, 1980):

$$Log(a_{Tref}) = -\frac{C_1(T - T_{ref})}{C_2 + T - T_{ref}}$$

La modellazione del comportamento reologico è stata realizzata attraverso il modello di 2S2P1D-HY, già descritto nel Capitolo 2.

Questo modello è basato sui seguenti parametri:

- E<sub>e</sub> modulo di equilibrio (ω tende a 0);
- $E_g$  modulo vetroso ( $\omega$  tende a  $\infty$ );
- h, k, parametri compresi tra 0 e 1 rappresentativi dell'inclinazione della curva del modello nel piano di Cole-Cole;
- $\delta_{mod}$  parametro che governa l'ampiezza della curva del modello nel piano di Cole-Cole;
- τ tempo caratteristico.

# 3.4 Studio degli effetti di non linearità

L'obiettivo successivo dello studio sperimentale è la caratterizzazione della linearità delle malte bituminose a freddo nel dominio delle piccole deformazioni. Con l'utilizzo dell'AMPT Pro, la linearità è stata studiata attraverso l'applicazione di cicli di deformazione a diversi livelli di ampiezza, eseguiti a diverse temperature (5, 15, 25, 35, 45, 55°C) e due frequenze (1 a 10 Hz). Durante i carichi sinusoidali, per ogni temperatura e frequenza, sono stati applicati quattro livelli di ampiezza di deformazione (15, 30, 60, 100  $\mu$ E) per caratterizzare la linearità.

Le prove di linearità sono state realizzate attendendo, tra una ampiezza di deformazione e la successiva, un tempo tra i 5 e i 10 minuti per consentire al provino di recuperare l'eventuale deformazione subita durante la compressione sinusoidale.

La modalità di prova utilizza, nuovamente, come software di controllo "UTS6". Nella seconda schermata, "*Setup and Control*", mostrata in Figura 49, vengono inseriti i parametri relativi alla prova di compressione sinusoidale che si vuole effettuare. Nell' ultima schermata "*Test Data*" (Figura 50), i dati relativi alla prova.



Figura 49. Schermata "Setup and Control".



Figura 50. Schermata "Test Data".

Estrapolati per ciascun provino i valori di modulo e angolo di fase, i risultati sono presentati nei grafici Black e Cole-Cole, dove possono essere identificate le direzioni caratteristiche di non linearità.
## **3.5 Programma sperimentale**

L'obiettivo principale della presente tesi sperimentale è lo studio del comportamento reologico di malte bituminose a freddo. La risposta reologica di tali materiali dipende fortemente dalla loro composizione in termini di dosaggio dei leganti bituminosi e cementizi, dal comportamento reologico del legante bituminoso e dal suo invecchiamento. Pertanto, con la finalità di confrontare i diversi tipi di emulsione bituminosa in base al loro effetto sul comportamento della malta, sono state eseguite prove di modulo complesso, per analizzare la risposta deformativa del materiale, e prove di linearità per valutare la dipendenza o meno del modulo complesso dall'ampiezza di deformazione applicata. Nella

Specimen Code	Prove di modulo c	Prove di linearità			
specimen Code	Τ°	fr (Hz)	me	fr (Hz)	
Malta1_S1	25° (pre/post test), 5°,15°25°,35°,45°,55°	10, 5, 1, 0.5, 0.1	15, 30, 60, 100	1, 10	
Malta1_S2	25° (pre), 5°,15°25°,35°	10, 5, 1, 0.5, 0.1	15, 30, 60, 100	1, 10	
Malta2_S1	25° (pre-test), 5°,15°25°,35°	10, 5, 1, 0.5, 0.1	15, 30, 60, 100	1, 10	
Malta2_S2	25° (pre/post test), 5°,15°25°,35°,45°,55°	10, 5, 1, 0.5, 0.1	15, 30, 60, 100	1, 10	
Malta3_S1	25° (pre/post test), 5°,15°25°,35°,45°,55°	10, 5, 1, 0.5, 0.1	15, 30, 60	1	
Malta3_S2	25° (pre/post test), 5°,15°25°,35°,45°,55°	10, 5, 1, 0.5, 0.1	15, 30, 60, 100	1, 10	
Malta4_S1	25° (pre/post test), 5°,15°25°,35°,45°,55°	10, 5, 1, 0.5, 0.1	15, 30, 60, 100	1, 10	

Tabella 12 si riassume l'organizzazione delle prove di modulo complesso e di linearità su malte

a freddo maturate a lungo termine, sviluppate per caratterizzare emulsioni. Dunque, riassumendo, per ciascuna tipologia di malta sono state eseguite due ripetizioni di prove di modulo complesso e di linearità, tranne per la malta 4 per la quale è stato testato un solo provino. I risultati dei test ottenuti sono stati poi utilizzati per la costruzione delle curve maestre e adattati utilizzando il modello analogico 2S2P1D-HY, mentre gli effetti della non linearità, in termini di variazione del modulo complesso e angolo di fase e della direzione della linearità, sono stati evidenziati nei grafici del Black Space e Cole-Cole.

Specimen Code	Prove di modulo co	Prove di linearità			
	T°	fr (Hz)	me	fr (Hz)	

Malta1_S1	25° (pre/post test), 5°,15°25°,35°,45°,55°	10, 5, 1, 0.5, 0.1	15, 30, 60, 100	1, 10
Malta1_S2	25° (pre), 5°,15°25°,35°	10, 5, 1, 0.5, 0.1	15, 30, 60, 100	1, 10
Malta2_S1	25° (pre-test), 5°,15°25°,35°	10, 5, 1, 0.5, 0.1	15, 30, 60, 100	1, 10
Malta2_S2	25° (pre/post test), 5°,15°25°,35°,45°,55°	10, 5, 1, 0.5, 0.1	15, 30, 60, 100	1, 10
Malta3_S1	25° (pre/post test), 5°,15°25°,35°,45°,55°	10, 5, 1, 0.5, 0.1	15, 30, 60	1
Malta3_S2	25° (pre/post test), 5°,15°25°,35°,45°,55°	10, 5, 1, 0.5, 0.1	15, 30, 60, 100	1, 10
Malta4_S1	25° (pre/post test), 5°,15°25°,35°,45°,55°	10, 5, 1, 0.5, 0.1	15, 30, 60, 100	1, 10

## Capitolo 4

# Analisi dei dati

In questo capitolo verranno descritti e commentati i risultati delle prove di modulo complesso e delle prove di linearità eseguite sulle malte bituminose a freddo, valutando l'effetto dell'emulsione e dell'aggregato sul loro comportamento reologico. Inoltre, si metteranno a confronto il comportamento reologico delle malte con quello dei corrispettivi mastici studiati nell'ambito del WP4 dell'ILT.

## 4.1 Esempio di elaborazione dei risultati

Nel presente paragrafo si descrivono le operazioni eseguite tramite foglio di calcolo Excel per la costruzione delle curve maestre relative ad  $E_0 e \phi$  e la loro modellazione. In particolare, si farà riferimento ai risultati del test eseguito sul provino Malta3\_S1. Le operazioni descritte sono state poi ripetute per ciascuno dei campioni testati.

#### 4.1.1 Dati sperimentali

Si costruisce un database "*Test Data*" contenente colonne relative a: nome della prova, temperatura obiettivo, frequenza, modulo di restituzione  $E_1$ , modulo di dissipazione  $E_2$ , modulo di rigidezza  $E_0$ , angolo di fase  $\varphi \in \varphi$  corretto (Figura 51). Questa correzione dell'angolo di fase è applicata al fine di pulire i dati dagli effetti dovuti al ritardo inserito dal sistema di conversione analogico-digitale della macchina di prova.

	Temperature [°C]	frequency [hz]	E1 [Mpa]	E2 [Mpa]	E [Mpa]	d_E [°]	d_Ecorr [°]	Teff. [°C]
5 °C	5	10	6014	697	6054	6.93	6.62	5.0
	5	5	5717	711	5761	7.25	7.09	5.0
	5	1	5070	710	5119	8.00	7.97	5.0
	5	0.5	4790	698	4841	8.31	8.29	5.0
	5	0.1	4145	684	4201	9.38	9.38	5.0
15 °C	15	10	4491	728	4550	9.52	9.21	15.0
	15	5	4205	711	4265	9.76	9.60	15.0
	15	1	3553	674	3616	10.77	10.74	15.0
	15	0.5	3289	648	3352	11.16	11.14	15.0
	15	0.1	2686	596	2751	12.51	12.51	15.0
25 °C	25	10	3296	689	3367	12.13	11.82	25.0
	25	5	3027	653	3097	12.32	12.16	25.0
	25	1	2445	572	2511	13.20	13.17	25.0
	25	0.5	2221	536	2285	13.57	13.55	25.0
	25	0.1	1756	448	1812	14.32	14.32	25.0
35 °C	35	10	2312	577	2383	14.33	14.02	35.0
	35	5	2078	535	2146	14.59	14.43	35.0
	35	1	1630	431	1686	14.85	14.82	35.0
	35	0.5	1470	390	1521	14.88	14.86	35.0
	35	0.1	1168	306	1207	14.68	14.68	35.0
45 °C	45	10	1596	432	1653	15.47	15.16	45.0
	45	5	1416	384	1467	15.34	15.18	45.0
	45	1	1104	289	1141	14.71	14.68	45.0
	45	0.5	1003	256	1035	14.34	14.32	45.0
	45	0.1	812	198	836	13.69	13.69	45.0
55 °C	55	10	1117	309	1159	15.77	15.46	55.0
	55	5	988	269	1024	15.36	15.20	55.0
	55	1	789	198	813	14.12	14.09	55.0
	55	0.5	728	170	748	13.18	13.16	55.0
	55	0.1	606	134	621	12.46	12.46	55.0

Figura 51. Foglio di calcolo "Test Data".

I risultati dell'elaborazione, restituiti dal software, vengono inseriti nelle colonne descritte precedentemente, dove per ciascuna frequenza si procede al calcolo di  $E_1$  ed  $E_2$  tramite le formule note, descritte nel Capitolo 2.

Successivamente sia per il modulo complesso che per l'angolo di fase vengono rappresentate graficamente le rispettive isoterme (Figura 52) riferite all'ampiezza di deformazione di 30  $\mu$ e, adottata per le prove di modulo. Infine, le coppie di dati (E<sub>0</sub>,  $\phi$ ) e (E<sub>1</sub> e E<sub>2</sub>) sono rappresentati nel diagramma di Black e nel piano complesso Cole-Cole, riportati in Figura 3 e Figura 4.



Figura 52. Isoterme del modulo complesso E<sub>0</sub>.



Figura 53. Isoterme dell'angolo di fase φ.



Figura 54. Dati sperimentali del provino Mortar3\_S1 rappresentati nel diagramma Black Space.



Figura 55. Dati sperimentali del provino Mortar3\_S1 rappresentati nel piano Cole-Cole.

In Figura 56 sono rappresentati i risultati sperimentali ottenuti su uno dei provini testati nel piano Cole Cole per i quali  $E_1$  e  $E_2$  sono stati ottenuti senza applicare la correzione sull'angolo di fase. Come si può notare, specialmente alle alte frequenze, si osservano degli sviluppi verso l'alto nei dati che sono invece assenti nei dati ottenuti utilizzando l'angolo corretto (Figura 55).



Figura 56. Dati sperimentali del provino Mortar3\_S1 rappresentati nel piano Cole-Cole, senza correzione dell'angolo.

#### 4.1.2 Costruzione delle curve maestre

Per l'applicazione del CFS (Capitolo 3) al fine di determinare i fattori di traslazione si calcolano il logaritmo della frequenza e il logaritmo del modulo di rigidezza. Si determinano poi i punti di sovrapposizione dei valori del modulo e si determina tramite formule matematiche il valore del fattore di traslazione necessario ad annullare l'area tra le due isoterme (Figura 57).

S °C   Interpolation points   T>Tref   Interpolation points   Frequency   Modulus (Mpa)   Frequency </th <th>Tref,0</th> <th>!</th> <th>5 °C</th> <th></th> <th></th> <th></th> <th></th> <th></th> <th></th> <th></th>	Tref,0	!	5 °C							
5 °C   Interpolation points   T>Tree   Interpolation points   trequency (Hz)   Modulus (Mpa)     Frequency (Hz)   Modulus (Mpa)   (Hz)   (Mpa)   Aki   Log ak+1   Iterpolation points   Frequency   Modulus (Mpa)   Modulus (M										
Experimental Data     Interpolation points     T>Tref     Interpolation points     Experimental Data       Frequency (Hz)     Modulus (Mpa)     (Hz)     Modulus     Aki     Log ak+1     (Hz)     (Modulus (Mpa)     Frequency (Hz)     Modulus (Mpa)       1     3.782042417     (Hz)     (Mo)     Aki     Log ak+1     1     3.6580114     1     3.658011397       0.698970004     3.760497875     0     0.0238604     0.698970     3.62991904     0.69897004     3.6590194     0.638991904     0.69897004     3.558228426       -0.301029996     3.62335268     -1     3.62335268     0     3.55230401       -1     3.62335268     -1     3.62335268     -1     3.62335268     -0.02784166	5	°C							15	°C
$\begin{array}{ c c c c c c c c c c c c c c c c c c c$	Experimental Da	ta	Interpolation	points	T>Tref		Interpolation	points	Experimental Data	
Frequency (Hz)   Modulus (Mpa)   (Hz)   (Mpc)   Aki   Log ak+1   (Hz)   (Mpc)   Frequency (Hz)   Modulus (Mpa)     1   3.782042417   1   3.6580114   1   3.6580114   1   3.6580114   1   3.65201201     0.6989700.00   3.70918513   0.002386404   0.698970   3.62939204   0.6989700.004   3.52291904   0.52991904   0.52991904   0.52991904   0.52991904   3.52291904   0.52919164   0.52919164   0.52919164   0.529164   0.529166   0.529164			Frequency	Modulus			Frequency	Modulus		
$\begin{array}{c c c c c c c c c c c c c c c c c c c $	Frequency (Hz)	Modulus (Mpa)	(Hz)	(Mpa)	Aki	Log ak+1	(Hz)	(Mpa)	Frequency (Hz)	Modulus (Mpa)
0.698970004 3.760497875 0.00238640 0.69897 3.62991904 0.698970004 3.629919036 0 3.70918513 0.00238640 0.63897 3.62991904 0.698970004 3.629919036 0.00137949 0.63894929 3.62335268 0 3.558228422 0.002784166 0.35532081 -1 3.62335268 -1 3.62335268 0 -1 3.43949059 -1 3.623352682 -1 3.62335268 -1 3.62335268 -1 3.62335268 0 -1 3.43949059 -1 3.623352682 -1 3.62335268 -1 3.62335268 0 -1 3.43949059 -1 3.623352682 -1 3.62335268 -1 -1 6.1821325 -1 -1 -1 -1 -1 -1 -1 -1 -1 -1 -1 -1 -1	1	3.782042417					1	3.6580114	1	3.658011397
$\begin{array}{c c c c c c c c c c c c c c c c c c c $	0.698970004	3.760497875				0.02386404	0.69897	3.62991904	0.698970004	3.629919036
-0.301029996 3.684935083 -0.6066181 3.6580114 -0.02784166	0	3.70918513				0.00437949	0.63494929	3.62335268	0	3.558228422
-1 3.623352682 -1 3.62335268	-0.301029996	3.684935083	-0.6066181	3.6580114	-0.02784166				-0.301029996	3.52530401
Ak -0.02784166   log ak+1 -1.61821325   Shift Factor -1.61821325	-1	3.623352682	-1	3.62335268					-1	3.43949059
Ak -0.02784166   log ak+1 -1.61821325   Shift Factor -1.61821325										
Ak -0.02784166   log ak+1 -1.61821325   Shift Factor -1.61821325										
Iog ak+1 -1.61821325   Shift Factor -1.61821325					Ak	-0.02784166				
log ak+1 -1.61821325   Shift Factor -1.61821325										
Shift Factor     -1.61821325       3.8     3.75       3.8     3.75       3.65					log ak+1	-1.61821325				
Shift Factor -1.61821325										
3.8 3.75 (early stepped as a set of the se					Shift Factor	-1.61821325				
3.8 3.75 (a) 3.75 (a) 3.75 (b) 5.7C (c) 5	[									
3.75 <b>G</b> 3.7 <b>G</b> 3.7 <b>G</b> 3.65 <b>X</b> <b>X</b> <b>X</b> <b>X</b> <b>X</b> <b>X</b> <b>X</b> <b>X</b>		3.8					-		1	
Image: state		3.75					*			
3.65 ★ ★ ★ ★ ★ ★ ★ ★ ★ ★ ★ ★ ★ ★ ★ ★ ★ ★ ★					-					
3.65 3.65 3.55 3.5 3.5 3.5 		<b>8</b> 3.7								
		3.65		×			X			
0     3.6       3.55     0       3.45     0			X			_	×			
3.45		8 3.6								
3.45		S 2 55			-0					
3.45     → 5°C		Ē		_0						
3.45		5 3.5							-	
		3.45					- <del>0</del> -15 °C			
× Interpolation		5.45	g				× Interr	olation		
3.4		3.4							-	
-1.5 -1.0 -0.5 0.0 0.5 1.0 1.5		-1.5	-1.0	-0.5	0.0	0.5	1.0		1.5	
Frequency (Hz)					Frequency (H	z)				
see: Gergesova M. Zupančič R. Sanrupov I. & Emri J. (2011) The closed form tTP shifting (CES) algorithm. Journal of Rheology, 55(1) 1-16	500'	Gergesova M 7	inančič B. Sar		mri   (2011)	The closed for	n tTP shifting	(CES) algorith	m Journal of Rheold	any 55(1) 1-16

Figura 57. Foglio di calcolo "CFS" con isoterme del logaritmo del modulo di rigidezza.

Per semplicità di calcolo, nel presente foglio si considera come temperatura di riferimento la più bassa tra le temperature di prova, dunque 5 °C.

Per l'applicazione della legge di Williams-Landel-Ferry (WLF), descritta nel Capitolo 3, è stato definito un ulteriore foglio di calcolo "WLF" (Figura 58), che permette di calcolare i valori delle costanti  $C_1$  e  $C_2$  attraverso una regressione lineare, nella quale i valori in ascissa sono rappresentati dal valore dT che definisce la differenza tra la temperatura di prova e la temperatura di riferimento considerata (5°C), mentre in ordinata si ha il rapporto tra dT e il valore del logaritmo del fattore di traslazione determinato mediate il CFS. Si procede determinando, tramite la funzione matrice di Excel, i due parametri "*a*", coefficiente angolare, "*b*" intercetta della retta di tendenza. Si ricavano i due coefficienti come segue:

- $C_1$  come il rapporto di  $\frac{1}{a}$ ;
- C<sub>2</sub> come il rapporto di  $\frac{a}{b}$ .

Noti i valori dei due parametri del modello WLF per una temperatura di riferimento  $T_0$  (nel caso in questione 5°C),  $C_{1,0}$  e  $C_{2,0}$ , è possibile determinare i loro valori  $C_{1,g}$  e  $C_{2,g}$  facendo riferimento ad una qualsiasi altra temperatura di prova  $T_g$  utilizzando le seguenti relazioni (Tschoegl et al., 2002):

$$C_{2,0} - T_0 = C_{2,g} - T_g$$
$$C_{1,0} C_{2,0} = C_{1,g} C_{2,g}$$

Nella presente investigazione si è deciso di adottare come temperatura di riferimento  $T_{rif} = 25^{\circ}C$ . La Figura 59 mostra la dipendenza degli shift factors  $a_{Trif}(T)$  dalla temperatura sia per  $T_0=5^{\circ}C$  che per  $T_{ref}=25^{\circ}C$ .

Tref,0	5	°C	]						Tref,g	25	°C		
т	Teff	LOG SF	dT	dT/logSF	regr lin	y=ax+b	Teff	LOG SF*				Teff	LOG SF*
5	5	0			а	b	5	0				5	2.955126
15	15	-1.61821325	10	-6.17965525	-0.044442217	-5.879056107	15	-1.58141				15	1.373718
25	25	-2.906312256	20	-6.88157302			25	-2.95513				25	0
35	35	-4.098149722	30	-7.32037676	C1	C2	35	-4.15955	C1	C2		35	-1.20442
45	45	-5.21178688	40	-7.67491091	22.50	132.29	45	-5.22415	19.55	152.29		45	-2.26903
55	55	-6.246020387	50	-8.00509715			55	-6.17195				55	-3.21682

Figura 58. Calcolo degli shift factors tramite regressione lineare



Figura 59. Fattori di traslazione e confronto con la legge WLF.

Si è quindi in grado di costruire la Curva Maestra del modulo di rigidezza (Figura 60) determinando la frequenza ridotta  $f_r$  come:

$$f_r = f \cdot a_{Trif}(T)$$

Per la costruzione della curva maestra dell'angolo di fase sono stati adottati gli stessi fattori di traslazione determinati per il modulo di rigidezza (Figura 61).





#### 4.1.3 Modellazione reologica dei dati sperimentali

La modellazione del comportamento reologico è stata realizzata attraverso il modello 2S2P1D-HY, già descritto precedentemente nel Capitolo 2.

Il modello è stato implementato in un foglio di calcolo Excel (Figura 62) che consente la determinazione dei suoi parametri tramite la funzione "Risolutore": il foglio di calcolo si avvale di un processo numerico per iterazioni successive, provando a minimizzare l'errore ai minimi quadrati. Gli errori considerati sono calcolati considerando la distanza ovvero l'errore sulla serie E1-E2 (Cole-Cole), l'errore sul modulo di rigidezza e l'errore sull'angolo di fase.

Il modulo vetroso  $E_g$  e il modulo di equilibrio  $E_e$  possono essere tuttavia determinati preliminarmente per via grafica. Per stimare un valore di massima del modulo vetroso  $E_g$  si estrapola l'andamento dei punti sperimentali nel piano di Black fino ad intercettare l'asse delle ordinate, come rappresentato in Figura 63, allo stesso modo sul diagramma Cole-Cole si stimano i valori per i quali i dati sperimentali intersecano l'asse delle ascisse, valori che rappresentano Ee , (Figura 64).

Modello		Risolutore	
Ee	400	LogEe	2.60205999
Eg	9136	LogEg	3.960756085
k	0.175	k	0.175
h	0.383	h	0.383
d	3.660	d	3.660
beta	3162.278	Logbeta	3.5
tau	0.991	Logtau	-0.00412289
		qpi/2	1.28

Errore (Eo) 128.639188	
Distance	
15454.3567	
Errore (dE)	
5.30997522	



Figura 62. Funzione risolutore e piani di rappresentazione del modello 2S2P1D-HY.



Figura 63. Stima del modulo vetroso sul Black Space.



Figura 64. Stima del modulo di equilibrio sul piano Cole-Cole.

Per la stima dei parametri rimanenti si opera tramite processo iterativo, poiché ciascuno di essi regola, in maniera differente, parti geometriche ben distinte del modello, inserito a sua volta sui diversi piani di rappresentazione (Figura 62).

## 4.2 Modulo complesso di malte bituminose a freddo

La Figura 65 mostra i risultati delle prove eseguite per determinare il modulo complesso nel diagramma Black space e nel diagramma Cole-Cole per le malte testate. Nonostante le differenze nella loro composizione (Tabella 2-Capitolo 3), il comportamento reologico delle malte risulta essere simile.

Dal Black space (Figura 65 a) può essere osservata la variabilità di E0 e  $\varphi$ . In generale tutti i provini mostrano lo stesso comportamento caratterizzato da: elevati moduli di rigidezza ad alte frequenze e basse temperature e valori alti dell'angolo di fase ad alte temperature e basse frequenze. Prestando maggiore attenzione alla distribuzione dei dati è possibile distinguere due gruppi di materiali, caratterizzati da diversi intervalli di escursione di E0 e  $\varphi$ . Il primo gruppo di materiale (Malta2 S2, Malta1 S1 e Malta1 S2) ricade in un intervallo delle rigidezze caratterizzato da un valore massimo di 7632 MPa (5°C) per Malta1 S2, e un valore minimo di 54,8 MPa (55°C), per la Malta1 S1. Allo stesso tempo per l'intervallo dell'angolo di fase si misura un valore minimo di circa 9.45° alle basse temperature (5°C), per la Malta2 S2, e un valore massimo di 41,50° alle alte temperature (35°C), per Malta1 S2. Il secondo gruppo di provini (Malta3 S1, Malta3 S2, Malta4 S1 e Malta2 S1) descrive un intervallo del modulo di rigidezza che va da 6344 MPa (5°C), per il provino Malta2 S1, fino a 363 MPa (55°C), per la Malta4 S1. Contemporaneamente, per l'angolo di fase si registra un valore minimo di circa 6,61° alle basse temperature (5°C), per il provino Malta3 S1, e un valore massimo di circa 24,64° alle alte temperature  $(25^{\circ})$ , per il provino Malta2 S1. I risultati mostrano, dunque, che tutte le malte hanno un comportamento dipendente dalla temperatura e dalla frequenza. Tuttavia, il primo gruppo di materiali (Malta 1 e Malta 2) presenta un comportamento più bituminoso, ovvero più termodipendente con una componente viscosa maggiore, mentre il secondo gruppo di materiali (Malta 3 e Malta 4) presenta un comportamento cementizio, cioè una minor componente viscosa e con ciò una ridotta termodipendenza rispetto alle due malte precedenti.

La distinzione tra i due materiali è osservabile anche in termini di curve maestre del modulo di rigidezza e dell'angolo di fase (Figura 66). In particolare, si osserva come le malte 1 e 2 sono caratterizzate da una più ampia variabilità del modulo di rigidezza e valori dell'angolo di fase elevati, tipici di un comportamento viscoso. La Malta 3 e la Malta 4 descrivono per il modulo di rigidezza una curva maestra con una pendenza più ridotta e presentano valori dell'angolo di fase più ridotti, per cui tendono ad avere comportamento prevalentemente elastico rispetto alla Malta 1 e alla Malta 2.

Per le malte 1 e 2 la variabilità massima dei valori del modulo di rigidezza è di circa due ordini di grandezza (55-7600 MPa), tale variabilità diventa pari ad un ordine di grandezza per le malte

3 e 4. Ciò si può probabilmente attribuire ad un maggiore sviluppo dei legami cementizi delle malte 3 e 4 rispetto alle malte 1 e 2.

Per confermare la validità del TTSP, e quindi il comportamento termoreologicamente semplice delle malte investigate, i valori sperimentali misurati su un singolo provino a diverse frequenze e temperature devono essere rappresentati da una singola curva quando vengono tracciati nel Black space e nel piano Cole-Cole (Capitolo 2). Come mostrato in Figura 65 a) e Figura 65 b) per tutti i provini, i dati sperimentali descrivono un'unica curva nel diagramma Black Space e nel diagramma Cole Cole. Questo conferma la validità del TTSP (le variazioni di temperatura e frequenza hanno lo stesso effetto su E) e quindi permette la creazione di curve maestre. Le curve maestre del modulo di rigidezza  $E_0$  e dell'angolo di fase  $\varphi$  sono determinate per tutti i campioni testati alla temperatura di riferimento T = 25°C. Il metodo del CFS che si basa sulla minimizzazione dell'area tra due curve isoterme successive, viene utilizzato per tradurre i dati sperimentali e per stimare i fattori di spostamento della temperatura di 25°C (Capitolo 3).



Figura 65. Dati sperimentale visualizzati: (a) nel Black Space; (b) nel Diagramma Cole-Cole.



Figura 66. Curva maestra: a) modulo di rigidezza E0; b) angolo di fase  $\phi$  (T<sub>ref</sub>=25°C).

Specimen Code	Eg_(MPa)	Ee(MPa)	k (-)	h (-)	d (-)	beta (-)	Logt (-)	ф0 (°)	C1 (-)	C2 (°C)
Malta1_S1	16200	46	0.192	0.548	2.636	1111	-2.663	0.514	171	144.0
Malta1_S2*	16274	44	0.192	0.548	2.410	160	-2.772	0.821	1/.1	144.0
Malta2_S1*	14209	222	0.155	0.449	2.553	602	-2.410	0.267	10.0	149.0
Malta2_S2	12100	65	0.177	0.526	2.856	1815	-2.273	0.577	18.0	148.9
Malta3_S1	9136	400	0.175	0.383	3.660	3162	-0.004	1.280	16.0	121.0
Malta3_S2	8676	295	0.175	0.383	2.371	1995	-0.821	1.087	10.9	131.9
Malta4_S1	8810	257	0.173	0.426	2.759	1296	-0.673	1.412	-	-

Nell'analisi dei risultati i provini Malta1 S2 e Malta2 S1 non verranno presi in considerazione

in quanto i dati sperimentali misurati sono solo parziali (ottenuti solo fino a 35°C) e non sono considerati attendibili. In particolare:

- il provino Malta1\_S2 ha mostrato un evidente accumulo di deformazioni permanenti alla temperatura di prova di 45°C. Ciò è in contrasto con il principio di piccole deformazioni da tenere in campo LVE e ha inoltre impedito la corretta misurazione delle deformazioni a causa di uno spostamento evidente dei supporti dei trasduttori;
- il test sul provino Malta2\_S1 è stato interrotto dopo il test a 35°C a causa del cedimento di due coppie dei riscontri che ha impedito l'esecuzione del test a temperature superiori.

## 4.3 Modellazione reologica

Il modello WLF è stato utilizzato per descrivere la dipendenza dalla temperatura dei fattori di traslazione. Successivamente il comportamento reologico delle malte è stato modellato utilizzando il modello 2S2P1D-HY, illustrato nella sezione 2.2.2.

La

Tabella 13 mostra i parametri dedotti della modellazione delle malte, inoltre si riportano le due costanti C1 e C2 che sono state utilizzate per modellare l'andamento dei fattori di spostamento con la temperatura (Figura 67), secondo l'equazione di Williams-Landel-Ferry. La rappresentazione dei modelli viene illustrata nel Black space (Figura 68 a) e nel diagramma Cole-Cole (Figura 68 b) e rispettivamente sulle curve maestre del modulo di rigidezza (Figura 69 a) e dell'angolo di fase (Figura 69 b).

Le due costanti  $C_1$  e  $C_2$  del modello WLF risultano essere paragonabili per le diverse malte, evidenziando una simile termodipendenza dei leganti bituminosi utilizzati per produrre le malte.

Specimen Code	Eg_(MPa)	Ee(MPa)	k (-)	h (-)	d (-)	beta (-)	Logt (-)	ф0 (°)	C1 (-)	C2 (°C)
Malta1_S1	16200	46	0.192	0.548	2.636	1111	-2.663	0.514	171	144.0
Malta1_S2*	16274	44	0.192	0.548	2.410	160	-2.772	0.821	1/.1	144.0
Malta2_S1*	14209	222	0.155	0.449	2.553	602	-2.410	0.267	10.0	149.0
Malta2_S2	12100	65	0.177	0.526	2.856	1815	-2.273	0.577	18.0	148.9
Malta3_S1	9136	400	0.175	0.383	3.660	3162	-0.004	1.280	16.0	121.0
Malta3_S2	8676	295	0.175	0.383	2.371	1995	-0.821	1.087	10.9	131.9
Malta4_S1	8810	257	0.173	0.426	2.759	1296	-0.673	1.412	-	-

1

Tabella 13. Parametri del modello 2S2P1D e Williams-Landel-Ferry (Tref = 25°C)



Figura 67. Shift Factors e modello WLF.



Figura 68. Risultati sperimentali e modellazione reologica delle malte sul a) Black Space e b) piano Cole Cole.



Figura 69.Dati sperimentali e modello delle curve maestre (T<sub>ref</sub> =25°C): a) modulo di rigidezza; b) angolo di fase.

La Figura 70 mostra la deviazione normalizzata tra i valori misurati e modellati del modulo di rigidezza, calcolata utilizzando la seguente equazione:

$$devE0 = \frac{E0, mis - E0, mod}{E0, mod}$$

Dove E0, mis e E0, mod sono rispettivamente i valori del modulo di rigidezza misurati e ottenuti applicando il modello 2S2P1D. DevE0 è generalmente inferiore al 6% a tutte le frequenze ridotte, denotando l'efficacia del modello 2S2P1D-HY nel predire il modulo di rigidezza delle malte. Figura 70 mostra la differenza tra i valori dell'angolo di fase misurati ( $\varphi_{mis}$ ) e ottenuti tramite il modello ( $\varphi_{mod}$ ). Tale differenza è generalmente pari a ±2°, indicando che il modello 2S2P1D-HY stima efficacemente l'angolo di fase.



Figura 70. a) deviazione normalizzata del modulo di rigidezza; b) deviazione dell'angolo di fase.

Al fine di poter cogliere sia le analogie e sia le diversità del comportamento reologico delle malte, sono stati realizzati degli istogrammi per ciascuno dei parametri del modello (da Figura 71 a Figura 74).

Specimen Code	Eg_(MPa)	Ee(MPa)	k (-)	h (-)	d (-)	beta (-)	Logt (-)	ф0 (°)	C1 (-)	C2 (°C)
Malta1_S1	16200	46	0.192	0.548	2.636	1111	-2.663	0.514	171	144.0
Malta1_S2*	16274	44	0.192	0.548	2.410	160	-2.772	0.821	1/.1	144.0
Malta2_S1*	14209	222	0.155	0.449	2.553	602	-2.410	0.267	10.0	149.0
Malta2_S2	12100	65	0.177	0.526	2.856	1815	-2.273	0.577	18.0	148.9
Malta3_S1	9136	400	0.175	0.383	3.660	3162	-0.004	1.280	16.0	121.0
Malta3_S2	8676	295	0.175	0.383	2.371	1995	-0.821	1.087	16.9	131.9
Malta4_S1	8810	257	0.173	0.426	2.759	1296	-0.673	1.412	-	-

1

Per la malte 1, 2 e 3 sono rappresentati i parametri del modello ottenuti da un solo provino

(malta 1\_S1, malta2\_S2 e malta4\_S1). Per quanto riguarda la malta 3, per semplicità sono state adottate le medie dei dati ottenuti per i due provini.

Dai valori di  $E_g$  e  $E_e$ , riportati in Figura 71 in scala logaritmica, si conferma nuovamente la distinzione dei due gruppi di materiali. La Malta 1 e la Malta 2 risultano avere valori di  $E_g$  leggermente superiori rispetto alla Malta 3 e alla Malta 4, che diversamente registrano valori maggiori di  $E_e$  rispetto alla prime due malte. Da questo risultato si può affermare come la Malta 1 e la Malta 2 risultano essere più termodipendenti rispetto alla Malta 3 e alla Malta 3.

La Figura 72 mette a confronto i parametri adimensionali k e h delle malte, dipendenti essenzialmente dalla componente bituminosa. Per il parametro k, che caratterizza il comportamento alle basse temperature, si hanno valori molti simili per tutte e quattro le malte. Mentre per il parametro h, che invece caratterizza il comportamento alle alte temperature, si hanno valori sensibilmente piu alti per la Malta 1 e la Malta 2 rispetto alla Malta 3 e la Malta 4. In generale, dai valori piuttosto bassi di k non si osserva una importante differenza tra i diversi materiali, per cui presentano un comportamento prevalentemente elastico alle basse temperature. Parallelamente, i valori leggermente più di alti h segnalano la presenza di una maggiore componente di dissipazione viscosa alle alte temperature nelle malte 1 e 2.

La Figura 73 confronta i valori dei parametri  $\delta e \tau$ . Il parametro adimensionale  $\delta$  presenta valori paragonabili per tutte le malte, esso influenza esclusivamente la forma del modello a temperatura intermedia. Il parametro  $\tau$  è un moltiplicatore di frequenza, che, come già descritto nel Capitolo 2, influenza la posizione delle curve maestre lungo gli assi di frequenza. Valori maggiori di questo parametro indicano uno spostamento della curva maestra verso sinistra, che si traduce in una minore capacità di rilassamento del materiale indicandone un comportamento meno viscoso. Per semplicità di lettura, nel grafico viene riportato il logaritmo di  $\tau$ , (log $\tau$  moltiplicato per -1). Infatti, nel presente studio sono stati determinati valori di log $\tau$  sempre negativi (

Tabella 13). Considerando dunque l'effettivo segno dei valori di log $\tau$  la Malta 3 e la Malta 4 hanno valori leggermente più alti rispetto ai valori restituiti dalla Malta 1 e dalla Malta 2 (-2.410 e -2.273 per le prime due contro -2.663 e -2.772 per le restanti due). Tuttavia, i valori possono

essere ritenuti paragonabili e non consentono di individuare differenze significative tra le quattro malte in termini di capacità di rilassamento.







Figura 72. Valori dei parametri k e h.



Figura 73. Valori dei parametri δ e logτ.



Figura 74. Valori dei parametri: a) β e b) l'angolo isteretico φ0.

La Figura 74 riporta il confronto degli ultimi due parametri: log $\beta$  adimensionale e  $\varphi$ 0 l'angolo isteretico. Il paramentro  $\beta$  è influenzato principalmente dall'invecchiamento del legante. Nel caso delle malte analizzate, esse presentano un identico periodo di stagionatura, tuttavia si notano lievi differenze nel valore di  $\beta$ . L'angolo isteretico diverso tra le diverse malte può essere dovuto a alcune differenze in termini di organizzazione strutturale e di omogeneità tra i diversi provini. Dall'analisi dei risultati sperimentali e dal confronto dei parametri restituiti dal modello 2S2P1D-HY si osserva che non si distinguono effetti significativi sul comportamento reologico derivante dall'adozione delle diverse tipologie di emulsione. Al contrario, la netta distinzione in due gruppi di materiali è osservata in corrispondenza all'utilizzo di aggregati di diversa natura mineralogica. Ciò potrebbe essere legato ad una diversa interazione delle due categorie di aggregato (calcareo e quarzo) con le specifiche emulsioni adottate, che potrebbe aver influenzato sia il processo di rottura dell'emulsione che lo sviluppo dei legami bituminosi e cementizi all'interno delle malte. Ne consegue che, per la caratterizzazione meccanica del comportamento reologico delle malte relativamente all'effetto di emulsioni diverse, bisogna tener sempre conto anche della natura mineralogica degli aggregati adoperati.

## 4.4 Prove di linearità

Per i risultati delle prove di linearità sono stati realizzati due fogli di calcolo "Test Data\_Linearity" mostrati in Figura 75, per il provino Malta4\_S1, distinguendo i dati ottenuti alla frequenza di prova di un 1Hz (Figura 75 a) e 10Hz, per i diversi livelli di deformazione considerati. Inoltre, i valori delle grandezze calcolate ( $E_0$ ,  $\varphi$ ,  $E_1$  e  $E_2$ ) sono stati tracciati in funzione dell'ampiezza di deformazione, evidenziando le rispettive rette di tendenza (Figura 76). Da tale analisi è possibile ottenere la pendenza della linea di tendenza delle singole grandezze ( $E_0$ ,  $\varphi$ ,  $E_1$  e  $E_2$ ) e tramite estrapolazione i valori teorici corrispondenti a una deformazione di 0 µm/m.

	Temperature [°C]	frequency [hz]	E1 [Mpa]	E2 [Mpa]	E [Mpa]	d_E [°]	d_Ecorr [°]	Teff. [°C]	def (me)
5(1) °C	5(1)	1	4911	712	4962	8.28	8.25	5.0	15
	5	1	4881	712	4933	8.33	8.30	5.0	30
	5	1	4881	698	4931	8.17	8.14	5.0	60
	5	1	4913	705	4963	8.20	8.17	5.0	100
15(1) °C	15(1)	1	3274	699	3348	12.08	12.05	15.0	15
	15	1	3261	696	3334	12.08	12.05	15.0	30
	15	1	3309	714	3385	12.20	12.17	15.0	60
	15	1	3353	734	3432	12.38	12.35		100
25(1) °C	25(1)	1	2134	587	2213	15.42	15.39	25.0	15
	25	1	2117	606	2202	16.01	15.98	25.0	30
	25	1	2111	618	2200	16.35	16.32	25.0	60
	25	1	2154	641	2247	16.60	16.57		100
35(1) °C	35(1)	1	1254	420	1323	18.55	18.52	35.0	15
	35	1	1233	434	1307	19.43	19.40	35.0	30
	35	1	1236	444	1313	19.79	19.76	35.0	60
	35	1	1262	456	1342	19.91	19.88		100
45(1) °C	45(1)	1	793	273	839	18.99	18.96	45.0	15
	45	1	761	278	811	20.10	20.07	45.0	30
	45	1	746	282	798	20.73	20.70	45.0	60
	45	1	756	286	808	20.75	20.72		100
55(1) °C	55(1)	1	505	166	532	18.22	18.19	55.0	15
	55	1	485	169	513	19.29	19.26	55.0	30
	55	1	480	173	510	19.88	19.85	55.0	60
	55	1	489	174	519	19.64	19.61		100
25 °C_pre-tes	t 25	1	1954	581	2039	16.59	16.56	25.0	15
	25	1	1924	597	2014	17.26	17.23	25.0	30
	25	1	1922	617	2019	17.84	17.81	25.0	60
	25	1	1949	638	2051	18.15	18.12	25.0	100
25 °C_post-te	s 25	1	2197	594	2276	15.16	15.13	25.0	15
	25	1	2170	596	2250	15.38	15.35	25.0	30
	25	1	2181	612	2265	15.70	15.67	25.0	60
	25	1	2220	634	2309	15.97	15.94	25.0	100

Figura 75. Testa Data Linearity: a)1Hz e b) 10Hz per Malta4\_S1





Figura 76. In funzione dell'ampiezza di deformazione: a) E<sub>0</sub>; b) E<sub>1</sub>; c) φ; d) E<sub>2</sub> per la frequenza ad 1 Hz; e) E0; f) E<sub>1</sub>; g) φ; h) E<sub>2</sub> per 10 Hz, (Malta4\_S1).

Per lo studio della linearità si sono analizzate le direzioni lungo la quale si registra una variazione del modulo e dell'angolo di fase in funzione dell'ampiezza di deformazione. Queste direzioni sono state evidenziate tracciando delle rette di tendenza sul piano Black Space (Figura 77). In parallelo la stessa analisi è stata eseguita considerando il diagramma Cole-Cole e verificando le direzioni disegnate dalla variazione di  $E_1$  e  $E_2$  (Figura 78). Nella Figura 77 e Figura 78 sono stati rappresentati, assieme ai risultati delle prove di linearità, i modelli ottenuti analizzando le prove di modulo complesso alla deformazione di 30 µm/m.



Figura 77. Direzioni di non linearità sul Black Space, per Malta4\_S1 e modello 2S2P1D-HY corrispondente alla deformazione di prova di 30 µm/m.



Figura 78. Direzioni di non linearità sul diagramma Cole Cole, per Malta4\_S1 e modello 2S2P1D-HY corrispondente alla deformazione di prova di 30 μm/m.

L'orientamento delle rette di tendenza suggerisce la direzione e il verso dello spostamento, che il materiale evidenzierebbe nei suoi dati sperimentali se fosse stato testato ad un livello di deformazione differente da quello selezionato.

La Tabella 14 riporta i parametri estrapolati direttamente dalla regressione lineare dei dati di prova:

- sE<sub>1</sub> e E<sub>1\_0</sub> sono rispettivamente il coefficiente angolare (dunque la pendenza) e l'intercetta della retta di tendenza del modulo di restituzione E<sub>1</sub>, per ε=0;
- SE<sub>2</sub> e E<sub>2\_0</sub> sono rispettivamente il coefficiente angolare e l'intercetta della retta di tendenza del modulo di dissipazione E<sub>2</sub>, per  $\varepsilon$ =0;
- dE<sub>1</sub> rappresenta la differenza dei moduli di restituzione calcolati per il primo ed ultimo livello di deformazione (15 e 100 μm/m): dE<sub>1</sub> = E<sub>1(100)</sub> E<sub>1(15)</sub>;
- dE<sub>2</sub> rappresenta la differenza dei moduli di restituzione calcolati per il primo ed ultimo livello di deformazione (15 e 100  $\mu$ m/m):  $dE_2 = E_{2(100)} E_{2(15)}$ ;
- fr (Hz) è la frequenza ridotta.

Specimen		Malta1_1		Malta1_2		Malta2 S1		Malta2_2		Malta3_S1		Malta3_2		Malta4_1	
c	ode	1 (Hz)	10 (Hz)	1 (Hz)	10 (Hz)	1 (Hz)	10 (Hz)	1 (Hz)	10 (Hz)	1 (Hz)	10 (Hz)	1 (Hz)	10 (Hz)	1 (Hz)	10 (Hz)
5°C	sE0	1.5	1.6	0.6	0.3	1.4	1.7	1.9	2.2	-0.2	-	-0.2	-0.3	0.1	-0.3
	E0*	5404.0	7438.7	5473.7	7668.0	4964.4	6319.3	4449.0	5796.5	5176.5	-	5211.5	6140.5	5211.5	6140.5
	sE1	1.3	2.5	0.5	0.2	1.4	1.8	1.7	2.1	-0.2	-	-0.2	-0.2	-0.2	-0.2
	E1 0	5228.0	7272.0	5264.1	7513.2	4863.5	6232.2	4351.1	5715.6	5126.3	-	5161.0	6095.5	5161.0	6095.5
	sE2	0.9	0.3	0.5	0.4	0.2	-0.3	0.9	0.4	0.0	-	0.0	-0.6	0.0	-0.6
	E2 0	1368.2	1423.6	1500.0	1533.0	995.8	1045.4	928.8	964.8	719.4	-	724.1	742.6	724.1	742.6
	dE1	116.9	115.6	29.2	17.5	119.0	160.3	163.2	184 7	-9.5	-	-277	-37.4	-2.7.7	-374
	dE2	77.7	23.9	39.5	33.8	11.9	-25.9	77.4	35.5	3.2	-	-3.9	-58.3	-3.9	-58.3
	fr(Hz)	618.7	6187.1	599.4	5994.2	779.4	7794.0	854 3	8543.3	806.0	-	1350.4	13504.4	1350.4	13504.4
	sF0	010.7	1 4	0.8	1.1	1.0	1.4	2.1	1.8	2.9	-	-0.1	-0.6	1550.1	10001.1
	5D0*	2642.0	4435.5	2654.8	4570.2	2915.5	4210.3	2436.7	3788.7	3522.0	-	3585.5	4616.5	3317.5	4304.8
	sF1	0.7	1 7	0.8	0.9	0.8	1210.5	1 9	1 7	2.9		-0.1	-0.6	1.0	1301.0
	F1 0	2400.1	1203.8	2377 1	1325.0	2701 4	4088.0	2208.8	3663.7	3/58 5		3518.1	4554.8	3245.5	1238.2
1500	EI_0	0.6	4205.0	0.3	4325.9	0.6	4000.2	1.0	0.7	0.4	-	0.2	4334.0	0.5	4230.2
15 C	522	1104.6	1201.0	1102.2	1474.4	0.0 842.0	1004.0	0.00 /	065.2	665.0	-	602.2	-0.2	6975	-0.5
		60.7	125.7	60.2	14/4.4	642.0	115 7	150.7	905.2	120.1	-	20.2	747	70 /	/ 34.0
	dE1	52.1	123.7	27.1	47.0	04.8 54.7	115.7	139.7	133.0	130.1	-	-30.3	-/4./	/ 0.4	24.9
	dE2	52.1	49.8	27.1	47.9	54.7	15.2	87.8	20.5	1/.3	-	29.2	-20.4	35.1	-24.8
	fr(Hz)	19.9	198.7	20.7	207.3	20.5	205.2	24.4	243.7	19.4	-	27.5	2/5.4	18.4	184.2
	sE0	0.7	0.9	0.9	1.2	0.4	0.8	1.5	1.5	1.3	-	0.6	0.2	0.4	-0.4
	E0*	980.8	2209.1	881.7	2123.3	1554.8	2584.8	1068.6	2089.2	2480.5	-	2232.0	3185.0	2193.9	3210.0
	sE1	0.6	0.4	0.9	1.1	0.4	0.7	1.3	1.3	1.2	-	0.4	0.1	0.3	-0.4
	E1_0	796.7	1959.8	680.7	1835.1	1436.3	2447.8	930.0	1931.1	2417.4	-	2156.0	3107.6	2115.1	3126.7
25°C	sE2	0.3	0.5	0.3	0.5	0.3	0.4	0.6	0.9	0.6	-	0.5	0.2	0.6	0.1
	E2_0	572.1	1040.0	560.5	1068.1	595.4	830.4	526.3	797.4	555.9	-	577.7	697.9	583.0	726.6
	dE1	48.1	61.9	81.5	89.3	30.5	62.9	112.6	106.7	51.2	-	27.6	9.2	20.0	42.4
	dE2	27.2	34.8	22.4	39.3	25.6	38.5	56.7	83.8	22.5	-	39.0	18.2	53.5	29.2
	fr(Hz)	1.0	10.0	1.0	10.0	1.0	10.0	1.0	10.0	1.0	-	1.0	10.0	1.0	10.0
	sE0	0.1	0.6	0.3	1.0	0.0	0.4	0.8	1.2	0.2	-	0.0	0.3	0.3	0.8
	E0*	367.5	961.2	283.6	832.4	816.5	1503.8	434.4	1027.5	1689.5	-	1471.1	2201.5	1306.9	2025.3
	sE1	0.0	0.3	0.3	0.8	-0.1	0.2	0.7	1.0	0.1	-	-0.2	0.1	0.2	0.7
	E1_0	291.8	778.9	214.6	640.2	747.0	1386.0	360.1	889.0	1637.2	-	1414.6	2128.1	1238.2	1935.3
35°C	sE2	0.1	0.4	0.1	0.5	0.2	0.4	0.4	0.7	0.4	-	0.5	0.6	0.4	0.4
	E2_0	223.2	568.1	185.5	532.2	329.9	583.5	243.0	515.2	417.3	-	403.9	564.2	418.3	597.0
	dE1	-2.8	38.0	20.1	69.8	-15.3	19.3	63.7	90.7	-1.1	-	-27.1	-12.1	7.5	57.2
	dE2	6.8	37.1	10.3	38.1	13.9	31.2	35.6	60.9	19.7	-	48.2	43.8	36.1	34.9
	fr(Hz)	0.1	0.9	0.1	0.8	0.1	0.8	0.1	0.8	0.1	-	0.1	0.8	0.1	0.6
	sE0	0.0	0.4	-	-	-	-	0.2	0.8	0.5	-	-0.1	0.4	-0.3	0.2
	E0*	146.9	360.9	-	-	-	-	186.8	454.3	1137.0	-	937.9	1438.1	829.2	1323.5
	sE1	0.0	0.1	-	-	-	-	0.2	0.6	0.4	-	-0.2	0.3	-0.4	0.1
	E1 0	122.5	286.1	-	-	-	-	158.4	376.4	1104.6	-	898.2	1375.6	783.2	1248.5
45°C	sE2	0.0	0.2	-	_	-	-	0.1	0.5	0.6	-	0.3	0.5	0.1	0.3
	$F_{20}$	81.1	229.7		-	-	-	99.0	254.5	269.9		269.9	419.5	272.2	439.1
	dE1	0.0	25.6	_	_	_	_	15.1	57.1	16.8	-	-25.7	16.0	-37.7	1 9
	dE2	0.0	15.0	-	_	_	-	11.1	15 A	26.7	-	-23.7	10.0	13.3	27.3
	uL2	0.7	0.1	-	-	-	-	0.0	-0.1	20.7	-	0.0	45.5	15.5	0.1
	aE0	0.0	0.1	-	-	-	-	0.0	0.1	0.0	-	0.0	0.1	0.0	0.1
55°C	SEU EO*	60.2	172.0	-	-	-	-	101.2	217.4	0.2	-	-0.1	0.3	-0.1	0.2
		09.2	1/2.9	-	-	-	-	101.3	217.4	027.3	-	043.4	9/4.9	525.5	0.01.2
	SEI	0.1	-0.1	-	-	-	-	-0.1	100.4	0.1	-	-0.2	0.2	-0.1	0.2
	EI_0	58.6	138.6	-	-	-	-	93./	180.4	807.6	-	618.9	928.5	496.5	//8.5
	SEZ	0.0	-0.1	-	-	-	-	0.1	0.1	0.5	-	0.2	0.3	0.1	0.2
	E2_0	36.6	108.7	-	-	-	-	38.4	121.3	180.6	-	175.7	297.2	165.9	291.0
	dEl	8.4	4.2	-	-	-	-	-6.7	20.4	-1.7	-	-18.6	13.2	-16.0	11.8
	dE2	-1.6	-9.1	-	-	-	-	9.8	11.0	22.4	-	20.6	29.6	8.3	15.9
	fr(Hz)	0.0	0.0	-	-	-	-	0.0	0.0	0.0	-	0.0	0.0	0.0	0.0

ità
i

In Figura 79 e Figura 80 si illustrano l'andamento dei parametri (s $E_1$ , d $E_1$ , s $E_2$ , d $E_2$ ) in funzione della frequenza ridotta. Entrambe le coppie (s $E_1$ , s $E_2$ ); (d $E_1$ , d $E_2$ ) permettono di descrivere e rappresentare la non linearità in modo analogo sul diagramma Cole-Cole.

La Figura 80 a) mostra che per  $f \rightarrow -\infty$  la variazione del modulo di dissipazione risulta essere positivo, dE<sub>2</sub>>0, cioè in corrispondenza delle basse frequenze  $E_{2(100)} > E_{2(15)}$ . Pertanto, alle alte temperature, il modulo di dissipazione E<sub>2</sub> cresce all'aumentare dell'ampiezza di deformazione. Contemporaneamente per  $-\infty < f < +\infty$  si ottiene  $dE_2 < 0$ , ovvero al diminuire della temperatura, il modulo di dissipazione E<sub>2</sub> diminuisce all'aumentare della deformazione. Questa osservazione risulta essere coerente con ciò che è mostrato in Figura 78, dove all'aumentare della deformazione, l'orientamento positivo delle frecce suggerisce uno spostamento del diagramma Cole-Cole verso l'alto per poi mostrare un'inversione di segno all'aumentare della frequenza o al diminuire della temperatura. Per  $f \rightarrow +\infty$  ci si aspetta che la variazione del modulo di dissipazione risulti essere dE<sub>2</sub>=0, poiché alle bassissime temperature la componente viscosa si annulla. Questo stesso fenomeno può essere osservato sul valore della pendenza sE<sub>2</sub>, (Figura 79), e si presenta in egual modo per tutte e quattro le malte testate.



Figura 79. sE<sub>2</sub> e sE<sub>1</sub> in funzione della frequenza ridotta.



Figura 80. dE<sub>1</sub> e dE<sub>2</sub> in funzione della frequenza ridotta

Lo studio della non linearità con il parametro dE<sub>1</sub> (o sE<sub>1</sub>) risulta essere più complesso. Un valore negativo di dE<sub>1</sub> <0 descrive come all'aumentare della deformazione il modulo di restituzione E<sub>1</sub> del materiale diminuisca, viceversa un valore positivo della pendenza sE<sub>1</sub>>0 descrive un modulo E<sub>1</sub> che cresce all'aumentare dell'ampiezza di deformazione.

Tendenzialmente, per le malte testate, ci si aspetta che i valori di  $dE_1$  ricadano tutti in campo negativo o che siano prossimi allo zero. Al contrario, la maggior parte dei valori di dE1 ottenuti erano positivi indicando la possibilità che si siano verificati fenomeni di accumulo delle deformazioni, seppur sempre in campo LVE (dunque reversibili), specialmente per quanto riguarda la Malta 1 e la Malta 2.

Il comportamento naturale di un materiale sottoposto a trazione mostrerebbe un dE<sub>1</sub> sempre negativo con relativa assenza dell'accumulo di deformazione. Tuttavia, le prove realizzate sulle malte sono di compressione monoassiale e dunque, ad ogni ciclo applicato, l'incremento della deformazione potrebbe aver generato una leggera compattazione del provino che porta ad addensarlo, ragion per cui la pendenza di E<sub>1</sub> aumenta con  $\varepsilon$ . Per verificare che l'eventuale accumulo di deformazioni permanenti fosse comunque reversibile, i valori  $E_0 e \phi$  delle tre ripetizioni di prova svolte a 25°C sono stati confrontati.

Per ciascuno dei provini si è calcolata la variazione del modulo e dell'angolo di fase come segue:

$$dE_0 = \frac{E_{0II} - E_{0I}}{E_{0I}};$$
  $dE_0 = \frac{E_{0III} - E_{0I}}{E_{0I}};$ 

$$d\varphi = \varphi_{III} - \varphi_I; \qquad \qquad d\varphi = \varphi_{II} - \varphi_I;$$

dove:

 $E_{0II}$ ;  $E_{0III}$  = modulo di rigidezza della seconda/terza ripetizione dei 25°C;  $\varphi_{II}$ ;  $\varphi_{III}$  = angolo di fase della seconda/terza ripetizione dei 25°C;  $E_{0I}$ ;  $\varphi_{II}$  = modulo di rigidezza e angolo di fase della prima prova a 25°C.

Ad una prefissata temperatura, in questo caso per i 25°C, valori di dE<sub>0</sub> positivi, o d $\varphi$  negativi, potrebbero indicare l'attitudine del materiale ad accumulare deformazione permanente e quindi ad irrigidirsi nel tempo. Viceversa, valori di dE<sub>0</sub> negativi e d $\varphi$  positivi evidenziano la tendenza del materiale a non accumulare deformazione nel tempo. Per la Malta 1, Malta 2 e Malta3 (Figura 81 a, b, c, d, e, f) otteniamo valori di dE<sub>0</sub> e d $\varphi$  a cavallo dello zero, con variabilità inferiori al 5%, tale da escludere che siano avvenuti fenomeni di accumulo non reversibili. Al contrario per la Malta 4 (Figura 81 g, h) è stato registrato un aumento di rigidezza mediamente pari a circa l'8% e 10% alla seconda e terza ripetizione di prove a 25 °C. In concomitanza, è stata misurata una riduzione di 1 e 2 gradi rispettivamente dell'angolo di fase. Questo risultato potrebbe segnalare un leggero accumulo di deformazione da parte del materiale ma che andrebbe verificato con ulteriori indagini specifiche in quanto, comunque, l'entità della variabilità osservata è ridotta.











Figura 81. Valori di dE<sub>0</sub> (%) e dφ in funzione della frequenza: a) e b) Malta 1\_S1; c) e d) Malta2\_S2; e) e f) Malta3\_S1 e Malta3\_S2; g) e h) Malta4\_S1.

## 4.5 Confronto Malte - Mastici

La tesi di ricerca sperimentale "*Caratterizzazione reologica dei mastici bituminosi a freddo*" (Valerii, 2021) è stata focalizzata sulle attività descritte nel WP4, unico pacchetto di lavoro dell'ILT dedicato allo studio dei mastici. Nel presente paragrafo saranno confrontati i risultati ottenuti nella sperimentazione sui mastici e nella presente ricerca. La Figura 82 mostra i confronti realizzati tra i rispettivi materiali.



Figura 82. Schema dei materiali confrontati nell'ambito dell'ITL.

Un primo confronto tra i materiali viene rappresentato nel Black space (Figura 83) per la malta 2, il corrispondente mastice 2 e l'emulsione B usata per produrre entrambi i materiali. Dai risultati si osserva chiaramente che la malta presenta un comportamento reologico marcatamente differente rispetto a quello del mastice e del bitume residuo dell'emulsione. In particolare, si osserva come la malta sia più rigida rispetto ai materiali alle scale inferiori. Ciò è giustificato dalla composizione della malta che può essere considerata come un composito costituito da inclusioni di aggregato fine in una matrice di mastice. Pertanto, i risultati confermano un irrigidimento dovuto alla presenza delle inclusioni di aggregato fine. Si osserva inoltre che il mastice presenta valori dell'angolo di fase marcatamente superiori a quelli della malta. Ciò indica che la malta ha una risposta viscosa inferiore rispetto a quella del corrispondente mastice. Tale risultato è dovuto alla presenza della sabbia. Al contrario, il mastice e l'emulsione hanno comportamenti reologici molto simili, seppure sia possibile registrare un'azione di irrigidimento e di riduzione dell'angolo di fase dovuta all'aggiunta di inclusioni di filler e cemento al legante bituminoso. Lo stesso risultato è evidente confrontando le curve mastre del modulo di rigidezza e dell'angolo di fase dei materiali alle tre scale di osservazione, (Figura 84): emulsione (bitume residuo) e mastice presentano curve maestre simili, con valori massimi della rigidezza rispettivamente di circa 50 e 150 MPa e angoli di fase massimi misurati di 88° e 77°. Il mastice e il legante bituminoso hanno una maggior termodipendenza rispetto alla malta, che contrariamente
è caratterizzata dalla curva maestra del modulo di rigidezza con una pendenza più bassa e dunque da un comportamento meno termodipendente rispetto alla sua matrice legante.

Risultati molto simili sono stati ottenuti confrontando la malta 3 con il corrispondente mastice 3 ed emulsione B, e la malta 4 con il suo mastice 4 ed emulsione C.



Figura 83. Confronto sul Black space tra la malta 2, mastice 2 ed emulsione B.



Figura 84. Confronto tra le curve maestre della norma del modulo di rigidezza e dell'angolo di fase.

Un secondo confronto è stato realizzato osservando i parametri dei modelli di malte, mastici ed emulsioni. Infatti, anche per la modellazione reologica dei mastici e delle emulsioni è stato considerato il modello 2S2P1D-HY (in caso  $\varphi_0 = 0$  il modello diventa equivalente al modello 2S2P1D). La Tabella 15 riporta i parametri delle tre scale di osservazione, i valori riportati per la malta 2 fanno riferimento ai soli provini i cui risultati sono risultati attenibili, mentre i parametri delle modello riportati per la malta 3 sono quelli ottenuti modellando i risultati ottenuti come media delle due ripetizioni.

Specimen Code	Modulo vetroso (MPa)	Modulo di equilibrio (MPa)	k (-)	h (-)	d (-)	beta (-)	Logtau (-)	ф0(°)
Malta2_S2	12100	65	0.177	0.526	2.856	1815	-2.273	0.577
Malta3_media	8982	328	0.175	0.383	3.061	3311	-0.384	1.038
Malta4_S1	8810	257	0.173	0.426	2.759	1296	-0.673	1.412
Mastice 2	933	0.0005	0.387	0.740	3.722	32.047	-4.100	0.500
Mastice 3	1312	0.0001	0.387	0.740	5.580	16.173	-4.350	0.500
Mastice 4	1259	0.0003	0.308	0.732	7.088	97.198	-4.264	0.500
Emulsione B	631	0.000	0.387	0.740	5.557	10.000	-4.403	0.000
Emulsione C	851	0.000	0.308	0.732	7.572	41.082	-4.334	0.000

Tabella 15. Parametri dei modelli delle malte, mastici ed emulsioni.

La Figura 85 riporta il confronto tra i parametri del modello ottenuti per le malte e i corrispettivi mastici. In particolare, la Figura 85 a) e la Figura 85b) riportano, rispettivamente, il confronto tra i valori del modulo vetroso e del modulo di equilibrio: in entrambi i grafici i punti ricadono al di sopra della retta rossa inclinata a 45°, stando ad indicare come le malte presentano valori dei due moduli maggiore rispetto ai loro mastici. La maggiore rigidezza delle malte, alle alte e basse temperature, è dovuta alla presenza della sabbia, che opera un'azione di irrigidimento del mastice. La Figura 85 c) e la Figura 85 d) confronta invece i due parametri adimensionali k e h: in questo caso i punti ricadono al di sotto della linea rossa. Dunque, i mastici presentano valori superiori di h e k rispetto alle miscele. Ciò indica che i mastici presentano un comportamento viscoso più marcato rispetto alle corrispettive malte.

Infine, la Figura 85 e), la Figura 85 f) e la Figura 85 g) mostrano il confronto per i tre parametri:  $\delta$ , log $\tau$  e log $\beta$ . I mastici presentano valori di :  $\delta$  e log $\tau$  maggiori rispetto a quelli ottenuti per le corrispondenti malte. Diversamente  $\beta$  è superiore per le malte rispetto alle miscele. Essendo direttamente connesso all'invecchiamento del materiale, il maggiore valore di log $\beta$  potrebbe essere giustificato dal maggiore periodo di maturazione a cui sono state sottoposte le malte rispetto ai mastici, la cui maturazione è stata limitata ad un periodo di tempo di 7 giorni a 40 °C.



Figura 85. Confronto tra i parametri dei modelli di malte e mastici: a) modulo vetroso; b) modulo di equilibrio; c) k; d) h; e) δ; f) logτ; g) β.

### Conclusioni

L'obiettivo principale della presente tesi sperimentale è lo studio del comportamento reologico di malte bituminose a freddo. La risposta reologica di tali materiali dipende fortemente dalla loro composizione in termini di dosaggio dei leganti bituminosi e cementizi, dal comportamento reologico del legante bituminoso e dal suo invecchiamento. Pertanto, la finalità è quella di valutare gli effetti che le diverse tipologie di emulsione e la diversa natura mineralogica dell'aggregato causano sul comportamento reologico delle malte. In una prima parte della sperimentazione sono state eseguite prove di modulo complesso, per analizzare la risposta deformativa del materiale attraverso la costruzione delle curve maestre. Utilizzando il modello reologico 2S2P1D-HY sono state inoltre costruiti i modelli reologici di tutte le malte studiate. Nella seconda parte del programma sperimentale sono state realizzare prove di linearità per indagare la dipendenza o meno del modulo complesso dall'ampiezza di deformazione applicata all'interno del dominio LVE.

Dai risultati della sperimentazione è stato possibile trarre le seguenti conclusioni:

- Le malte testate hanno un comportamento dipendente dalla temperatura e dalla frequenza. Inoltre, sono termoreologicamente semplici e il principio di sovrapposizione tempo-temperatura può essere considerato valido.
- È possibile distinguere due gruppi di materiali caratterizzati da comportamenti reologici distinti: la Malta 1 e la Malta 2, prodotte con sabbia di quarzo, sono caratterizzate da una maggiore termodipendenza e da variazioni dell'angolo di fase superiori nel dominio di temperature e frequenze investigato rispetto alla Malta 3 e alla Malta 4, prodotte con sabbia calcarea. Dunque, le prime due malte presentano un comportamento più viscoso, maggiormente assimilabile a quello dei tradizionali materiali bituminosi, mentre le ultime due malte hanno un comportamento più elastico, più simile a quello dei materiali cementizi.
- Il modello 2S2P1D-HY, che modifica il tradizionale modello 2S2P1D per considerare fenomeni dissipativi dovuti alla presenza di legami cementizi e a fenomeni di attrito

interno, consente di modellare in maniera soddisfacente il comportamento reologico delle malte investigate.

- I parametri restituiti dalla modellazione reologica consentono di confermare ulteriormente le precedenti osservazioni: la Malta 1 e la Malta 2 risultano avere rigidezze maggiori alle basse temperature (alte frequenze) rispetto alla Malta 3 e alla Malta 4 che viceversa registrano una rigidezza maggiore alle alte temperature (basse frequenza) rispetto alle prime due. Inoltre, le malte 1 e 2 confermano un comportamento reologico più viscoso rispetto a quello delle malte 3 e 4.
- La caratterizzazione reologica delle malte in esame non ha consentito di riscontrare significativi effetti legati alla tipologia di emulsione. Al contrario, la distinzione dei due gruppi di materiali è legata fondamentalmente alla natura dell'aggregato. L'approfondimento e l'interpretazione di questi risultati richiederebbero ulteriori indagini specifiche sulla microstruttura delle malte, al fine di valutare con chiarezza quale sia l'interazione dell'aggregato con l'emulsione.
- Le prove di linearità hanno permesso di individuare piccoli effetti di non linearità. Nello specifico, generalmente a basse frequenze la componente dissipativa del modulo complesso cresce all'aumentare dell'ampiezza di deformazione, all'aumentare della frequenza tende invece a diminuire all'aumentare della deformazione. Diversamente, la componente elastica del modulo complesso aumenta all'aumentare dell'ampiezza della deformazione denotando una tendenza ad accumulare deformazioni permanenti. Ciò indica che per caratterizzare reologicamente le malte a freddo potrebbe essere più corretto eseguire prove in regime di trazione-compressione anziché di sola compressione come quelle prese in esame.
- Il confronto tra i risultati ottenuti sulle malte nella presente ricerca e quelli sui corrispettivi mastici ha evidenziato che i materiali alle due scale presentano comportamenti reologici significativamente differenti. La sabbia incrementa la rigidezza delle malte rispetto a quella misurata per i mastici. Inoltre, i mastici hanno evidenziato un comportamento marcatamente più viscoso e simile a quello dei leganti bituminosi. Tali osservazioni sono confermate anche dai parametri diversi del modello 2S2P1D-HY.

## Bibliografia

- Aigner, E., Lackner, R., & Pichler, C. (2009). Multiscale prediction of viscoelastic properties of asphalt concrete. *Journal of Materials in Civil Engineering*, *21*(12), 771-780.
- Allen, D.H., Little, D.N., Soares, R.F., and Berthelot, C., 2017. Multi-scale computational model for design of flexible pavement-part I: expanding multi-scaling. International Journal of Pavement Engineering.
- Aragão, F. T. S., Badilla-Vargas, G. A., Hartmann, D. A., de Oliveira, A. D., & Kim, Y. R. (2017). Characterization of temperature-and rate-dependent fracture properties of fine aggregate bituminous mixtures using an integrated numerical-experimental approach. *Engineering Fracture Mechanics*, 180, 195-212.
- Ashmawy, A.K., Salgado, R., Guha, S., and Drnevich, V.P., 1995. Soil Damping and Its Use in Dynamic Analyses. Third International Conference on Recent Advances in Geotechnical Earthquake Engineering & Soil Dynamics-Session 1-Static and Dynamic Engineering Soil Parameters and Constitutive Relations of Soils.
- Caro, S., Masad, E., Airey, G., Bhasin, A., & Little, D. (2008). Probabilistic analysis of fracture in asphalt mixtures caused by moisture damage. *Transportation Research Record*, 2057(1), 28-36.
- Cucalon, Lorena Garcia, et al. "A multiscale model for predicting the viscoelastic properties of asphalt concrete." *Mechanics of Time-Dependent Materials* 20.3 (2016): 325-342.
- Di Benedetto, H., Mondher, N., Sauzéat, C., & Olard, F. (2007). Three-dimensional thermoviscoplastic behaviour of bituminous materials: the DBN model. *Road Materials and Pavement Design*, 8(2), 285-315.
- Di Benedetto, H., Olard, F., Sauzéat, C., & Delaporte, B. (2004). Linear viscoelastic behaviour of bituminous materials: From binders to mixes. *Road Materials and Pavement Design*, 5(sup1), 163-202.
- Eberhardsteiner, L., Hofko, B., & Blab, R. (2016). Prediction of Hot Mix Asphalt Stiffness Behavior by Means of Multiscale Modeling. In 8th RILEM International Conference on Mechanisms of Cracking and Debonding in Pavements (pp. 33-38). Springer, Dordrecht.

- Fadil, H., Jelagin, D., Larsson, P. L., & Partl, M. N. (2019). Measurement of the viscoelastic properties of asphalt mortar and its components with indentation tests. *Road Materials* and Pavement Design, 20(sup2), S797-S811.
- Fakhari Tehrani, F., Absi, J., Allou, F., & Petit, C. (2018). Micromechanical modelling of bituminous materials' complex modulus at different length scales. *International Journal of Pavement Engineering*, 19(8), 685-696.
- Fakhari Tehrani, F., Absi, J., Allou, F., & Petit, C. (2018). Micromechanical modelling of bituminous materials' complex modulus at different length scales. *International Journal of Pavement Engineering*, 19(8), 685-696.
- Ferry, J.D., 1980. Viscoelastic properties of polymers.
- Fu, J., Yang, Y., Zhang, X., & Wang, F. (2018). Different strain distributions of cementemulsified asphalt concrete pavement between the macro-and meso-scale. *Road Materials and Pavement Design*, 19(2), 470-483.
- Fu, J., Zhang, X., & Wang, F. (2015). The meso structure and strain distribution analysis of cement emulsified asphalt concrete. *International Journal of Pavement Research and Technology*, 8(3), 179.
- Genta, G. (2009). Vibration dynamics and control (Vol. 616). New York: Springer.
- Gergesova, M., et al. "The closed form tTP shifting (CFS) algorithm." *Journal of Rheology* 55.1 (2011).
- Gibson, R.F., 2016. Principles of Composite Material Mechanics. Principles of Composite Material Mechanics.
- Godenzoni, C., Bocci, M., & Graziani, A. (2017). Rheological characterization of cold bituminous mastics produced with different mineral additions. In *Transport Infrastructure and Systems* (pp. 185-192). CRC Press.
- Graziani, A., Mignini, C., Bocci, E., & Bocci, M. (2019). Complex modulus testing and rheological modeling of cold-recycled mixtures. *Journal of Testing and Evaluation*, 48(1), 120-133.
- Graziani, A., Raschia, S., Mignini, C., Carter, A., & Perraton, D. (2020). Use of fine aggregate matrix to analyze the rheological behavior of cold recycled materials. *Materials and Structures*, 53(4), 1-16.
- Grilli, Andrea, Andrea Graziani, and Maurizio Bocci. "Compactability and thermal sensitivity of cement–bitumen-treated materials." *Road Materials and Pavement Design* 13.4 (2012): 599-617.

- Gundla, A., Gudipudi, P., & Underwood, B. S. (2017). Evaluation of the sensitivity of asphalt concrete modulus to binder oxidation with a multiple length scale study. *Construction and Building Materials*, *152*, 954-963.
- Hesami, E., Jelagin, D., Kringos, N., & Birgisson, B. (2012). An empirical framework for determining asphalt mastic viscosity as a function of mineral filler concentration. *Construction and Building Materials*, 35, 23-29.
- Izadi, A., Motamed, A., and Bhasin, A., 2011. Designing Fine Aggregate Mixtures to Evaluate Fatigue Crack-Growth in Asphalt Mixtures, Report 161022-1 Center for Transportation Research The University of Texas at Austin 1616 Guadalupe Street Austin.
- Lin, J., Hong, J., & Xiao, Y. (2017). Dynamic characteristics of 100% cold recycled asphalt mixture using asphalt emulsion and cement. *Journal of Cleaner Production*, 156, 337-344.
- Mangiafico, S., Di Benedetto, H., Sauzéat, C., Olard, F., Pouget, S., & Planque, L. (2013). Influence of reclaimed asphalt pavement content on complex modulus of asphalt binder blends and corresponding mixes: experimental results and modelling. *Road Materials and Pavement Design*, 14(sup1), 132-148.
- Mangiafico, S., Di Benedetto, H., Sauzéat, C., Olard, F., Pouget, S., & Planque, L. (2014). New method to obtain viscoelastic properties of bitumen blends from pure and reclaimed asphalt pavement binder constituents. *Road materials and pavement design*, 15(2), 312-329.
- Mignini, C., Cardone, F., & Graziani, A. (2018). Experimental study of bitumen emulsioncement mortars: mechanical behaviour and relation to mixtures. *Materials and structures*, 51(6), 1-14.
- Mignini, C., Cardone, F., & Graziani, A. (2021). Using fine aggregate matrix mortars to predict the curing behaviour of cement bitumen treated materials produced with different cements. *Construction and Building Materials*, *268*, 121201.
- Miljković, M., & Radenberg, M. (2014). Fracture behaviour of bitumen emulsion mortar mixtures. *Construction and Building Materials*, 62, 126-134.
- Miljković, M., Graziani, A., and Mignini, C., 2020. Interphase relations in the characterisation of bitumen emulsion-cement composites. In: Proceedings of ISBM Lyon 2020. RILEM
- Miljković, M., Radenberg, M., Fang, X., & Lura, P. (2017). Influence of emulsifier content on cement hydration and mechanical performance of bitumen emulsion mortar. *Materials* and Structures, 50(3), 1-14.
- Nguyen, Quang Tuan, Hervé Di Benedetto, and Cédric Sauzéat. "Linear and nonlinear viscoelastic behaviour of bituminous mixtures." *Materials and Structures* 48.7 (2015).

- Olard, F., & Di Benedetto, H. (2003). General "2S2P1D" model and relation between the linear viscoelastic behaviours of bituminous binders and mixes. *Road materials and pavement design*, *4*(2), 185-224.
- Olard, F., Di Benedetto, H., Dony, A., & Vaniscote, J. C. (2005). Properties of bituminous mixtures at low temperatures and relations with binder characteristics. *Materials and structures*, *38*(1), 121-126.
- Pichler, C., Lackner, R., & Aigner, E. (2012). Generalized self-consistent scheme for upscaling of viscoelastic properties of highly-filled matrix-inclusion composites–application in the context of multiscale modeling of bituminous mixtures. *Composites Part B: Engineering*, 43(2), 457-464.
- Sayegh, G., 1967. Viscoelastic properties of bituminous mixtures. 2nd International Conference on the Structural Design of Asphalt Pavements. University of Michigan, Ann Arbor.
- Schwartz, C. W., & Khosravifar, S. (2013). Design and evaluation of foamed asphalt base materials (No. MD-13-SP909B4E). Maryland. State Highway Administration. Office of Policy & Research.
- Sefidmazgi, N. R., Teymourpour, P., & Bahia, H. U. (2013). Effect of particle mobility on aggregate structure formation in asphalt mixtures. *Road materials and pavement design*, 14(sup2), 16-34.
- Stimilli, A., Ferrotti, G., Graziani, A., & Canestrari, F. (2013). Performance evaluation of a cold-recycled mixture containing high percentage of reclaimed asphalt. *Road Materials* and Pavement Design, 14(sup1), 149-161.
- Tschoegl, N. W., Knauss, W. G., & Emri, I. (2002). The effect of temperature and pressure on the mechanical properties of thermo-and/or piezorheologically simple polymeric materials in thermodynamic equilibrium–A critical review. *Mechanics of Time-Dependent Materials*, 6(1), 53-99.
- Underwood BS, Kim YR, "Effect of volumetric factors on the mechanical behaviour of asphalt fine aggregate matrix and the relationship to asphalt mixture properties", Construction and Building Materials, 49, 672-681, 2013.
- Underwood, B. S. (2015a). Multiscale modeling approach for asphalt concrete and its implications on oxidative aging. In *Advances in asphalt materials* (pp. 273-302). Woodhead Publishing.
- Underwood, B. S., "Multiscale modeling approach for asphalt concrete and its implications on oxidative aging". In Advances in Asphalt Materials: Road and Pavement Construction (pp. 273-302), 2015b.

- UNI EN 1097-4: Prove per determinare le proprietà meccaniche e fisiche degli aggregati Parte4: Determinazione della porosità del filler secco compattato.
- UNI EN 1097-7: Prove per determinare le proprietà meccaniche e fisiche degli aggregati Parte 7: Determinazione della massa volumica del filler - Metodo con picnometro.
- UNI EN 12697-5: Metodi di prova per conglomerati bituminosi a caldo Parte 5: Determinazione della massa volumica massima.
- UNI EN 12697-6: Metodi di prova per conglomerati bituminosi a caldo Parte 6: Determinazione della massa volumica in mucchio di provini bituminosi.
- UNI EN 12697-8: Metodi di prova per conglomerati bituminosi a caldo Determinazione delle caratteristiche dei vuoti di provini bituminosi.
- UNI EN 13808:2013 Bitumi e leganti bituminosi Quadro di riferimento delle specifiche per le emulsioni cationiche bituminose.
- Valerii Virginia 2021 "Caratterizzazione reologica di mastici bituminosi a freddo". Tesi di laurea, Università Politecnica delle Marche.
- Zhang, Y., & Leng, Z. (2017). Quantification of bituminous mortar ageing and its application in ravelling evaluation of porous asphalt wearing courses. *Materials & Design*, 119, 1-11.

# Allegati

Si riportano in allegato i grafici del Black Space e del diagramma Cole-Cole di tutte malte testate, sulle quali sono state tracciate le direzioni di non linearità, attraverso i dati restituiti dalle prove di linearità:



#### • Malta1\_S1



• Malta2\_S1



• Malta2\_S2



• Malta3\_S1



#### • Malta3\_S2





