



UNIVERSITÀ POLITECNICA DELLE MARCHE
FACOLTÀ DI INGEGNERIA

Corso di Laurea Magistrale in Ingegneria Civile
Dipartimento di Ingegneria Civile, Edile e Architettura (DICEA)

**CARATTERIZZAZIONE REOLOGICA DEI
MASTICI BITUMINOSI A FREDDO**

**RHEOLOGICAL CHARACTERIZATION OF COLD
BITUMINOUS MASTICS**

Relatore:

Prof. Ing. Andrea Graziani

Tesi di laurea di:

Virginia Valerii

Correlatore:

Dott. Ing. Chiara Mignini

Anno Accademico 2020-2021

Sommario

Sommario	2
Introduzione.....	5
Stato dell'arte	7
1.1 Miscele bituminose riciclate a freddo	7
1.1.1 Materiali	8
1.1.1.1 Aggregati.....	8
1.1.1.2 Legante.....	9
1.1.2 Tipologie di miscele a freddo.....	12
1.2 Dalle miscele ai mastici bituminosi: l'approccio multiscala.....	13
1.2.1 Mastici bituminosi a freddo.....	17
1.3 RILEM TC 280 Interlaboratory Test.....	19
1.3.1 Organizzazione dell'ILT	19
Viscoelasticità lineare delle miscele bituminose a freddo.....	21
2.1 Viscoelasticità lineare	21
2.1.1 Rappresentazioni	29
2.1.2 Curva Maestra	31
2.2 Modellazione reologica.....	34
2.2.1 Modello Huet-Sayegh.....	35
2.2.2 Modello 2S2P1D.....	36
2.2.3 Modello 2S2P1D-HY	37

2.3	Modulo Complesso dei mastici bituminosi	38
	Materiali e metodi	43
3.1	Materiali	43
3.1.1	Emulsione Bituminosa	43
3.1.2	Filler	44
3.1.3	Cemento	45
3.1.4	Composizione Mastici Bituminosi	45
3.1.4.1	Codifica dei campioni	48
3.2	Metodi	48
3.2.1	Caratterizzazione fisica del filler.....	49
3.2.1.1	Massa volumica del filler	49
3.2.1.2	Porosità del filler secco	52
3.2.2	Preparazione dei campioni	55
3.2.3	Strumentazione di prova.....	59
3.2.3.1	Dynamic Shear Rheometer.....	59
3.2.3.2	Apparecchiatura di prova	60
3.2.3.3	Configurazione di prova “piatto-piatto”	62
3.2.4	Procedura di prova.....	66
3.2.5	Misurazione del Modulo Complesso.....	71
3.2.5.1	Prova di Strain Sweep	72
3.2.5.2	Frequency sweep	74
3.2.5.3	Costruzione delle Master Curve	76
3.2.5.4	Modellazione Reologica.....	77
3.3	Obiettivo.....	78
3.3.1	Programma Sperimentale	78
	Analisi dei risultati sperimentali.....	80
4.1	Esempio di elaborazione dei risultati	80
4.1.1	Dati sperimentali	80

4.1.2	Costruzione delle curve maestre.....	90
4.1.3	Modellazione reologica dei dati sperimentali.....	93
4.2	Modulo Complesso dei mastici bituminosi a freddo.....	96
4.2.1	Strain sweep	96
4.2.2	Frequency sweep	96
4.3	Modellazione reologica.....	98
4.3.1	Confronto tra emulsioni.....	103
4.3.2	Effetto del tempo di maturazione	104
4.3.3	Effetto della concentrazione delle aggiunte minerali	105
4.3.4	Effetto del tipo di emulsione	107
4.3.5	Effetto del tipo di filler.....	109
4.3.6	Effetto del cemento	111
4.4	Confronto Mastici - Malte.....	112
	Conclusioni.....	117
	Riferimenti bibliografici.....	119
	Appendice A - Grafici di confronto.....	126

Introduzione

L'uso di materiali bituminosi a freddo (*cold bitumen emulsion materials*, CBEM) per la costruzione la manutenzione e la riabilitazione di pavimentazioni è costantemente aumentato negli ultimi 20 anni soprattutto grazie ai benefici economici ed ambientali che questi materiali apportano paragonati alle tradizionali miscele a caldo. Le miscele bituminose a freddo sono infatti un materiale chiave in ottica di sostenibilità ambientale in quanto consentono un minor consumo energetico ed una riduzione delle emissioni di CO₂, rispetto alle convenzionali miscele calde. Inoltre consentono un risparmio sul consumo di aggregato vergine, favorendo l'uso di aggregati riciclati, con conseguente riduzione dei costi legati all'approvvigionamento di nuove materie prime e di discarica..

Attualmente le emulsioni bituminose sono classificate in base alle norme EN 13808, ASTM D977/D2397, e AASTHO M 208/M 316. Queste normative classificano le emulsioni sulla base di proprietà quali la polarità, il tipo e contenuto di bitume, la viscosità, il comportamento alla rottura, ecc. Basare la caratterizzazione delle emulsioni solo su queste normative è insufficiente in quanto non consente di stabilire una relazione con il comportamento fisico-meccanico delle miscele in vera grandezza utilizzate nella pavimentazione stradale. Tuttavia, stabilire il legame tra le proprietà delle emulsioni e delle miscele è essenziale per il corretto progetto di queste ultime. Tali esigenze sono state raccolte dal comitato tecnico del RILEM, TC 280-CBE "Multiphase characterisation of cold bitumen emulsion materials". In quest'ottica, il gruppo di lavoro TG1 ha proposto un test interlaboratorio (*interlaboratory test*, ILT) per stabilire un legame tra le proprietà dell'emulsione e le proprietà delle miscele CBE. Tale ILT si basa sull'applicazione di un approccio multiscala ai materiali CBE prendendo in considerazione il mastice (emulsione bituminosa, cemento e filler) e la malta (aggregato, mastice).

L'obiettivo della seguente tesi è indirizzato allo svolgimento delle attività descritte nel work package 4 dell'ILT che considera la caratterizzazione reologica di emulsioni bituminose e mastici bituminosi a freddo, attraverso prove di modulo complesso. Nello specifico sono stati

confezionati dieci tipi di mastici, diversi nella tipologia e concentrazione di filler e cemento e nella tipologia di emulsione bituminosa adottata.

La caratterizzazione delle miscele è stata eseguita per mezzo del reometro rotazionale presso il Laboratorio di Infrastrutture Viarie dell'Università Politecnica Delle Marche. La sperimentazione ha consentito di valutare l'effetto del tempo di maturazione, della tipologia di emulsione e della tipologia e concentrazione delle aggiunte minerali (filler e cemento) sulla risposta viscoelastica lineare dei mastici bituminosi a freddo.

La presente tesi di laurea è così strutturata:

- Capitolo 1 (“Stato dell’arte”): viene illustrato lo stato dell’arte dei mastici bituminosi a freddo, inquadrando il contesto e le motivazioni della presente ricerca;
- Capitolo 2 (“Viscoelasticità lineare dei mastici bituminosi a freddo”): vengono descritti gli aspetti fenomenologici di base della teoria della viscoelasticità lineare e si riassumono brevemente alcune ricerche sulla viscoelasticità dei mastici;
- Capitolo 3 (“Materiali e Metodi”): viene presentata l’indagine sperimentale, descrivendo i materiali testati, le apparecchiature utilizzate e le procedure di prova seguite;
- Capitolo 4 (“Analisi dei Risultati”): vengono presentati e analizzati i risultati della sperimentazione;
- Conclusioni;
- Appendice A: riporta i grafici di confronto tra tutti i mastici sulla base dei diversi effetti presi in esame nella ricerca.

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 riciclate 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 fresato (*Reclaimed Asphalt*, RA), proveniente dalla fresatura degli strati ammalorati della pavimentazione ed 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 l'1% 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 miscelazione, 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

1.1.1.1 Aggregati

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.

1.1.1.2 Legante

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 cementizi.

I leganti cementizi, ovvero idraulici, promuovono la rigidità, mentre i leganti bituminosi tendono a rendere un materiale più duttile. 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 di carico che uno strato può sopportare prima che si manifesti una fessurazione. Nelle miscele a freddo il legante bituminoso, per 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 leganti.

Bitume Schiumato

Il bitume schiumato consiste in uno stato di temporanea bassa viscosità del legante. La schiumatura avviene 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 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

Con le emulsioni la viscosità del bitume viene ridotta grazie all'impiego di acqua. Si definisce emulsione un sistema eterogeneo costituito da almeno due liquidi 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).

La rottura delle emulsioni bituminose e la seguente presa sui granuli di aggregato si articola in tre fasi (Figura 1):

- a. decantazione, in cui le gocce di bitume sedimentano sulla superficie del granulo d'aggregato;
- b. flocculazione, ovvero le gocce di bitume sedimentate si raggruppano in flocculi;
- c. coagulazione, ha inizio quando le gocce di bitume flocculate 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.

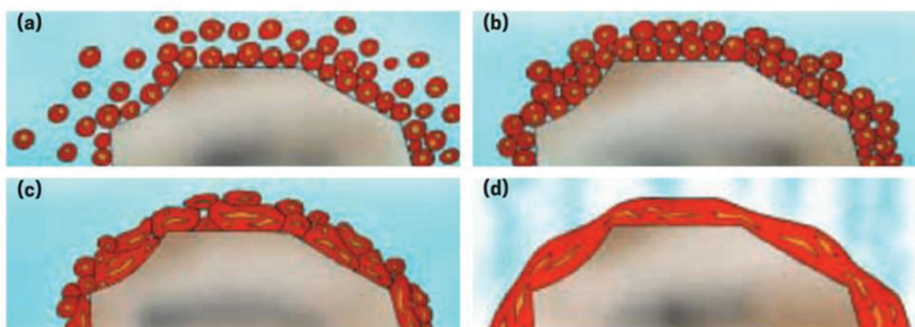


Figura 1 Fasi della rottura di un'emulsione: (a) decantazione; (b) flocculazione; (c) coagulazione; (d) presa.

Un'emulsione necessita di emulsionanti che la mantengano stabile ostacolando la prematura flocculazione e la coalescenza delle goccioline di bitume (Figura 2). 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), o basiche;
- emulsioni bituminose cationiche (carica positiva), o acide.

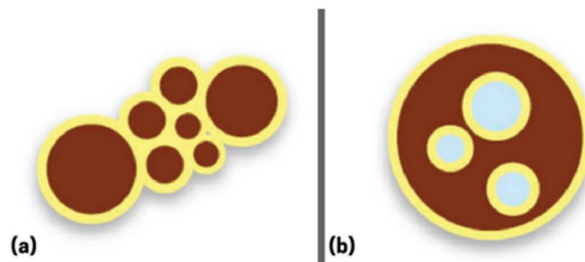


Figura 2 a) Flocculazione; b) coagulazione.

Le emulsioni sono classificate in funzione del contenuto di bitume residuo e della velocità di rottura. In base ad essa, le emulsioni possono essere a rottura super rapida (RR), rapida (R), media (M), lenta (L) o sovrastabilizzata (LL).

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 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, rapida a 10, emulsione sovrastabilizzata).

Cemento

La presenza del cemento nelle miscele conferisce rigidità e ne incrementa dunque la capacità portante, migliorando la distribuzione dei carichi di traffico sugli strati sottostanti; tuttavia, una rigidità 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 tra 1.5% e 2.5%. Anche a piccoli dosaggi (meno dell'1% in massa di aggregato secco), il cemento ha importanti effetti sul processo di rottura e presa dell'emulsione migliorandone le prestazioni a breve termine. Due principali cause di rottura dell'emulsione bituminosa a contatto con aggregati minerali sono state descritte da Lesueur e Potti (2004): l'aumento della concentrazione di goccioline di bitume e la scomparsa della repulsione elettrostatica tra le goccioline di bitume. L'uso del cemento in impasti freddi influisce su entrambe le cause, in quanto: a) l'idratazione del cemento sottrae acqua libera alla miscela

(Garcia et al., 2013), contribuendo così alla coalescenza delle goccioline di bitume e b) produce un aumento del pH che può neutralizzare l'azione stabilizzante di emulsionanti cationici (Wang et al., 2013). A questo proposito, le emulsioni sovrastabilizzate sono specificamente formulate per consentire la miscelazione di alti dosaggi di cemento evitando la rottura prematura.

1.1.2 Tipologie di miscele a freddo

Nelle miscele a freddo con emulsione bituminosa, risulta di fondamentale importanza il rapporto tra bitume e cemento nello sviluppo delle caratteristiche meccaniche. In funzione di tale rapporto l'Asphalt Academy individua diverse tipologie di miscele, come si evince dalla Figura 3 (Grilli et al., 2012). Come interpretazione generale del grafico si può osservare come all'aumentare del quantitativo di cemento aumenti la rigidità 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 si aumenta il contenuto di cemento della miscela fino ad arrivare a materiali in cui è utilizzato solo cemento come legante, mentre spostandosi a destra sull'ascissa si aumenta il contenuto di bitume.

Tra i materiali prodotti con solo cemento si hanno i materiali legati a cemento CTM (*Cement Treated Materials*), che presentano un contenuto di cemento tra il 2 e il 6% e contenuto di bitume nullo e il calcestruzzo (*Portland Cement Concrete, PCC*), se viene aggiunto solo il cemento in quantità maggiore del 6%. Questo materiale mostra, in genere, alta stabilità e tendenza a cracking prematuro (comportamento fragile). In campo stradale è impiegato per la produzione di pavimentazioni rigide. I materiali stabilizzati con bitume, BSM (*Bitumen Stabilized Materials*) sono prodotti caratterizzati da una prevalenza di legante bituminoso (emulsione bituminosa o bitume schiumato); in questo caso il bitume residuo solitamente non supera il 3%. Può essere utilizzato fino all'1% di cemento come filler "attivo" ed influisce solo sul processo di rottura dell'emulsione. La miscela BSM presenta dunque un comportamento meccanico simile a quello di un misto granulare stabilizzato.

I materiali legati con cemento e bitume CBTM (*Cement-Bitumen Treated Materials*) sono caratterizzati dalla presenza contemporanea del legante bituminoso e quello cementizio che vengono utilizzati come co-leganti. Il dosaggio di bitume residuo e cemento è generalmente compreso tra 1 e 3% e il rapporto B/C è di circa 1.

Rispetto ai BSM, i materiali CBTM guadagnano più rigidità e coesione e, al contempo, la presenza del cemento ne riduce la termodipendenza. Infine, vi sono i conglomerati bituminosi a freddo, CMA (*Cold Mix Asphalt*), miscele ad elevato contenuto di bitume, tra il 3 e

il 6% (con poco cemento, al massimo dosato al 2%). Manifestano un comportamento simile ai tradizionali conglomerati bituminosi a caldo, HMA (*hot mix asphalt*), e sono generalmente impiegati negli strati di base e collegamento.

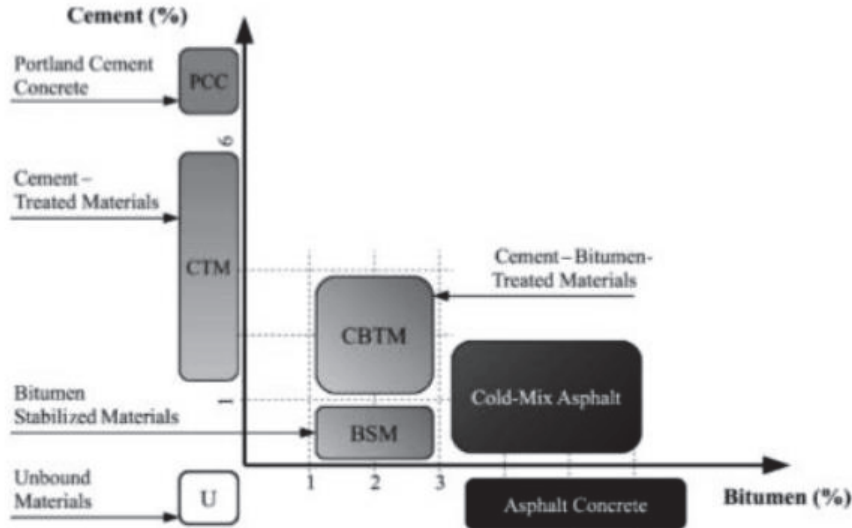


Figura 3 Classificazione delle miscele stradali in funzione del contenuto di legante cementizio e bituminoso.

I materiali bituminosi a freddo sono caratterizzati da un comportamento evolutivo dovuto al fatto che sia la rottura dell'emulsione che l'idratazione del cemento e l'evaporazione dell'acqua richiedono un tempo durante il quale si misura uno sviluppo delle proprietà meccaniche e la modifica delle proprietà fisiche della miscela. La valutazione del processo evolutivo delle proprietà meccaniche, noto come maturazione, è quindi della massima importanza pratica perché le miscele fredde appena miscelate dovrebbero essere plastiche e lavorabili per consentire la posa e la compattazione, mentre dopo la costruzione lo sviluppo della coesione interna e delle adeguate proprietà meccaniche dovrebbero essere il più rapide possibile, al fine di consentire la costruzione degli strati superiori e l'apertura al traffico (Graziani et al., 2016).

1.2 Dalle miscele ai mastici bituminosi: l'approccio multiscale

Per definizione, un materiale composito è ottenuto dalla combinazione di due o più materiali che presentano proprietà meccaniche e fisiche diverse tra loro. Generalmente i materiali che lo

compongono presentano fasi differenti tali che uno di essi costituisce una regione continua interconnessa (matrice) e l'altro agisce come un rinforzo, tipicamente di tipo discontinuo (disconnessione). Si possono individuare tre principali categorie di materiali compositi: rinforzati con particolati, lamellari e fibro-rinforzati. In commercio esistono poi dei compositi ottenuti dalla combinazione di queste categorie. Il materiale risultante presenta delle caratteristiche fisico-meccaniche, ottenute dalla combinazione di quelle dei materiali di origine, che risultano superiori o comunque più idonee all'uso per il quale lo si prefigge.

Esempi di materiali compositi adottati in ingegneria civile sono il calcestruzzo e il cemento armato. Il calcestruzzo è un composito rinforzato con particolato: esso, infatti, è costituito da una matrice cementizia che lega particelle di diverse dimensioni. Nel cemento armato, invece, la matrice continua è costituita dal calcestruzzo stesso e il rinforzo dalle barre di acciaio annegate in esso, che sono introdotte allo scopo di aumentare la resistenza agli sforzi di trazione del calcestruzzo.

Anche le miscele bituminose comunemente impiegate per la realizzazione delle pavimentazioni flessibili, possono essere assunte come dei compositi. I conglomerati bituminosi a caldo (HMA) e i tiepidi (*Warm Mix Asphalt*, WMA) e le miscele a freddo sono di fatto compositi costituiti da una regione omogenea interconnessa, chiamata anche matrice, con inclusioni di particolato (Gibson, 2016). Al fine di cogliere più a fondo l'influenza dei diversi costituenti sul comportamento della miscela è opportuno studiare oltre alle proprietà di ciascuno di essi, le loro interazioni a diverse scale. L'approccio multi-scala per indagare il comportamento dei materiali compositi è molto diffuso in quanto consente di sottolineare i processi fisici che influenzano le proprietà macroscopiche del materiale.

A partire dalla macroscala rappresentata dalla pavimentazione stradale, si può osservare che esistono altre 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 et al., 2016) passando dalle proprietà macro-, meso-, micro- fino a quelle atomiche. Alla macro-scala la sovrastruttura stradale è dunque 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.

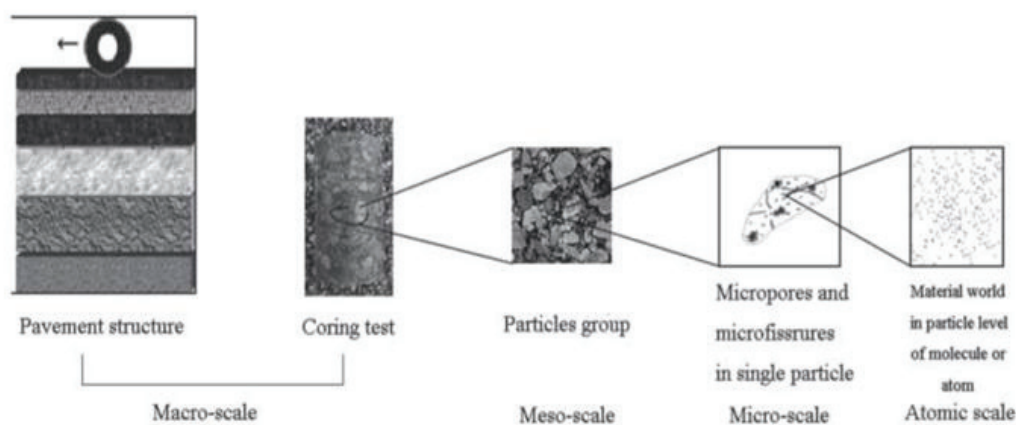


Figura 4 Studio multi-scala: scale di osservazione dei materiali componenti la pavimentazione stradale.

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^{-6} e 10^{-5} 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 (effettivo, cioè quello non assorbito dall'aggregato ma quello che lo ricopre) con inclusioni di particelle di filler, con una dimensione massima inferiore a $1,25 \cdot 10^{-4}$ 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 delle miscele a caldo, 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^{-3} 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^{-2} e 10^{-1} m;
- La pavimentazione, la macroscale che varia tra 10^{-1} e 10^3 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.

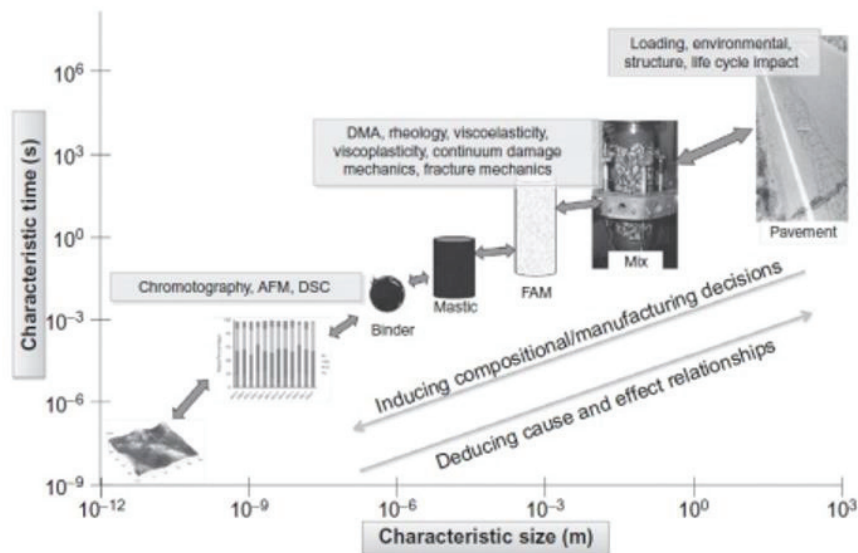


Figura 5 Scale coinvolte nell'indagine multiscala dei conglomerati bituminosi a caldo (Underwood, 2015 a).

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 complete. Pertanto, le indagini multiscala possono essere strumenti efficaci per dedurre le relazioni causa-effetto, se applicate dalle scale più piccole alle più grandi (*upscaling*). Lo studio dalle scale più 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).

In diversi studi (Underwood et al., 2011 e Western Reaserch Institute, 2010) infatti, la modellazione multi-scala dei conglomerati bituminosi a caldo consisteva nel prendere in considerazione le due fasi (la fase matrice e le particelle) che venivano sottoposte a simulazioni nelle quali gli step successivi utilizzavano, come input, i risultati dei precedenti. Ad esempio, la prima fase della simulazione può prevedere lo studio del mastice composto da bitume (in qualità di fase matrice) e particelle di diametro inferiore a 75-100 μm . Le proprietà del mastice divengono, poi, l'input per la simulazione alla scala immediatamente superiore di cui esso va a costituire la fase legante. Il processo continuava così fino ad arrivare a predire le proprietà della miscela attraverso la Fine Aggregate Matrix (FAM), la scala immediatamente superiore al mastice e subito più piccola della miscela

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. Ciò è dovuto principalmente all'introduzione relativamente recente di questi materiali nelle applicazioni stradali rispetto ai tradizionali conglomerati bituminosi a caldo. A questo si aggiunge il livello generalmente più alto di complessità dei materiali bituminosi a freddo, legata alla presenza di un secondo legante (cemento), e alla loro natura evolutiva.

La sezione successiva riporta una panoramica degli studi multiscala dei materiali freddi, concentrandosi su mastici bituminosi che sono l'obiettivo principale di questa tesi.

1.2.1 Mastici bituminosi a freddo

Per le miscele a freddo può essere utilizzata la stessa schematizzazione multiscala proposta per gli HMA, essendo anche questi materiali multifase costituiti da scheletro di aggregati grossi (vergini e/o riciclati) ricoperti e legati da un mastice bituminoso (bitume fresco e particelle di dimensione del filler che stabiliscono connessione tra legante e miscela), incorporando anche parte delle particelle di aggregato fine (sabbia).

Studi recenti hanno indagato i materiali bituminosi a freddo prodotti con emulsione partendo dalla scala della miscela e muovendosi verso le scale inferiori. Dalla Figura 6 possono essere considerate le tre scale di interesse ingegneristico:

- la pavimentazione stradale flessibile i cui strati strutturali sono realizzati con miscele bituminose;
- la miscela a freddo prodotta con emulsione bituminosa, filler e aggregati fini e grossolani;
- 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 (sabbia) e i vuoti. Il mastice è composto da bitume residuo e aggiunte minerali, cioè filler ed eventuali leganti cementizi;
- 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.

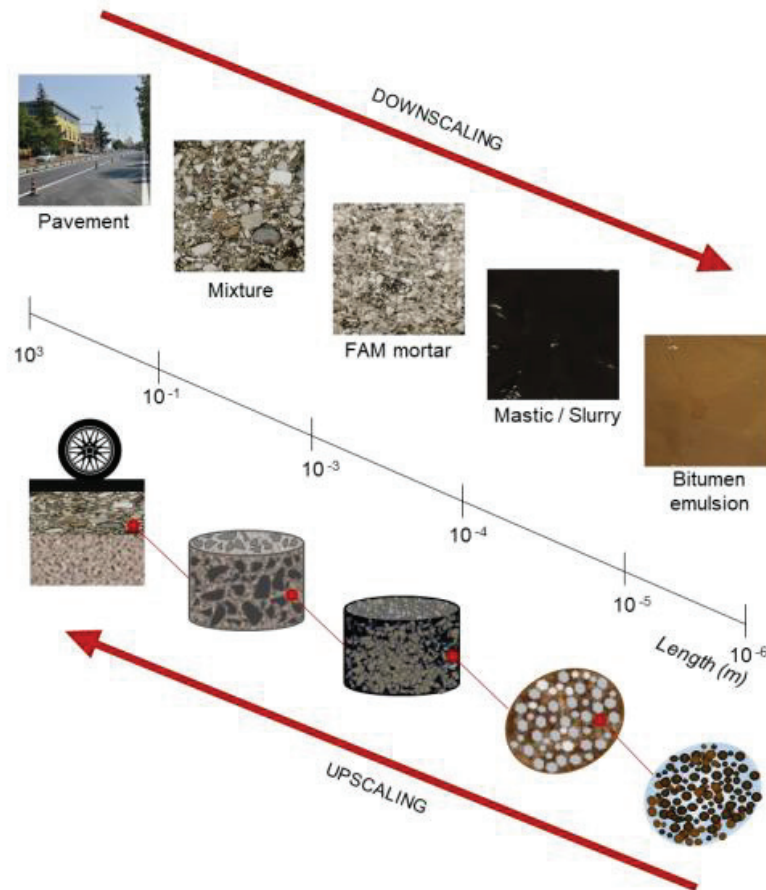


Figura 6 Definizione generale delle varie scale di osservazione dei materiali CBE.

Gli studi alla scala del mastice sono estremamente importanti perché consentono di investigare le interazioni fisico-chimiche che avvengono tra emulsionanti, bitume, acqua e aggiunte minerali (filler non attivo e cemento, come filler attivo) (Zhang et al., 2012).

Il comportamento meccanico dei CBEM è infatti strettamente connesso al comportamento del suo associato mastice bituminoso a freddo, che ne rappresenta la fase legante (bitume e filler) e che, a seconda della sua natura e composizione, può influenzare significativamente la durabilità dei conglomerati bituminosi.

Uno studio dettagliato delle proprietà alla scala del mastice può essere indirizzato a valutare le proprietà fisiche e meccaniche di malte e miscele per applicazioni particolari, oppure può supportare lo sviluppo di modelli di calcolo più realistici per le miscele.

1.3 RILEM TC 280 Interlaboratory Test

Il comitato tecnico 280 del Cluster F dell'organizzazione internazionale RILEM (*International Union of Laboratories and Expert 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 sperimentale interlaboratorio (ILT) per sviluppare un approccio scientifico che prevede lo studio delle malte e dei mastici da adottare come sistemi modello per prevedere il comportamento della miscela (risparmiando tempo e materiali di laboratorio). Lo studio si propone di caratterizzare le proprietà fisico-meccaniche delle emulsioni bituminose, dei mastici emulsione-cemento e delle malte per quantificare l'influenza del legante/co-legante sulle proprietà delle miscele. Inoltre, l'obiettivo è di estendere le conoscenze fondamentali relative ai meccanismi chimici e fisici che controllano il comportamento complessivo di questi compositi a tutti i materiali per pavimentazioni a base di emulsione.

Questi obiettivi saranno realizzati concentrandosi principalmente sulle malte prodotte con emulsione bituminosa aventi una composizione standardizzata e sul corrispondente mastice bituminoso. Il risultato atteso di questo ILT è quello di fornire una metodologia univoca, robusta e pratica per collegare le proprietà delle emulsioni bituminose con le prestazioni delle miscele da impiegare quest'ultime negli strati strutturali della pavimentazione. L'obiettivo è quello di fornire, in pratica, le necessarie conoscenze e linee guida per la progettazione di miscele.

1.3.1 Organizzazione dell'ILT

L'ILT è organizzato in WP (Tabella 1): tre pacchetti di lavoro (da WP1 a WP3) sono focalizzati sullo studio delle malte, mentre un quarto (WP4) sui mastici. Nel WP1, i campioni di una singola composizione di malta di riferimento, prodotti con un set di materiali costituenti di riferimento sono testati seguendo metodi di prova di riferimento. Nello specifico lo studio riguarda la misura dell'evoluzione della resistenza a trazione indiretta 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 costituenti. 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.

Tabella 1 Organizzazione ILT.

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

I metodi supplementari adottati per il WP3 e per lo studio dei mastici nel WP4, comprendono un'ampia varietà di tecniche selezionati dai partecipanti dell'ILT.

La seguente tesi si colloca all'interno del pacchetto di lavoro WP4. In particolare, si è deciso di svolgere prove di modulo complesso sui mastici e sulle corrispondenti emulsioni. La composizione del mastice e le procedure di miscelazione e prova adottati sono descritti nel Capitolo 3.

Capitolo 2

Viscoelasticità lineare delle miscele bituminose a freddo

In questo capitolo vengono riportate le basi teorica della caratterizzazione fenomenologica 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.

2.1 Viscoelasticità lineare

A causa della presenza di bitume, i materiali a freddo con emulsione bituminosa (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 del 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):

- rigidità ed evoluzione della rigidità 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 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 viscoelastic 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 elevato, 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 7.

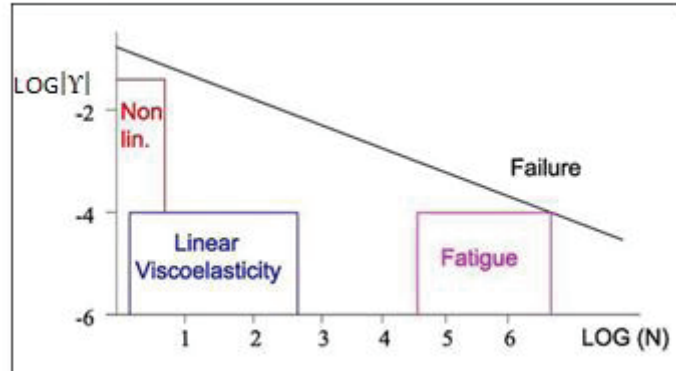


Figura 7 Domini di comportamento per le miscele bituminose, (ampiezza della deformazione in funzione del numero di cicli).

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 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 ciclico per valutare la risposta del materiale in funzione della temperatura e del tempo di carico.

Creep

La prova di creep consiste nel misurare la deformazione dipendente dal tempo $\gamma(t)$ risultante dall'applicazione di una sollecitazione costante τ_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 $a\tau$, dove a è una costante, è data dalla deformazione risultante dalla sola τ moltiplicata per a . Matematicamente:

$$\varepsilon(a\tau) = a\varepsilon(\tau)$$

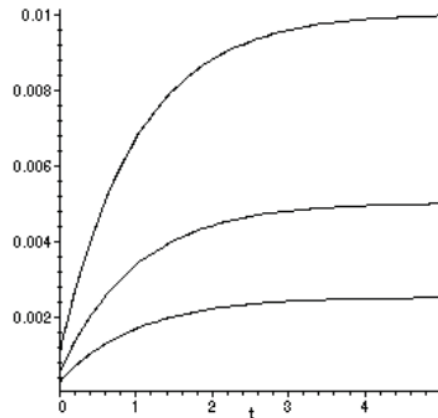


Figura 8. Deformazione di creep a varie sollecitazioni costanti.

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, le storie di deformazione $\gamma(t)$ 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 questo rapporto è la *creep compliance* C_{crp} :

$$C_{crp} = \frac{\gamma(t)}{\tau_0}$$

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 C_g che è la deformazione elastica corrispondente alla distorsione del legame. Nel tempo C_{crp} aumenta fino a raggiungere un valore di equilibrio o gommoso C_r , corrispondente all'estensione gommosa del materiale. Il valore del tempo definito

lungo l'ascissa come $\log \tau$ segnala il punto di flesso e il passaggio dalla pendenza crescente a quella decrescente. τ è il tempo di rilassamento del processo di creep.

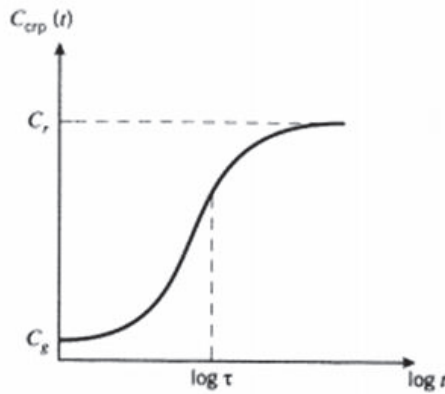


Figura 9. La funzione di creep compliance $C_{crp}(t)$.

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 sforzo corrispondono a tre diversi livelli di deformazione costante, ognuno dei quali è il doppio della grandezza del precedente.

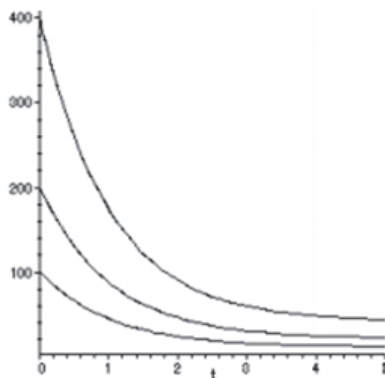


Figura 10. Misurazione della risposta (sforzo) di rilassamento.

Analogamente alla creep compliance, si possono sovrapporre le curve di rilassamento per mezzo del modulo di rilassamento, definito come

$$G_{rel}(t) = \tau(t)/\gamma_0,$$

La Figura 11 mostra l'andamento del modulo di rilassamento in funzione del logaritmo del tempo di carico. Per tempi ridotti, la curva del modulo di rilassamento presenta un asintoto superiore, corrispondente ad un modulo vetroso G_g . G diminuisce poi fino a raggiungere un valore asintotico inferiore corrispondente al modulo gommoso G_r .

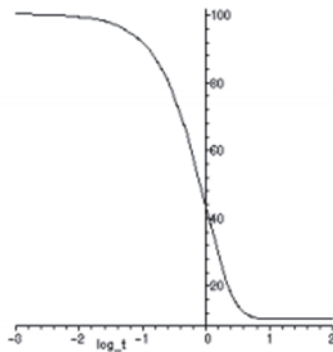


Figura 11. Il modulo di rilassamento della tensione $G_{rel}(t)$, con $G_g = 100$, $G_r = 10$, e $t = 1$.

Lo scorrimento e il rilassamento sono entrambi manifestazioni degli stessi meccanismi molecolari, e ci si dovrebbe aspettare che G_{rel} e C_{crp} siano correlati. Tuttavia, anche se $G_g = 1/C_g$ e $G_r = 1/C_r$, in generale $G_{rel}(t) \neq 1/C_{crp}(t)$. 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 sono convenienti per studiare la risposta del materiale in tempi lunghi (da minuti a giorni), ma meno accurati per tempi più brevi (secondi o tempi inferiori). Per questo motivo, i test ciclici, 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 δ . Tale ritardo è analogo alla deformazione ritardata osservata negli esperimenti di creep. La deformazione è in ritardo sollecitazione dell'angolo di fase δ , e questo è vero anche se la deformazione piuttosto che la sollecitazione è la variabile controllata.

Il modulo complesso a taglio $G^*(\omega)$ 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 di carico.

$G^*(\omega)$ può essere misurato applicando una tensione sinusoidale τ che produce una risposta sinusoidale della deformazione γ :

$$\tau = \tau_0 \sin \omega t$$

$$\gamma = \gamma_0 \sin(\omega t - \delta(\omega))$$

dove $\omega = 2\pi f$ è la frequenza angolare (f è la frequenza di prova in Hz), τ_0 e γ_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, $\delta(\omega)$, come mostrato in Figura 12.

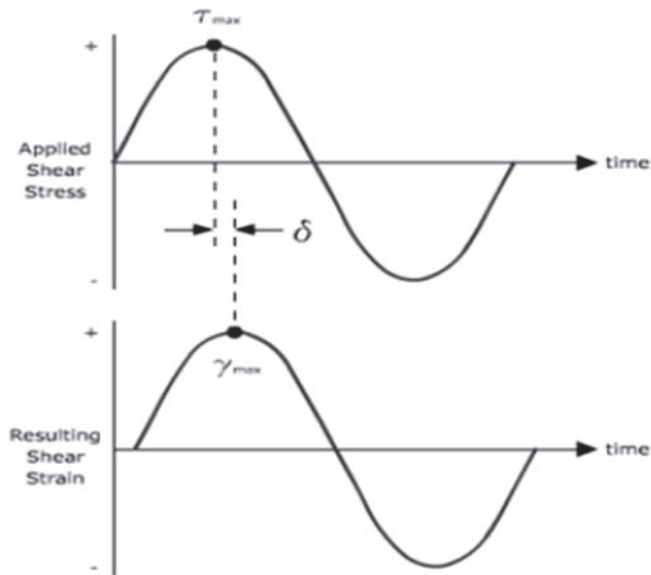


Figura 12 Ritardo di fase della deformazione rispetto alla sollecitazione.

Per descrivere la risposta dei materiali in campo viscoelastico lineare sottoposti a sollecitazioni sinusoidali 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 τ^* e della deformazione complessa γ^* . Tali grandezze in forma cartesiana sono descritte come:

$$\tau^*(\omega) = \tau_0[\sin(\omega t) + i\cos(\omega t)]$$

$$\gamma^*(\omega) = \gamma_0(\omega)[\sin(\omega t - \delta) + i\cos(\omega t - \delta(\omega))]$$

dove i è l'unità immaginaria.

L'ampiezza della risposta deformativa del materiale (γ_0) e il ritardo di fase (δ) sono dipendenti dalla frequenza di applicazione del carico (ω).

Tensione e deformazione complesse possono essere scritte in forma esponenziale:

$$\tau^*(\omega) = \tau_0 e^{i\omega t}$$

$$\gamma^*(\omega) = \gamma_0(\omega) e^{i(\omega t - \delta(\omega))}$$

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

$$G^*(\omega) = \frac{\tau^*(\omega)}{\gamma^*(\omega)} = \frac{\tau_0 e^{i\omega t}}{\gamma_0(\omega) e^{i(\omega t - \delta(\omega))}} = \frac{\tau_0}{\gamma_0(\omega)} e^{i\delta(\omega)} = G_0 e^{i\delta(\omega)}$$

Dove G_0 è il modulo di rigidezza a taglio, la norma del modulo complesso.

Rappresentando il modulo complesso sul piano cartesiano (Figura 13):

$$G^* = G_1 + iG_2$$
$$G_0 = |G^*| = \sqrt{G_1^2 + G_2^2}$$

Dove:

- $G_1 = |G^*| \cos \delta$ è il modulo di immagazzinamento (o restituzione elastica) che definisce la deformazione reversibile, cioè la componente elastica, la componente reale del modulo complesso
- $G_2 = |G^*| \sin \delta$ è il modulo di dissipazione (o di perdita viscosa) che definisce la deformazione irreversibile, cioè la componente viscosa, la componente immaginaria del modulo complesso

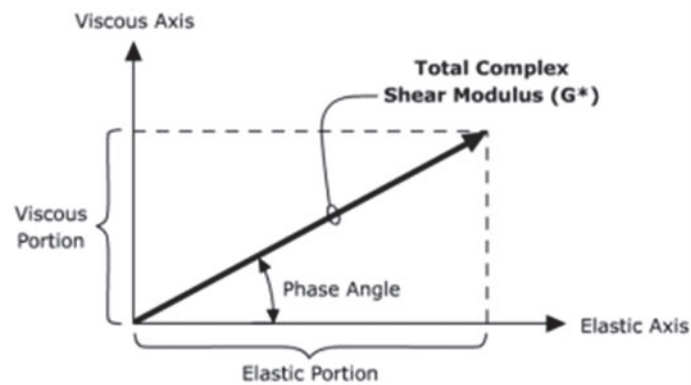


Figura 13 Rappresentazione del modulo G^* sul piano complesso.

L'angolo di fase δ è un indice del comportamento viscoso del materiale:

- valori bassi riducono la componente G_2 , il materiale manifesta un comportamento elastico;
- valori alti riducono la componente G_1 , il materiale manifesta un comportamento viscoso.

Si può assumere inoltre, che per materiali puramente elastici, $\delta=0^\circ$, mentre per materiali puramente viscosi, $\delta=90^\circ$ (Figura 14).

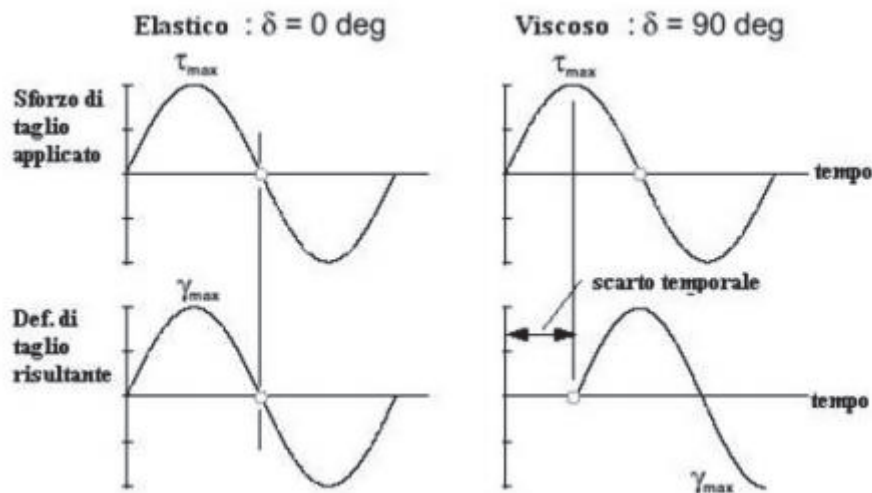


Figura 14 Materiale elastico (a sinistra) e viscoso (a destra).

Per i materiali bituminosi, sia G_0 che δ 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.

Per le miscele bituminose i valori di G_0 che δ sono comunemente rappresentati in un piano bilogaritmico in funzione della frequenza di misura, dando origine alle curve isoterme del modulo complesso (G_0) e dell'angolo di fase (δ) mostrate in Figura 15:

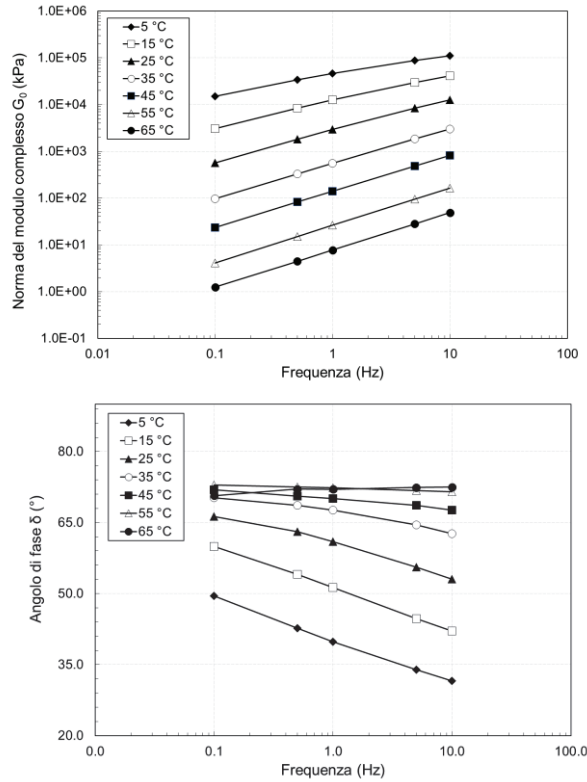


Figura 15 Isoterme della norma del modulo complesso G_0 e dell'angolo di fase δ .

2.1.1 Rappresentazioni

Una rappresentazione dei dati provenienti da prove in regime oscillatorio sinusoidale è realizzata nel diagramma di Black (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 16.

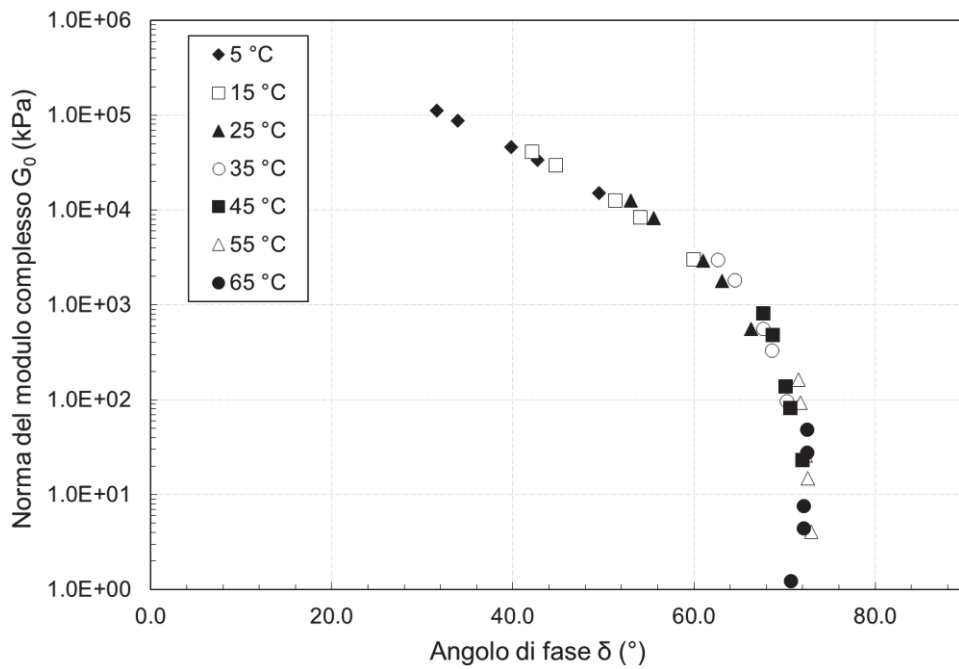


Figura 16 Rappresentazione dei risultati sperimentali nel Black Space.

Il Black Space può essere utilizzato per visualizzare il massimo valore di G_0 e di δ della materiale. I dati sperimentali mostrati nel diagramma mostrano come l'angolo di fase aumenta al diminuire dell' G_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 17), per il quale l'asse delle ascisse è rappresentativo della componente reale del modulo complesso, il modulo di restituzione G_1 , mentre sull'asse delle ordinate vi è la componente immaginaria, il modulo di dissipazione G_2 , per ogni prova di compressione sinusoidale effettuata ad una certa temperatura e ad una certa frequenza.

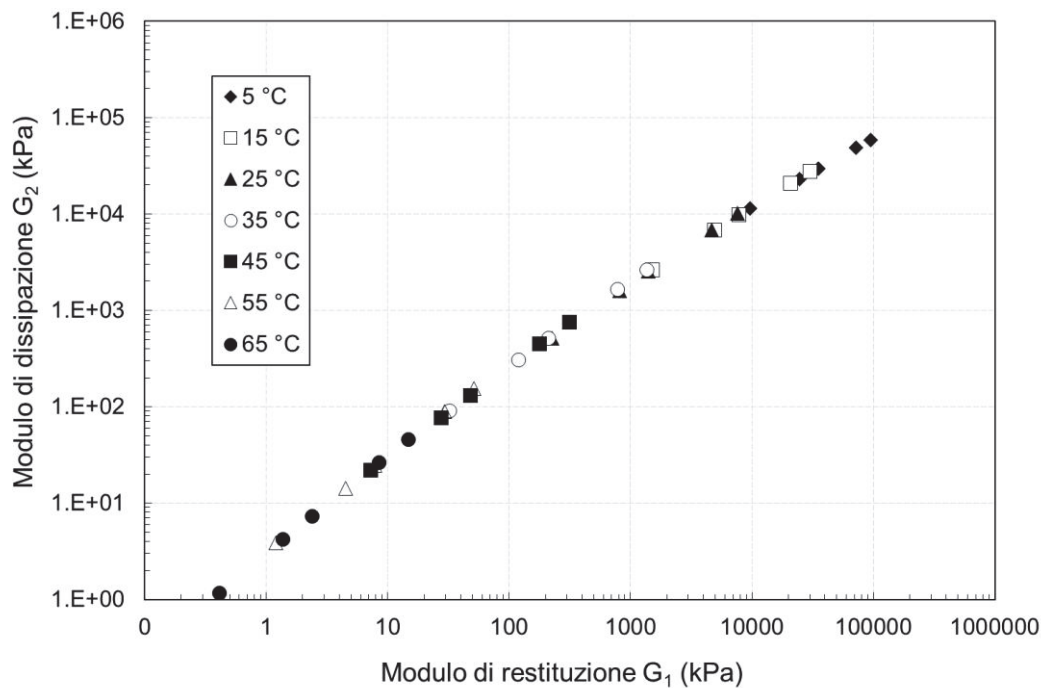


Figura 17 Piano complesso di Cole-Cole.

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 Principio di Sovrapposizione Tempo-Temperatura che può essere così enunciato: “La risposta del materiale a una sollecitazione di durata t alla temperatura T è equivalente alla risposta al tempo $t+\Delta t$ ma a una temperatura più bassa $T-\Delta T$ ”: lo stesso valore di G^* può essere ottenuto con diverse coppie frequenza-temperatura, 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 $G_0(\omega)$ o $\delta(\omega)$ (Figura 18 e Figura 19), descrivono la risposta LVE ad una temperatura di riferimento T_{ref} in funzione della frequenza.

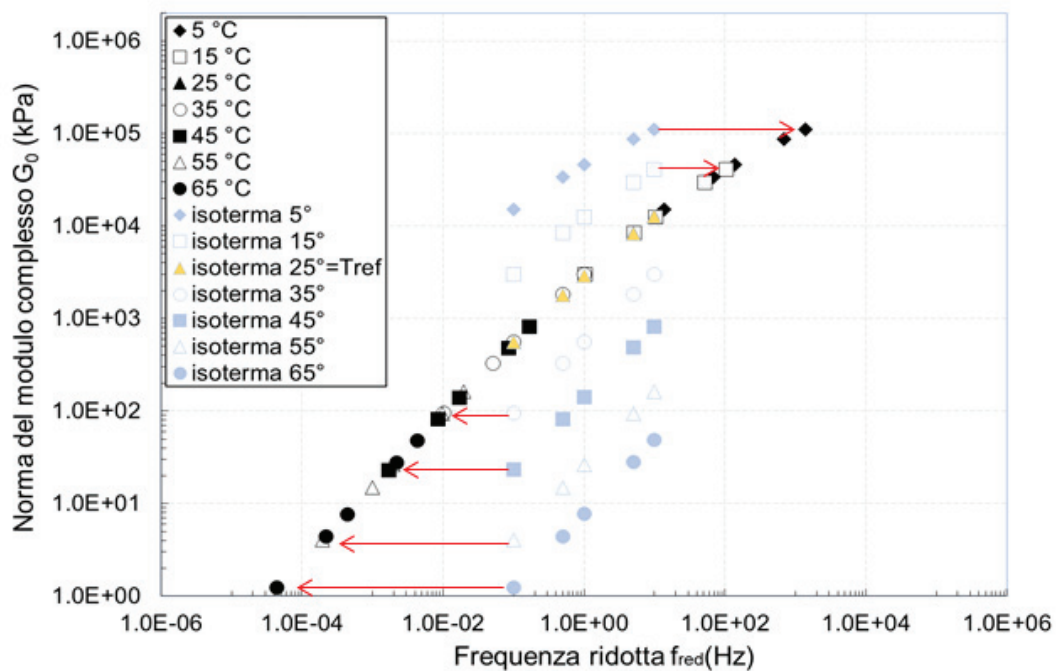


Figura 18 Costruzione della curva maestra di G_0 a 25°C.

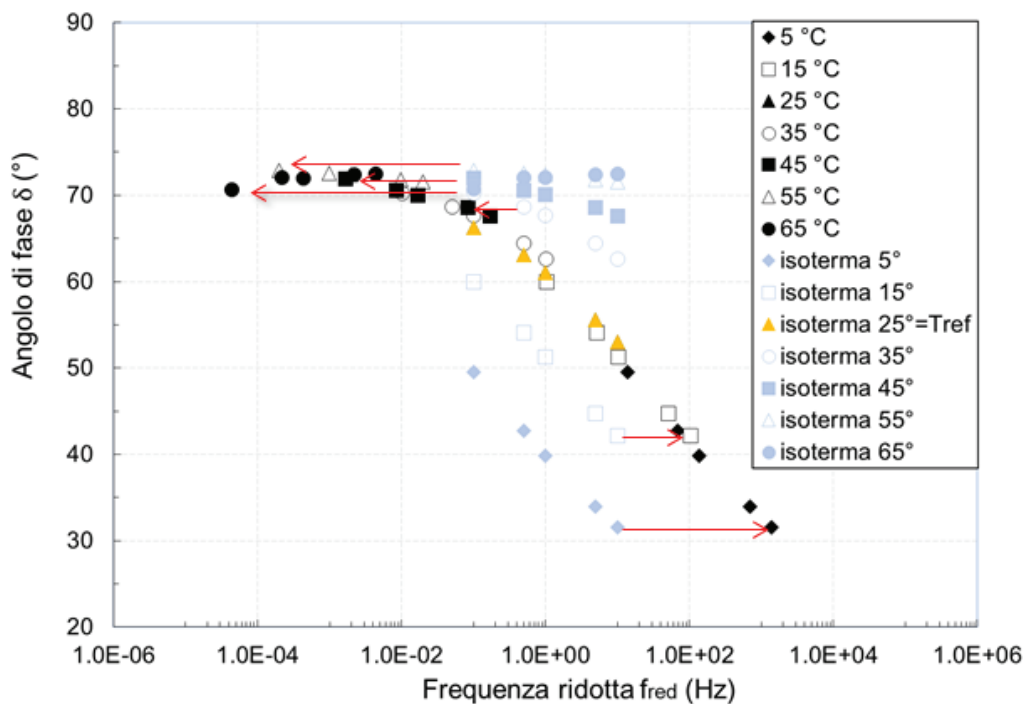


Figura 19 Costruzione della curva Maestra di δ a 25°C.

Una volta selezionata la temperatura di riferimento, i dati misurati ad ogni temperatura T sono spostati orizzontalmente e allineati a quelli ottenuti a T_{ref} :

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

dove f è la frequenza di prova, fr è la frequenza traslata, solitamente chiamata frequenza ridotta e $a_{T_{ref}}(T)$ 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 $a_{T_{ref}}$ sono comunemente determinati manualmente spostando i segmenti della funzione di risposta lungo la scala temporale logaritmica. La determinazione di $a_{T_{ref}}$ 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 *closed-form shifting* (CFS) (Gergesova et al., 2011), descritto nel Capitolo 3. Viene quindi determinata una relazione tra $a_{T_{ref}}(T)$ e la temperatura come mostrato nella Figura 20. Questa relazione è necessaria per prevedere il valore G_0 a una temperatura diversa da quella di riferimento.

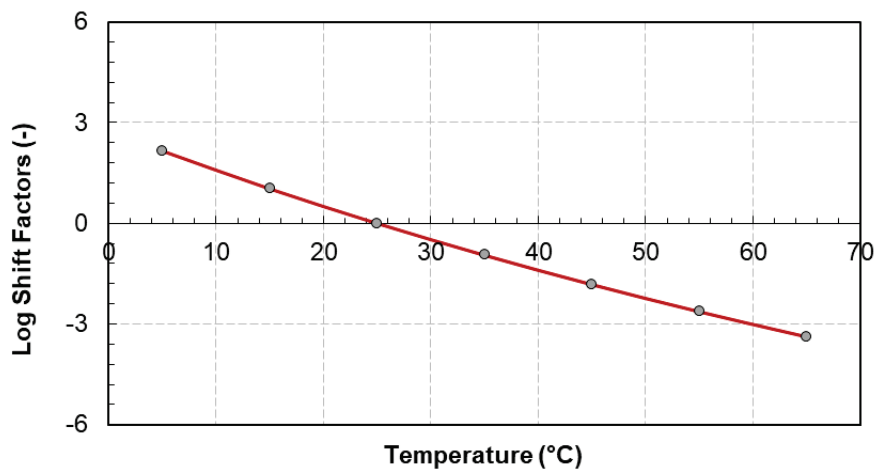


Figura 20 Shift Factor ad una temperatura di riferimento di 25°C.

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 21a) e il modello Maxwell (Figura 22a).

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 21b) e i modelli generalizzati di Maxwell (Figura 22b) 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.

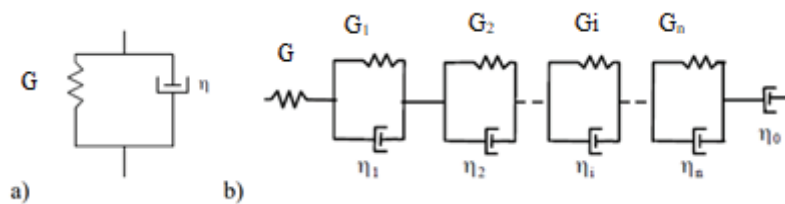


Figura 21 a) Modello Kelvin-Voigt; b) Modello Kelvin-Voigt generalizzato

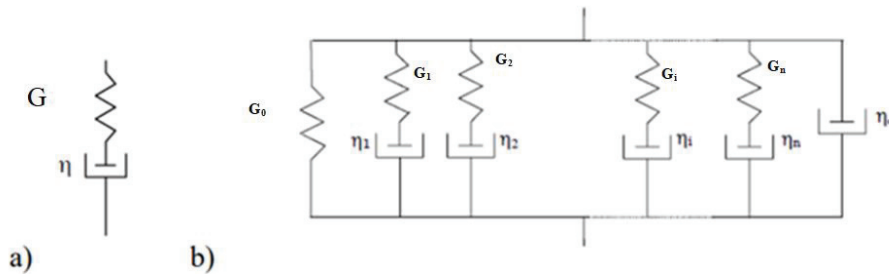


Figura 22 a) Modello Maxwell; b) Modello Maxwell generalizzato

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 23, il modello è composto dal collegamento in serie di una molla di rigidezza ($G_g - G_e$) e due dashpot parabolici, il tutto in parallelo una molla di rigidezza G_e .

Il modulo complesso è descritto con il modello HS come:

$$G^*(\omega) = G_e + \frac{G_g - G_e}{1 + d(j\omega\tau)^{-k} + (j\omega\tau)^{-h}}$$

dove G_e e G_g sono rispettivamente il modulo di equilibrio e il modulo vetroso, d , h e k sono parametri del modello, e τ è il tempo caratteristico. I due moduli definiscono la risposta delle molle, mentre k e h sono legati ai dashpot parabolici. G_e rappresenta il valore di G^* quando $\omega\tau \rightarrow 0$, che definisce la risposta puramente viscosa del materiale quando il legante bituminoso diventa liquido (alta temperatura/bassa frequenza). G_g è il valore di G^* 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 , d 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 1 indica la risposta puramente viscosa). Valori più bassi di h e k rappresentano un comportamento più elastico del materiale (il valore 0 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 τ è una funzione della temperatura di prova T :

$$\tau(T) = a(T)\tau_0$$

dove $a(T)$ sono i fattori di spostamento funzione della temperatura, e τ_0 è il tempo caratteristico alla temperatura di riferimento. τ , 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 τ si traduce in uno spostamento della curva maestra del modulo di rigidità verso sinistra. Questo indica una minore capacità di rilassamento del materiale. In generale, valori più elevati di τ 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., 2017; Graziani et al., 2020; Mangiafico et al., 2013; Mangiafico et al., 2014).

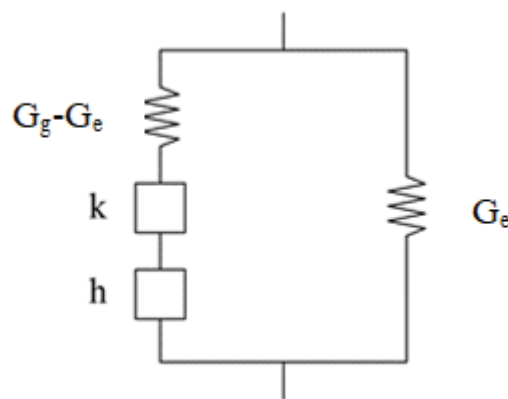


Figura 23 Modello Huet-Sayegh.

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 dashpots, 1 dashpots*) (Figura 24).

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 η in serie con i due elementi parabolici, così da ottenere una risposta migliore dei materiali bituminosi sollecitati a temperature elevate e a bassissima frequenza.

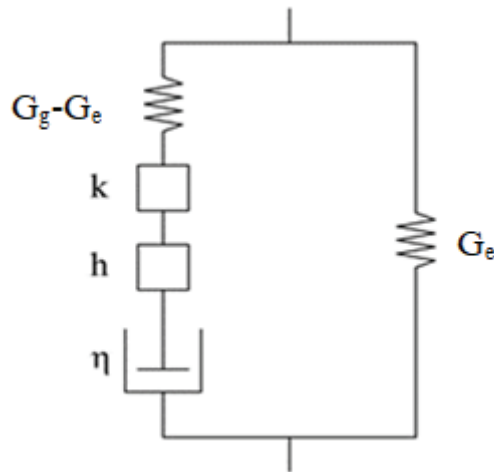


Figura 24 Modello 2S2P1D.

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

$$G^*(\omega) = G_e + \frac{G_g - G_e}{1 + d(j\omega\tau)^{-k} + (j\omega\tau)^{-h} + (j\omega\beta\tau)^{-1}}$$

dove β è un parametro adimensionale ed è influenzato principalmente dall'invecchiamento del legante:

$$\beta = \frac{\eta}{\tau(G_g - G_e)}$$

2.2.3 Modello 2S2P1D-HY

Dal momento che si è notato che il modello 2S2P1D sottostima l'angolo di fase dei dati sperimentali e l'errore è abbastanza costante, indipendentemente 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 G^* come:

$$G^*_{HY}(\omega) = G^*(\omega) \exp(j\delta_{HY})$$

Dove:

- $G^*(\omega)$ rappresenta il modello reologico originale, in questo caso il 2S2P1D;

- $\exp(j\delta_{HY})$ è un termine di correzione che aggiunge un angolo di fase costante δ_{HY} . Il termine $\exp(j\delta_{HY})$ risulta praticamente una rotazione nel piano complesso.

Dal punto di vista fisico, l'angolo isteretico δ_{HY} 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 25 il confronto tra i due modelli sul piano Cole-Cole e Black space.

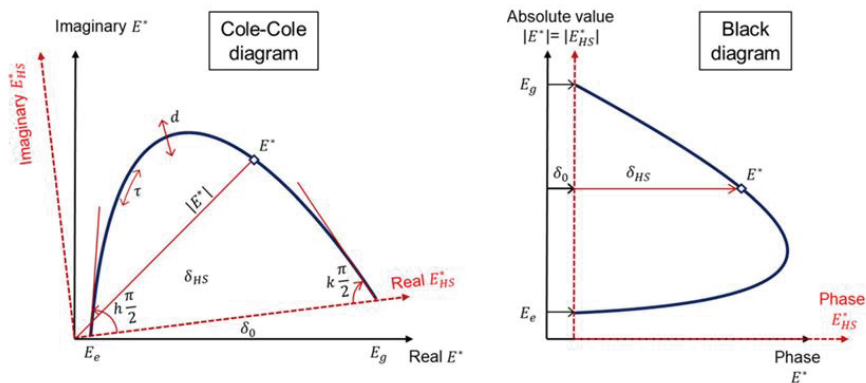


Figura 25 Confronto tra il modello HY e HS.

2.3 Modulo Complesso dei mastici bituminosi

In questo paragrafo è presentata una panoramica dei risultati di letteratura degli ultimi anni, incentrata sulle misure di laboratorio del modulo complesso G^* delle miscele bituminose. Tale panoramica in particolare è incentrata sull'influenza delle aggiunte minerali sulle proprietà delle miscele e dei mastici. Partendo dagli studi più accreditati riguardanti miscele a caldo fino ai più recenti espressamente sui mastici bituminosi a freddo.

Il filler gioca un ruolo duale sulle miscele di conglomerato: esso è un aggregato che riempie gli interstizi più grandi, offrendo così un numero più alto di punti di contatto e, quando miscelato con bitume, ne migliora la consistenza, favorendo i legami tra le particelle più grandi degli aggregati. Gli aggregati interagiscono con il mastice, piuttosto che con il bitume puro (Wang et al., 2011). L'effetto principale del filler minerale è quello di irrigidire il bitume, quindi, di migliorare le proprietà meccaniche delle miscele bituminose. L'effetto di irrigidimento del mastice controlla le prestazioni della miscela dalla fase di costruzione per tutta la durata della vita della pavimentazione: durante il trasporto e la stessa della pavimentazione la

scarsa rigidità del mastice può causare problemi di separazione tra la fase legante e gli aggregati, mentre l'eccessiva rigidità può portare a difficoltà di compattazione e riduzione della lavorabilità (Brown et al., 2009). La rigidità del mastice influisce sulla capacità di resistere alle deformazioni permanenti alle temperature elevate, sulla resistenza a fatica alle temperature intermedie e sulla resistenza alla fessurazione alle basse temperature (Airey et al., 2006; Johnsson e Isacson, 1998; Wang et al., 2011). L'effetto di irrigidimento del filler minerale sul bitume è stato ampiamente studiato da molti ricercatori (Faheem et al., 2008; Faheem e Bahia, 2010; Grabowski e Wilanowicz, 2008; Harris e Stuart, 1995; Kim et al., 2003; Liao et al. 2012.; Wang et al., 2011). Questi studi hanno mostrato che a influenzare la rigidità dei mastici sono la concentrazione in volume del filler e le proprietà fisiche, come la granulometria, la forma, la struttura, i vuoti intergranulari e la superficie specifica del filler, oltre all'interazione fisico-chimica tra filler e bitume. Secondo Buttlar et al. (1999), il comportamento dei mastici può essere diviso in tre meccanismi di rinforzo: rinforzo dovuto al filler che riempie i vuoti (cioè la presenza di una componente rigida in una matrice meno rigida causa l'effetto di irrigidimento), rinforzo fisico-chimico (l'irrigidimento è causato da reazioni all'interfaccia tra bitume e particelle di filler) e rinforzo dovuto all'interazione tra le particelle. L'ultimo meccanismo ha un ruolo limitato nell'effetto di irrigidimento del filler ed è solitamente considerato trascurabile (Shashidhar e Romero, 1998). Inoltre, indagini di laboratorio eseguite sulla base di misurazioni reologiche mostrano che i mastici possono essere considerati dei materiali viscoelastici lineari termoreologicamente semplici (Anderson e Goetz, 1973) e l'influenza meccanica del filler può essere valutata attraverso un'analisi viscoelastica dei mastici (Kim and Little, 2004; Underwood and Kim, 2015). Soenen et al. (1999) hanno presentato alcuni risultati riguardo l'effetto del filler sul modulo di rigidità dei mastici; in particolare, alte concentrazioni di filler determinano la comparsa dell'asintoto gommoso con l'esistenza di un valore di plateau del modulo complesso alle alte temperature per mastici con alte concentrazioni di filler. Questo risultato fu confermato da Delaporte et al. (2005), che hanno osservato anche una riduzione dell'angolo di fase all'aumentare della temperatura e al diminuire della frequenza. Furono introdotte delle equazioni per stimare la rigidità dei bitumi con aggiunta di filler in funzione della frazione di volume del filler, come l'equazione di Einstein (Shashidhar et al., 1998) o il modello GSCS (Buttlar et al., 1999, Shashidhar et al., 2002, Yin et al., 2006). Per bassi contenuti di filler i dati sperimentali venivano ben rappresentati dal modello, ma non si teneva conto dell'evoluzione della rigidità del legante con la temperatura e con la frequenza. Inoltre questi modelli, oltre a non fornire buoni risultati per alti contenuti di filler, non consideravano le caratteristiche del filler. Successivamente, nello studio condotto da Delaporte et al., 2007 sull'influenza delle caratteristiche del filler (tipo,

concentrazione e granulometria) e sull'invecchiamento del bitume sul modulo complesso dei mastici, le proprietà viscoelastiche dei materiali furono testate mediante l'ASR (*Anular Shear Rheometer*) indagando i materiali in un ampio range di temperature e frequenze. Oggetto della sperimentazione furono 18 materiali ottenuti dal bitume 50/70 (uno dei materiali testati) e dallo stesso bitume invecchiato (altro materiale testato) aggiungendo filler calcareo e dioritico con granulometrie diverse. Le conclusioni a cui si giunse sono le seguenti:

- gli shift factor usati per la costruzione delle curve maestre del modulo complesso sono molto simili tra il bitume e il corrispondente mastice, indipendentemente dalle caratteristiche del filler;
- si osserva un decremento dell'angolo di fase alle basse frequenze (o alte temperature) per mastici con alti contenuti di filler (>40% in volume). Questo si può spiegare grazie all'esistenza di punti di contatto tra le particelle del filler;
- la dimensione del filler ha un'influenza relativamente bassa sul comportamento dei mastici fino ad una dimensione delle particelle più grande di qualche micron;
- la differenza di modulo tra mastici con filler ben graduato e quelli con granulometria uniforme è bassa per un ampio range di frequenze, qualunque sia la concentrazione in volume;
- gli effetti dell'invecchiamento sono quasi identici qualunque sia il tipo e la concentrazione del filler.

In seguito, Cardone et al. (2015) condussero un'indagine di laboratorio su diversi mastici bituminosi utilizzando un approccio reologico avanzato. In particolare, lo studio indagava gli effetti di filler con diversa mineralogia (filler calcareo e basaltico) sul comportamento alle alte e basse temperature, sia sul bitume tal quale sia su bitumi modificati con polimeri. In particolare, l'uso di due polimeri, un elastomero (SBS) e un plastomero (PO), ha permesso di valutare gli effetti della combinazione di vari tipi di filler/polimero sulle proprietà reologiche dei mastici.

Le conclusioni a cui sono giunti sono le seguenti:

- l'effetto di irrigidimento del filler è più significativo nel bitume base rispetto ai bitumi modificati. Inoltre, il filler generalmente provoca una diminuzione della capacità di rilassamento dei mastici;
- l'aggiunta del filler si traduce alle alte temperature in un aumento di rigidità per i mastici ottenuti con bitume tal quale, mentre causa la reazione opposta nei mastici ottenuti con i bitumi modificati, suggerendo un aumento della risposta viscosa alle temperature più alte;

- per i mastici ottenuti dal bitume tal quale gli aumenti di rigidità sono simili indipendentemente dal tipo di filler, mentre il grado di irrigidimento nei mastici con bitumi modificati è dipendente dalla mineralogia del filler e dal tipo di polimero. Questo suggerisce l'esistenza di un'interazione fisico-chimica tra filler e bitume, il cui livello è fortemente dipendente dal tipo di modifica polimerica.

Riassumendo:

- i mastici in genere mostrano una ridotta suscettibilità alle deformazioni permanenti a qualsiasi temperatura di prova e livello di stress rispetto ai bitumi corrispondenti, confermando così il ruolo di irrigidimento del filler;
- il filler non influisce sulla suscettività termica, sia per il bitume tal quale sia per i bitumi modificati con polimeri;
- il filler migliora le proprietà elastiche dei mastici modificati con polimeri a qualsiasi temperatura e livello di stress. Il miglioramento della risposta in termini di proprietà elastiche dipende dalla combinazione del tipo di filler/polimero all'interno del mastice, confermando la potenziale presenza di un'interazione fisico-chimica tra filler e bitume.

Gli studi sui mastici bituminosi a freddo sono più limitati rispetto a quelli condotti sui mastici a caldo ma le osservazioni fatte finora sulle aggiunte minerali possono essere estese anche al secondo: nello studio di Dondi et al, 2014 si è dimostrato come i mastici a freddo siano caratterizzati da un comportamento LVE simile a quello dei mastici a caldo, dove all'aumentare della temperatura (o al diminuire della frequenza) il modulo di rigidità diminuisce e l'angolo di fase cresceva. In generale, i materiali a freddo sono risultati essere termo-reologicamente semplici, e il TTSP risultava essere valido. Inoltre lo stesso studio ha dimostrato come il dosaggio del cemento influenzi le proprietà reologiche dei mastici, in termini di modulo di taglio complesso e angolo di fase. Si è riscontrato che a medie e basse temperature non si osservano differenze sostanziali in termini di proprietà reologiche tra mastici in cui sia ha solo cemento (con concentrazione del 25% in volume rispetto al bitume residuo), e mastici con aggiunta di cemento del 12.5% in volume e pari aggiunta di filler calcareo. Le principali differenze si trovano ad alte temperature. A basse frequenze, è stato dimostrato sperimentalmente come il mastice con solo cemento esibisce una risposta perfettamente viscoelastica rispetto al mastice con filler che mostra una risposta viscosa predominante. Il cemento ha aumentato la componente elastica del mastice, ma la presenza del filler ha aumentato la rigidità della miscela. Le differenze di comportamento dei mastici ad alte temperature sono state studiate attraverso prove di recupero elastico i cui risultati hanno

mostrato che il mastice con solo cemento ha valori di recupero elastico maggiori rispetto a quello con filler e cemento. Tuttavia, in condizioni di stress ripetuto, quest'ultimo ha accumulato meno deformazione, determinando una migliore risposta in termini di resistenza alle deformazioni permanenti.

Godenzoni et al. (2017) hanno valutato dapprima l'effetto di diverse aggiunte minerali (carbonato di calcio o cemento CEM) e concentrazioni volumetriche (0,15 e 0,3 come rapporti di concentrazione in volume rispetto al bitume) sulle proprietà viscoelastiche lineari (LVE) dei mastici a freddo. Hanno inoltre valutato l'influenza del tempo di maturazione (1 e 3 giorni) sulle proprietà LVE. I risultati hanno mostrato che la composizione mastici a freddo influenza fortemente la viscosità e la risposta meccanica. Per il mastice con carbonato di calcio, né la diversa concentrazione volumetrica, né i diversi tempi di stagionatura hanno influenzato la risposta meccanica. Diversamente, il comportamento reologico del mastice con cemento sembrava invece fortemente influenzato sia dal rapporto di concentrazione, sia dal tempo di stagionatura. Alle alte temperature era possibile vedere distintamente un aumento del modulo complesso e di conseguenza, una riduzione dell'angolo di fase, con l'aumento della concentrazione del cemento. In particolare, a temperature più elevate e rapporti di concentrazione più elevati (30% in volume), è stata osservata separazione di fase. Il comportamento viscoelastico lineare ha mostrato una tendenza evolutiva a tempi maturazione più lunghi, specialmente per i mastici preparati con solo cemento. In conclusione l'aggiunta di carbonato di calcio ha conferito al materiale proprietà reologiche più vicine ad un materiale viscoso, mentre l'adozione di cemento ad alto rapporto di concentrazione, ha contribuito a ottenere proprietà reologiche più vicine a quelle di un materiale elastico.

Lo studio Al-Mohammedawi et al. (2020), ha evidenziato come l'aggiunta di cemento (filler attivo) piuttosto che di un filler calcareo (non attivo) nel mastice a freddo potrebbe migliorare le proprietà meccaniche nel breve termine e anche la resistenza alla fatica. Nello specifico sono stati utilizzati diverse tipologie di aggiunte all'emulsione bituminosa: calcare, cemento, scorie di acciaieria, fumo di silice, ettringite e geopolimero con attivatore. La resistenza a fatica è stata migliorata in modo significativo incorporando filler attivi. Tuttavia, i filler ad alta reattività, come il cemento, hanno mostrato un comportamento più rigido a basse temperature (alte frequenze). Inoltre un legante a base di ettringite (solfoalluminato di calcio) ha fornito una matrice di mastice con una rete cristallina densa, che ha aumentato il modulo complesso e diminuito l'angolo di fase a medio-basse frequenze (medio-alte temperature). Il rinforzo ottenuto ha interrotto l'inizio della fessurazione, causando un miglioramento significativo della resistenza alla fessurazione da fatica.

Capitolo 3

Materiali e metodi

In questo capitolo si illustrerà in dettaglio la sperimentazione eseguita nel lavoro di tesi presso il Laboratorio di infrastrutture viarie dell'Università Politecnica delle Marche.

Nella prima parte, verranno descritte le principali caratteristiche dei materiali utilizzati per la preparazione dei vari mastici bituminosi: l'emulsione bituminosa, il cemento e il filler. Su quest'ultimo, in particolare, verranno eseguite prove di caratterizzazione fisica per la valutazione della massa volumica e della porosità.

Definita la composizione di ciascun mastice bituminoso, nella seconda parte si passerà a illustrare le procedure utilizzate per la preparazione dei campioni e per la loro caratterizzazione reologica e quindi verrà descritta la metodologia di prova seguita per la misurazione del modulo complesso attraverso l'utilizzo del *Dynamic Shear Rheometer* (DSR).

3.1 Materiali

Per il confezionamento dei mastici a freddo sono stati utilizzati emulsione bituminosa, filler e cemento. Nei successivi paragrafi verranno fornite le caratteristiche fisiche di ciascuno di materiali.

3.1.1 Emulsione Bituminosa

In questo studio sono state valutate tre tipologie di emulsioni commerciali di bitume fornite da Valli Zabban S.p.A (Tabella 2).

L'emulsione A, della classe C65BP4 (EN 13808), è l'emulsione di riferimento adottata nel RILEM 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.

Tabella 2 Proprietà generali delle emulsioni e dei leganti residui (come riportato dal produttore).

Proprietà	standard	Valori nominali		
		A	B	C
Emulsione				
Contenuto di bitume (%)	EN 1428	65	60	60
Viscosità a 40 °C /tempo di efflusso a 40 °C	EN12846-1	5/70	15/70	15/70
Comportamento di rottura (con filler) (%)	EN 13075-1	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 rammorbidimento (°C)	EN 1427	55	43	55

3.1.2 Filler

I filler, entrambi di tipo calcareo, provengono da due fonti indipendenti, ovvero dalla Germania (filler di riferimento adottato nell'ILT) e dall'Italia. Entrambi i filler (Figura 26) hanno la dimensione massima delle particelle di 0.063 mm, mentre sono caratterizzati da massa volumica di 2689 kg/m³ quello tedesco e 2728 kg/m³ quello italiano; inoltre il valore dei vuoti di Rigden è del 37.60% per il filler tedesco e del 29% per il filler italiano.

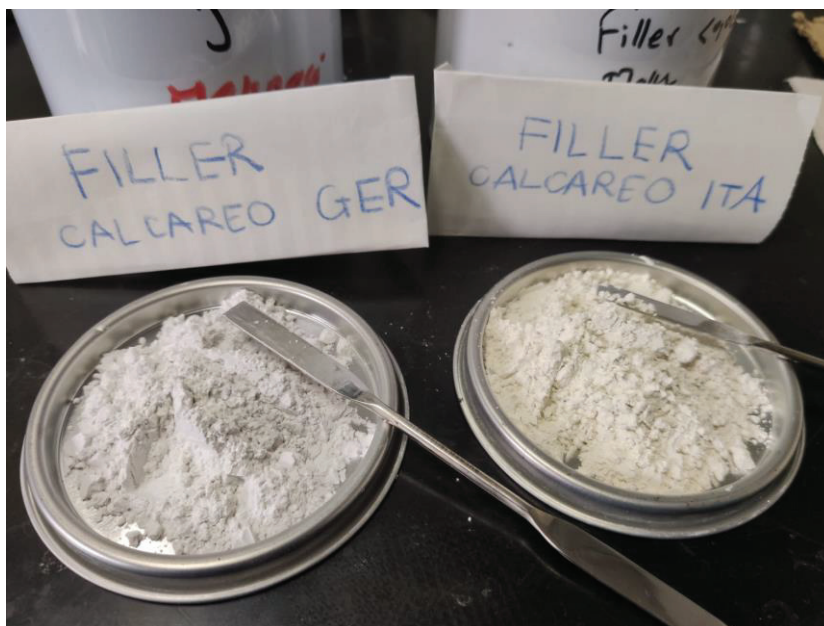


Figura 26 Filler tedesco ("GER") e filler italiano (ITA).

3.1.3 Cemento

Sono state utilizzate due tipologie di cemento, uno di tipo Portland classificato CEM I 42.5 N (EN 197-1), fornito da HeidelbergCement (di seguito identificato come "GER"), e che rappresenta il cemento di riferimento adottato nell'ILT, l'altro invece, è un cemento calcareo fornito da Italcementi S.p.A (di seguito identificato come "ITA"), di tipo Portland, classificato CEM II/B-LL con classe di resistenza 32.5 R (EN 197-1). Entrambi i cementi hanno una densità di 3125 kg/m³.

3.1.4 Composizione Mastici Bituminosi

La composizione dei mastici è stata derivata a partire dalla composizione di specifiche malte investigate nell'ambito dell'ILT così come riportato in Tabella 3, per cui ad esempio alla Malta 2 corrisponde il Mastice 2 (composto con l'emulsione B e filler e cemento tedeschi) con l'ulteriore aggiunta di sabbia. Le stesse malte sono state studiate in un altro lavoro di tesi e verranno confrontate in seguito nel Capitolo 4.

In particolare, le malte erano caratterizzate dalla composizione volumetrica riportata in

Tabella 4 che corrisponde ai seguenti rapporti:

- Volume mastice/volume malta = 0.333

- Massa bitume/ massa cemento = 4
- (Volume fini)/volume bitume = 0.33 dove il volume dei fini corrisponde alla somma tra il volume del cemento e quello del filler
- Volume cemento/volume filler = 0.333

Tabella 3 Identificazione dei mastici bituminosi.

ID malta	ID mastice	Emulsione	Filler	Cemento	fini/bitume
1	1	A	GER	GER	0.16 0.33
2	2	B	GER	GER	
3	3	B	ITA	ITA	
4	4	C	ITA	GER	

Tabella 4 Composizione delle malte (in volume e in peso)

Componente	In volume	In peso
Vuoti d'aria	5.00	—
Sabbia	61.70	79.20
Acqua assorbita	1.60	0.79
Filler	3.90	5.04
Cemento	1.30	1.97
Emulsione bituminosa (Bitume+acqua)	15.7+10.7	13.00
Totale	100	100

I mastici sono stati confezionati considerando fissi i rapporti volume fini/volume bitume e volume cemento/volume filler. Pertanto erano caratterizzati da una concentrazione di fini pari a 0.33. In aggiunta ai mastici derivanti dalla composizione delle malte, sono stati investigati ulteriori mastici caratterizzati da una concentrazione di fini inferiore, pari a 0.16. Infine sono stati presi in considerazione ulteriori mastici caratterizzati dalle stesse concentrazioni volumetriche di fini (0.33 e 0.16) ma prodotti con solo filler. La Tabella 5 riporta la composizione in volume dei mastici investigati.

Riassumendo, la composizione dei mastici bituminosi studiati è quella riportata in Figura 27, e quindi:

- MASTICE 2, realizzato con l'emulsione B e filler e cemento tedeschi, con rapporto in volume filler e cemento rispetto al bitume di 0.33 e 0.16;
- MASTICE 2F, realizzato con l'emulsione B e filler tedesco, con rapporto in volume filler rispetto al bitume di 0.33 e 0.16;
- MASTICE 3, realizzato con l'emulsione B e filler e cemento italiani, con rapporto in volume filler e cemento rispetto al bitume di 0.33 e 0.16;
- MASTICE 3F, realizzato con l'emulsione B e filler italiano, con rapporto in volume filler rispetto al bitume di 0.33 e 0.16;
- MASTICE 4, realizzato con l'emulsione C e filler italiano e cemento tedesco, con rapporto in volume filler e cemento rispetto al bitume di 0.33 e 0.16.

Tutti i mastici sono stati testati allo stesso tempo di maturazione di 7 giorni. Per quanto riguarda il mastice 3, con concentrazione di fini 0.33, sono stati presi in considerazione anche tempi di maturazione pari a 1 e 3 giorni.

Tabella 5 composizione in volume dei mastici investigati

Materiale	Mastice 2		Mastice 3		Mastice 4	
	0.33	0.16	0.33	0.16	0.33	0.16
<i>Cemento + filler</i>						
Cemento	6.3	3.5	5.8	3.2	5.8	3.2
Filler	18.5	10.4	16.9	9.5	16.9	9.5
Bitume	75.2	86.1	77.3	87.2	77.3	87.2
Totale	100	100	100	100	100	100
	0.33F	0.16F	0.33F	0.16F	-	-
<i>Solo filler</i>						
Cemento						
Filler	24.8	13.9	24.6	13.7	-	-
Bitume	75.2	86.1	75.4	18.3	-	-
Totale	100	100	100	100	-	-

3.1.4.1 Codifica dei campioni

Per identificare i campioni di mastice è stata utilizzata una sigla alfanumerica nella quale sono raggruppate tutte le caratteristiche dei provini confezionati. Nella sigla di riconoscimento sono indicati in ordine: tipologia di mastice, rapporto di concentrazione tra fini e bitume residuo (espresso in volume) con la specifica “F se è presente solo filler, e il tempo di maturazione. Si riporta di seguito un esempio:

M3_0.33F_7d

Dove:

- M3 indica la tipologia di mastice bituminoso costituito dall'emulsione bituminosa B (la C60B10);
- 0.33F indica che il rapporto di concentrazione del filler (senza l'aggiunta di cemento) rispetto al bitume è del 33%;
- 7d indica il tempo di stagionatura pari a 7 giorni;

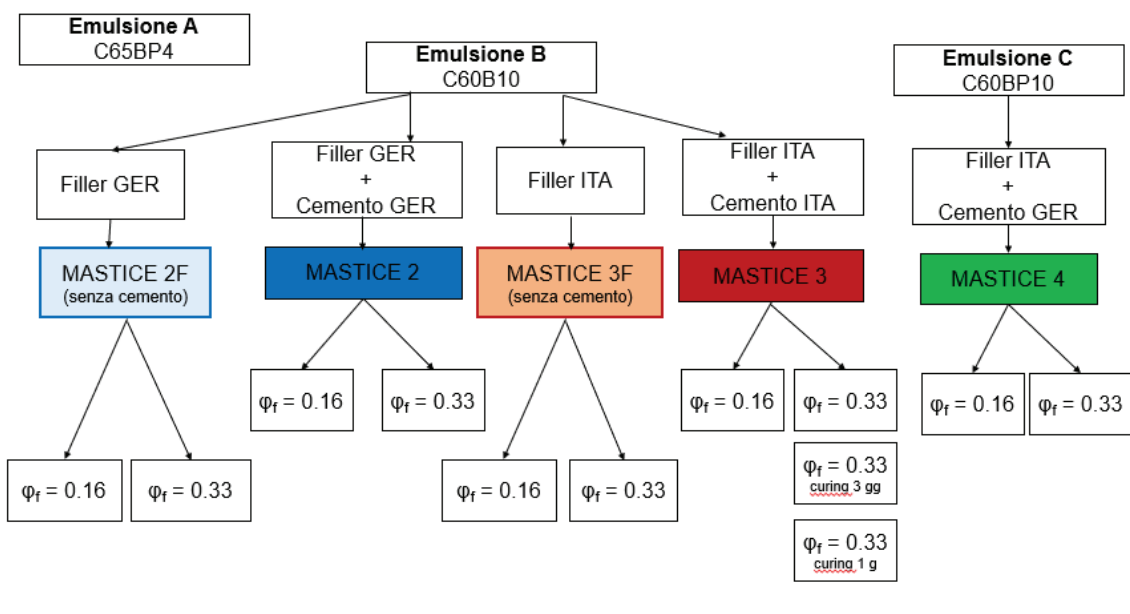


Figura 27 Composizione dei mastici bituminosi

3.2 Metodi

Si illustrano i metodi adottati per la caratterizzazione fisica del filler, i metodi per la preparazione dei campioni ed infine, le procedure applicate per l'esecuzione delle prove di modulo complesso e la loro modellazione.

3.2.1 Caratterizzazione fisica del filler

Nei successivi paragrafi vengono descritte le operazioni eseguite per la determinazione della massa volumica e della porosità di ciascuno dei due filler impiegati per il confezionamento dei mastici.

3.2.1.1 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.

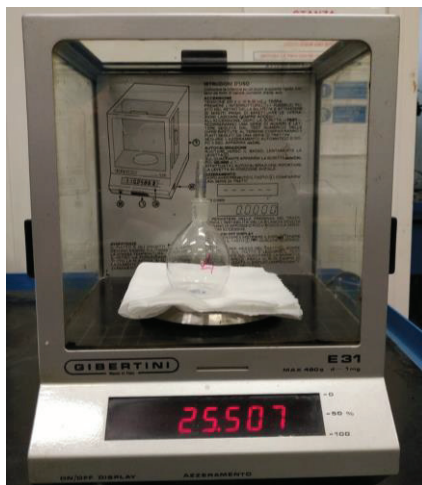
Il principio si basa sulla sostituzione di una certa quantità di liquido di densità nota con la porzione di prova. Per entrambi i due materiali sono stati preparati due provini separati, usando picnometri calibrati (Figura 28) e l'acqua come liquido di densità nota.

Per ciascuno dei provini si procede come segue:

- si registra il peso del picnometro pulito e asciutto con tappo (m_0) (Figura 29a);
- successivamente si riempie con (10 ± 1) g di filler prelevato dalla porzione di prova e pesato di nuovo (m_1) (Figura 29b);
- si aggiunge l'acqua sufficiente per immergere completamente il provino. Questa fase viene condotta con molta attenzione lasciando percolare il filler (Figura 30a);
- la rimozione dei vuoti d'aria viene eseguita portando a bollire il picnometro con l'utilizzo di un fornello elettrico, (Figura 30b), dopo di che 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 $(25 \pm 0,1)^\circ\text{C}$ senza tappo o in modo che la parte superiore sporga da 2 a 3 mm sopra il livello dell'acqua nel bagno, (Figura 31a). Dopo 60 minuti, si reinserte 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 (m_2), (Figura 31b e Figura 31c).
- 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 28 Picnometri.

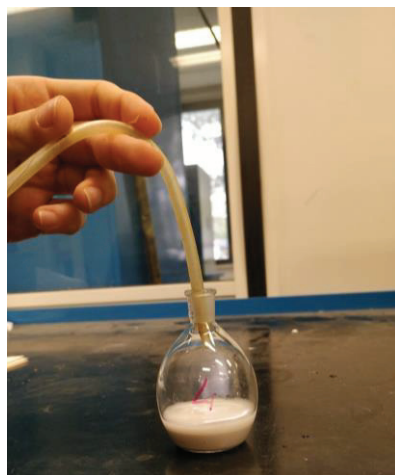


a)

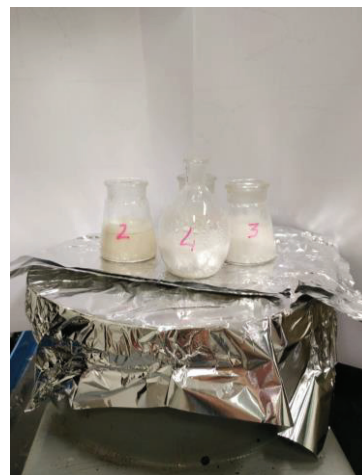


b)

Figura 29 a) peso m0; b) peso m1.



a)

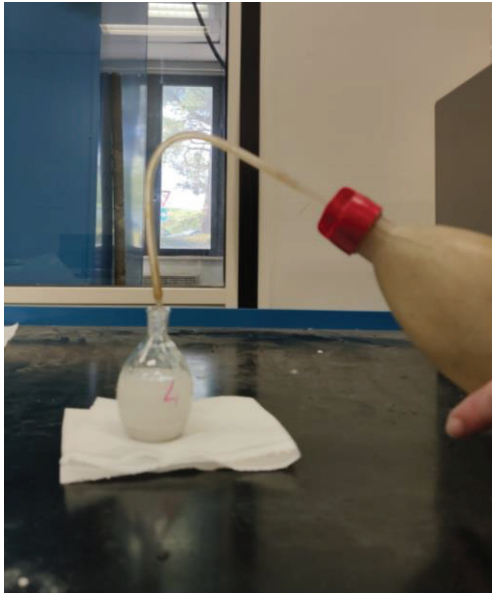


b)

Figura 30 a) immersione provino; b) ebollizione picnometro.



a)



b)



c)

Figura 31 a) picnometro nel bagnotermostatico; b) riempimento d'acqua a livello; c) peso m_2 .

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

$$\rho_f = \frac{m_1 - m_0}{V - \frac{m_2 - m_1}{\rho_l}}$$

dove

- ρ_l è la densità del liquido (acqua) a 25 °C, in Mg/m³ per metro cubo;
- ρ_f è la densità delle particelle del filler a 25 °C, in Mg/m³.

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 6 e nella Tabella 7:

Tabella 6 Densità media del filler italiano

ITA	m ₀	m ₁	m ₂	m ₃	V	ρ _l	ρ _f	media
	[g]	[g]	[g]	[g]	[ml]	[Mg/m ³]	[Mg/m ³]	[Mg/m ³]
PIC_1	33,453	43,125	71,098	64,972	31,612	0,997	2,720	2,728
PIC_2	33,749	43,049	72,519	66,607	32,955	0,997	2,737	

Tabella 7 Densità media del filler tedesco

GER	m ₀	m ₁	m ₂	m ₃	V	ρ _l	ρ _f	media
	[g]	[g]	[g]	[g]	[ml]	[Mg/m ³]	[Mg/m ³]	[Mg/m ³]
PIC_3	34,480	43,621	72,988	67,195	32,811	0,997	2,722	2,689
PIC_4	25,509	35,247	89,213	83,132	57,792	0,997	2,655	

3.2.1.2 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 32):

- un blocco di caduta, che comprende un cilindro metallico cavo, con fondo orizzontale, diametro interno pari a (25 ± 1) mm e altezza pari a (65 ± 5) mm;
- un pistone metallico, con un foro lungo l'asse longitudinale di diametro pari a (1.6 ± 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 32 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_0 , (Figura 33a); 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 33b). 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 33c). Si legge quindi, con l'ausilio di un calibro (Figura 33d) 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 m_1 (Figura 33d)



a)



b)



c)



d)



e)

Figura 33 a) Peso m_0 ; b) inserimento materiale più filtro; c) realizzazione dei colpi; d) lettura altezza tramite calibro; e) Peso m_1 .

Per differenza è possibile poi determinare la massa del filler secco compattato m_2 :

$$m_2 = m_1 - m_0$$

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

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

Dove:

- v : vuoti presenti all'interno del filler secco compattato (%);
- m_2 : massa del filler compattato (g);
- α : diametro interno del cilindro cavo metallico (mm), nel caso specifico è stato considerato $\alpha = 25.4$ mm;
- ρ_f : densità del filler (Mg/m³);
- h : altezza del filler compattato (mm).

I risultati ottenuti per entrambi i filler sono riportati in

Tabella 8 e in Tabella 9.

Tabella 8 Porosità media del filler italiano.

Campione	m0	m1	m2	h1	h0	h	ρ_f	v	media
ITA	[g]	[g]	[g]	[mm]	[mm]	[mm]	[Mg/m³]	[%]	[%]
1	3087.2	3096.4	9.2	23.75	14.2	9.55	2.728	30.315	29.02
2	3087.2	3096.8	9.6	23.75	14.2	9.55	2.728	27.285	
3	3087.2	3097.1	9.9	24.35	14.2	10.15	2.728	29.445	

Tabella 9 Porosità media del filler tedesco.

Campione	m0	m1	m2	h1	h0	h	ρ_f	v	media
GER	[g]	[g]	[g]	[mm]	[mm]	[mm]	[Mg/m³]	[%]	[%]
1	3087.2	3096.6	9.4	25.1	14.2	10.9	2.689	36.699	37.67
2	3087.2	3097	9.8	25.95	14.2	11.75	2.689	38.780	
3	3087.2	3097.1	10	25.95	14.2	11.75	2.689	37.350	

3.2.2 Preparazione dei campioni

La procedura per il confezionamento dei mastici è stata studiata preliminarmente al fine di:

- considerare il quantitativo di materiale da impiegare sulla base della fornitura disponibile;
- valutare la tipologia di miscelazione (manuale o meccanica);
- valutare l'aggiunta o meno di acqua;
- valutare le modalità di maturazione migliore (su stampo o lastra).

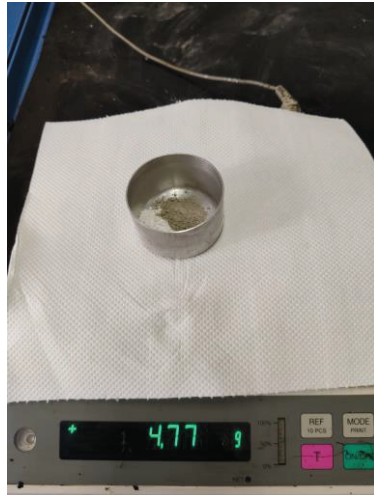
La procedura migliore prevede i seguenti passaggi:

1. in un recipiente di latta vengono aggiunti dapprima filler e cemento nel dosaggio tale da ottenere le concentrazioni rispetto al bitume stabilite (Figura 34a) e in un secondo momento viene aggiunta l'emulsione bituminosa (Figura 34c). Il totale di mastice fresco preparato è di circa 20g per ciascuna miscelazione. L'emulsione bituminosa viene prelevata da un recipiente, posto in forno ad almeno 40°C, tramite l'ausilio di

una siringa, solo dopo averla mescolata bene con una bacchetta metallica in modo da portare in sospensione le particelle di bitume, che solitamente tendono a depositarsi sul fondo (Figura 34b);

2. la miscelazione delle tre componenti viene eseguita manualmente per controllare meglio l'omogeneità della miscela ed evitare dispersione di materiale ed avviene senza ulteriore aggiunta di acqua (Figura 34d);
3. per la preparazione dei provini, il mastice viene versato in appositi stampi in gomma siliconica bicomponente (*mold*) subito dopo il termine della miscelazione in maniera tale che esso risulti ancora fluido. Gli stampi hanno un diametro 8 mm e spessore 4 mm o, alternativamente, a seconda delle prova da eseguire, di diametro 25 mm e 2 mm di spessore (Figura 35). In questo modo si ottengono "pasticche" di mastice delle dimensioni utili per svolgere la prova (Figura 36).
4. i provini vengono lasciati maturare tramite stagionatura a 40°C per 7 giorni, e nel caso del mastice 3 con rapporto di concentrazione 0.33, anche per 3 giorni e 1 giorno. (Figura 37a);
5. una volta trascorso il periodo di maturazione, per bloccare la stagionatura del materiale e consentire la valutazione della rigidità del mastice dopo il tempo fissato, si spostano i provini in camera climatica a 5°C e vengono opportunamente coperti tramite sacchetti di plastica per impedire che, a causa del getto d'aria freddo diretto sui provini, questi si ossidino superiormente (Figura 37b). Inoltre per evitare che nell'estrazione dallo stampo il provino si deformi in maniera fragile è comunque consigliabile, prima della prova, prelevare i provini dalla camera climatica e lasciarli per qualche istante a temperatura ambiente prima di toglierli dallo stampo;
6. una volta scasserati i provini dallo stampo, vengono inseriti nel DSR e si procede con la prova del modulo di rigidità.

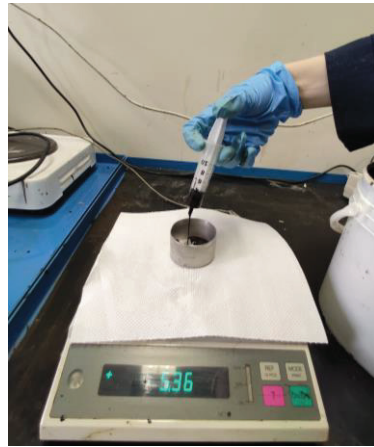
Per ciascun materiale sono state eseguite due miscelazioni per valutare la ripetibilità delle procedura di miscelazione, verificando l'omogeneità dei campioni ottenuti nelle diverse miscelazioni ed eventualmente tenere in considerazione errori accidentali durante la miscelazione.



a)



b)

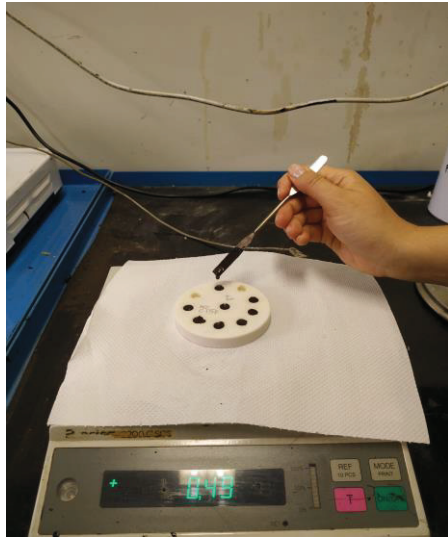


c)

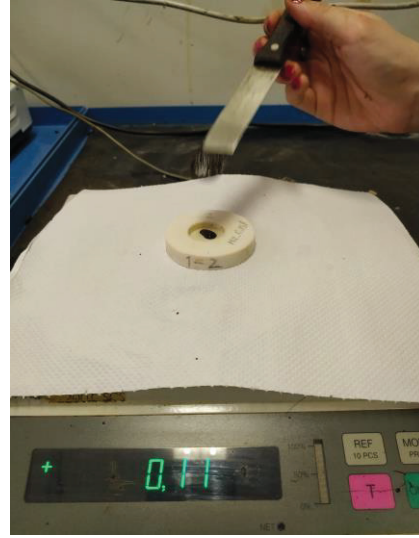


d)

Figura 34 a) peso del filler e del cemento; b) miscelazione dell'emulsione prima dell'aggiunta; c) aggiunta dell'emulsione; d) miscelazione di emulsione e fini



a)



b)

Figura 35 Preparazione dei campioni di mastice: a) stampi da 8 mm b) e da 25 mm.



Figura 36 Provini prima della maturazione

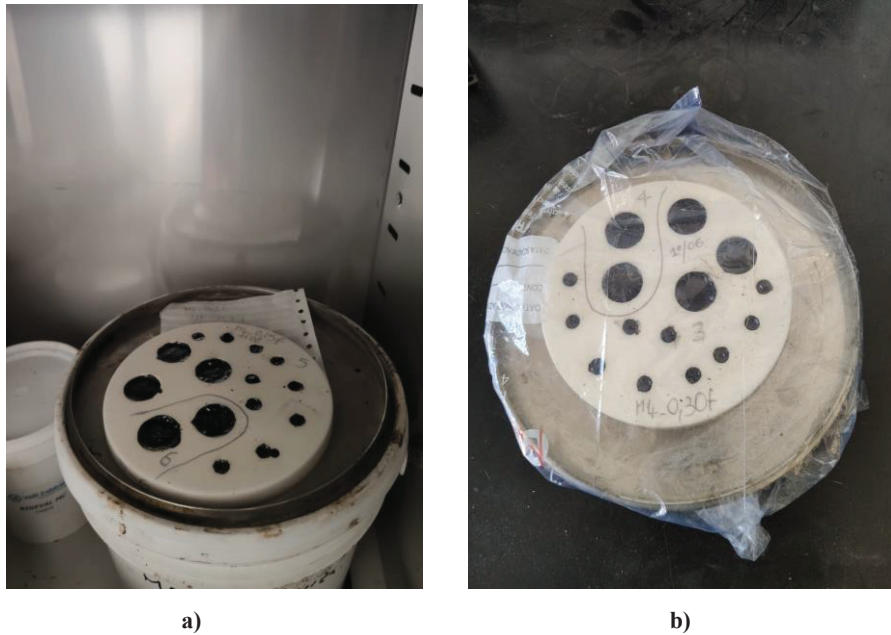


Figura 37 Campioni da testare a) Stagionatura a 40°C; b) condizionamento in camera climatica a 5°C

3.2.3 Strumentazione di prova

Per lo studio delle proprietà reologiche dei mastici e delle emulsioni è stato utilizzato il DSR–Anton Paar Physica MCR302 (*Dynamic Shear Rheometer*), un reometro a taglio dinamico. Di seguito è descritto il macchinario, l'apparecchiatura e la configurazione di prova.

3.2.3.1 Dynamic Shear Rheometer

Il DSR (*Dynamic Shear Rheometer*) (Figura 38) viene utilizzato per la caratterizzazione reologica di leganti viscoelastici ad uso stradale, sottoposti all'effetto di sollecitazioni dinamiche ottenute imponendo oscillazioni forzate sinusoidali di ampiezza e frequenza note. L'obiettivo è di ricavare le variabili reologiche associate alle cosiddette proprietà “*performance-related*”, legate al comportamento del legante una volta messo in opera all'interno della miscela.



Figura 38 DSR Anton-Paar Physica MCR302.

Il principio di funzionamento del DSR prevede che, in condizioni di temperatura controllata, al provino venga applicata una coppia sollecitante T , variabile nel tempo secondo una legge predefinita, in corrispondenza della quale vengono misurate le rotazioni angolari θ subite dal campione stesso. Gran parte di tali apparecchiature permette di eseguire le prove in regime continuo e in regime oscillatorio e di operare sia in controllo di sollecitazione (*controlled stress*) che di deformazione (*controlled strain*). In controllo di sollecitazione, si applica una certa tensione fissata e si misurano le deformazioni ad esse conseguenti, mentre in controllo di deformazione la coppia applicata al campione viene adeguata al valore che consente di ottenere determinate velocità ed ampiezze di deformazione. La grande versatilità dello strumento offre la possibilità di variare il sistema di misura in funzione del tipo di indagine che si vuol eseguire. È possibile infatti l'impiego dei sistemi a cilindri coassiali, gli accoppiamenti piatto-piatto e piatto-cono, ognuno dei quali è disponibile in diverse dimensioni che possono essere standard o meno (*custom made*). I parametri fondamentali che il macchinario restituisce per la caratterizzazione reologica del materiale sono G^* e δ , rispettivamente il modulo complesso e l'angolo di fase.

3.2.3.2 Apparecchiatura di prova

Il DSR è costituito da un corpo macchina che contiene al suo interno un motore EC ad azionamento sincrono, e da un braccio verticale contenente l'alloggio nel quale viene agganciato il piatto oscillante superiore. La testa del braccio è in grado di traslare verticalmente per permettere l'inserimento ed il successivo posizionamento del piatto oscillante sulla superficie superiore del provino. Il braccio è anche dotato di un sensore di forza normale. Ogni movimento è gestito elettronicamente. Sul corpo macchina, oltre ad un display, trova alloggio un dispositivo di temperatura Peltier (Figura 39), sul quale viene avvitato il piatto inferiore

fisso. Quest'apparato permette il condizionamento del campione alla temperatura di prova scelta utilizzando un criostato esterno (Figura 40) che può funzionare anche con acqua, non dovendo raggiungere temperature inferiori allo zero.

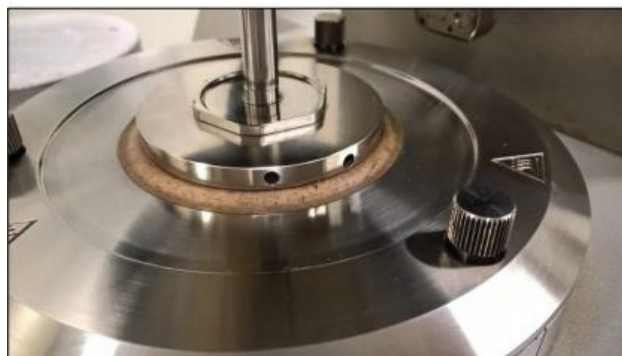


Figura 39 Dispositivo Peltier in configurazione piatto-piatto.



Figura 40 Criostato.

Per il suo funzionamento il DSR necessita, inoltre, di un sistema ad aria compressa che fornisce una pressione compresa tra 6 ed 8 bar e che deve sempre essere in funzione prima dell'accensione del macchinario. L'apparato strumentario è collegato ad un pc dal quale, tramite l'apposito software RHEOPLUS/32 V3.62, in ambiente Windows, è possibile:

- eseguire le fasi preliminari di calibrazione dello strumento;
- impostare le procedure per l'esecuzione dei test;

- ottenere l'output delle prove in maniera istantanea, in forma di grafici e tabelle.

3.2.3.3 Configurazione di prova “piatto-piatto”

Nella configurazione di prova “piatto-piatto”, adottata nella presente investigazione, il sistema di misura è costituito appunto da due “piatti” circolari, quello inferiore fisso e quello superiore collegato all'albero motore dello strumento attraverso cui viene applicata la rotazione. Tra i due piatti viene posto il provino cilindrico, di dimensione variabile e termicamente omogeneo. Le grandezze geometriche che definiscono il sistema sono il raggio R ed il cosiddetto *gap*, ovvero la distanza tra i piatti superiore e inferiore in posizione di misura, corrispondente allo spessore del provino (Figura 41). Il *gap* deve essere opportunamente scelto in base alla tipologia di materiale da testare e al genere di prova da dover condurre. In generale il *gap* deve essere almeno 5 volte più grande della massima dimensione delle particelle contenute nel provino per non determinare interferenze con il sistema e dunque errori nella misura.

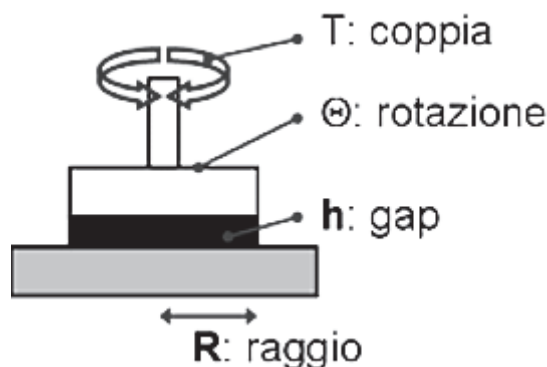


Figura 41 Configurazione piatto-piatto.

Generalmente le dimensioni dei piatti usati sono 8 mm e 25 mm (Figura 42). La scelta di uno dei due sta nella temperatura alla quale si conduce la prova: se il materiale si presenta abbastanza rigido, utilizzando un piatto con diametro maggiore, ci sarebbe il rischio che durante l'oscillazione lo strumento misuri la rigidità torsionale del gambo del piatto e non quella del materiale (compliance machine). Viceversa se il materiale non è sufficientemente rigido, alle alte temperature sul piatto con diametro inferiore, bisogna tener conto del minimo torcente che la macchina può applicare (risoluzione macchina). In Tabella 10 vengono riassunte le grandezze geometriche principali dei piatti.

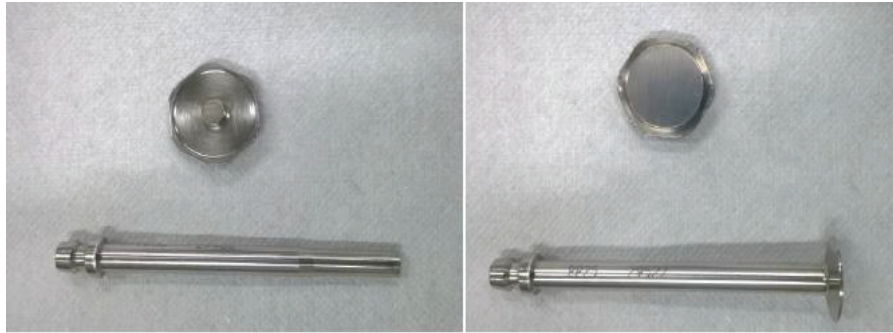


Figura 42 Piatti da 8mm (a sinistra) e 25 mm (a destra).

Tabella 10 Dimensione dei provini.

Diametro [mm]	Gap [mm]
8	2
25	1

Facendo riferimento allo schema di Figura 43, la deformazione viene imposta con le seguenti modalità: il piatto superiore, che oscilla intorno ad un asse verticale, partendo dalla posizione *A*, ruota fino a raggiungere la posizione *B* e a questo punto invertendo il verso di rotazione, il piatto si porta, ripassando per la posizione *A*, in posizione *C* e poi di nuovo in *A* descrivendo così un ciclo completo.

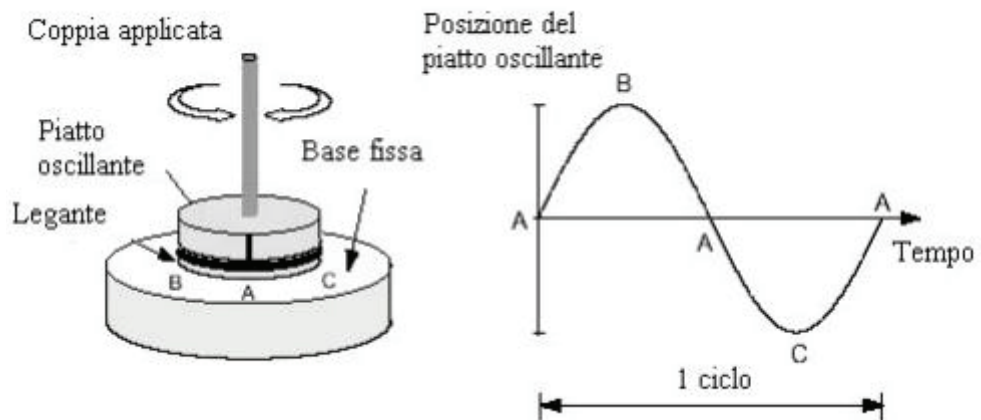


Figura 43 Schema del funzionamento della prova in regime oscillatorio.

In tal modo l'oscillazione può essere rappresentata lungo l'ascissa temporale da un'onda sinusoidale descrivibile con un'ampiezza (corrispondente alla deformazione imposta e ottenuta in corrispondenza delle posizioni *B* e *C*) e una frequenza.

Come accennato in precedenza, il macchinario restituisce, per ogni oscillazione di ampiezza e frequenza nota, i parametri:

- angolo di fase δ ;
- modulo complesso G^* .

Il parametro reologico di riferimento per le prove in regime oscillatorio, G^* , è definito come il rapporto tra l'ampiezza dello sforzo di taglio e l'ampiezza della deformazione:

$$G^* = \frac{\tau_{max}}{\gamma_{max}}$$

e l'espressione di γ sarà del tipo:

$$\gamma(t) = \gamma_{max} \sin \omega t$$

dove:

- $\gamma(t)$ è l'andamento della deformazione nel tempo;
- γ_{max} è l'ampiezza della deformazione;
- $\omega = 2\pi f$ è la pulsazione;
- f è la frequenza (numero di cicli nell'unità di tempo misurata in) [Hz].

L'apparecchiatura misura la risposta del materiale in termini di tensioni tangenziali, le quali hanno lo stesso andamento sinusoidale descritto al Capitolo 2:

$$\tau(t) = \tau_{max} \sin(\omega t + \delta)$$

- in cui: $\tau(t)$ è l'andamento della tensione tangenziale nel tempo [Pa];
- τ_{max} è l'ampiezza della tensione tangenziale [Pa];
- δ è l'angolo di fase [rad].

I parametri che lo strumento calcola in automatico ed effettivamente utilizza sono:

- Lo scorrimento angolare γ (Figura 44):

$$\gamma = \frac{BB'}{AB} = \frac{\theta \cdot R}{H} \rightarrow \dot{\gamma}(r) = \frac{\omega r}{H}$$

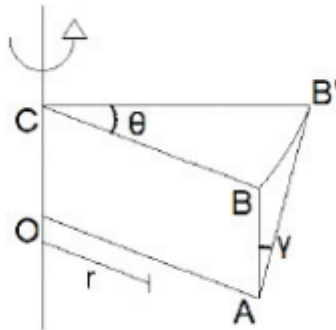


Figura 44 Geometria del provino.

dove:

- θ è la rotazione imposta al provino;
- R è il raggio del provino;
- H è lo spessore del provino.

- Il momento torcente T (Figura 45):

$$T = \int_0^R dT = 2\pi \left(\frac{\mu\omega}{H} \right) \frac{R^4}{4}$$

$$dT = \tau dA = \frac{\mu\omega}{H} R 2\pi R dR$$



Figura 45 Vista dall'alto dei piatti paralleli.

dove:

- dT è il momento torcente applicato su un'area infinitesima;
- $dA = 2\pi R dR$ è l'area infinitesima del provino;
- μ è la viscosità del materiale.

- Lo Sforzo τ :

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

3.2.4 Procedura di prova

Nel seguente paragrafo viene descritto lo svolgimento dei vari step che precedono qualunque tipo di prova, che consistono essenzialmente nell'avvio dell'apparecchiatura di prova:

- Fase 1: Per prima cosa si apre la manopola dell'aria compressa fino al raggiungimento di una pressione pari a 6-8 bar, necessaria al fine di evitare il danneggiamento del cuscinetto ad aria necessario al funzionamento dello strumento di prova;
- Fase 2: Si accende il criostato, indispensabile per la regolazione della Temperatura di prova.
- Fase 3: A seguire si accende il DSR, e ci si accerta che sul led compaia la dicitura "Status: OK".
- Fase 4: Si avvia il pc connesso al macchinario, sul quale è installato il software "RHEOPLUS/32 V3.62".
- Fase 5: Viene preparato lo strumento, svitando l'elemento protettivo dell'attacco del piatto superiore e avvitando la cappa termica.
- Fase 6: A questo punto dal PC si avvia il software "Start Rheoplus" ed è possibile scegliere se aprire un file di prova predefinito o crearne uno nuovo. Opzionato il tipo di prova, sempre sulla barra in alto si seleziona il comando "Control panel", e si apre una finestra dalla quale è possibile opzionare il sistema di misura, tutti i movimenti del DSR, l'installazione del provino, la temperatura, il gap tra i piatti, etc.

In Figura 46 è possibile osservare la schermata iniziale del programma Rheoplus.



Figura 46 Finestra iniziale del programma Rheoplus.

- Fase 7: A questo punto si inizializza la macchina semplicemente cliccando sul comando “Inizialize”, e la cappa scorre lungo la guida verso l’alto.
- Fase 8: Si procede all’installazione del sistema di misura, avvitando il piatto inferiore sul dispositivo Peltier (Figura 39),e sul braccio mobile si installa il piatto superiore oscillante, alzando la protezione metallica del cuscinetto e prestando attenzione affinché gli intagli posti sull’estremità superiore del piatto e sull’apparato ospitante siano allineati. Nel caso in cui l’inserimento sia stato effettuato correttamente, dopo qualche secondo necessario al riconoscimento del piatto, la macchina emetterà un segnale acustico, accompagnato sul pannello di controllo dalla sigla “PP08”o “PP25”, altrimenti comparirebbe la scritta “Error”.
- Fase 9: Si imposta la temperatura media di lavoro e si avvia il comando “Set Zero Gap” (Figura 47): il piatto superiore si abbassa fino a toccare quello inferiore (Figura 48). Questa operazione è necessaria all’azzeramento del sensore di forza normale presente dentro il cuscinetto ad aria. In questo modo si registra lo zero gap come la posizione di “riferimento zero”, e successivamente si rialza fino a raggiungere la distanza verticale desiderata, coincidente con l’altezza del provino che verrà inserito (gap 2 mm o 1 mm a seconda della geometria di prova).

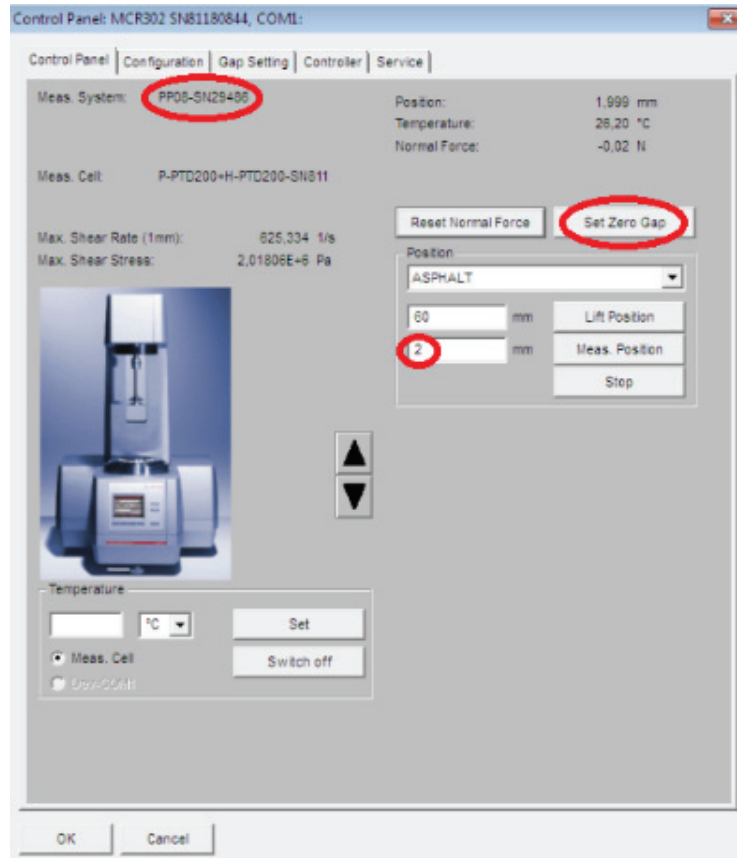


Figura 47 "Set Zero Gap" da finestra Control Panel del Rheoplus

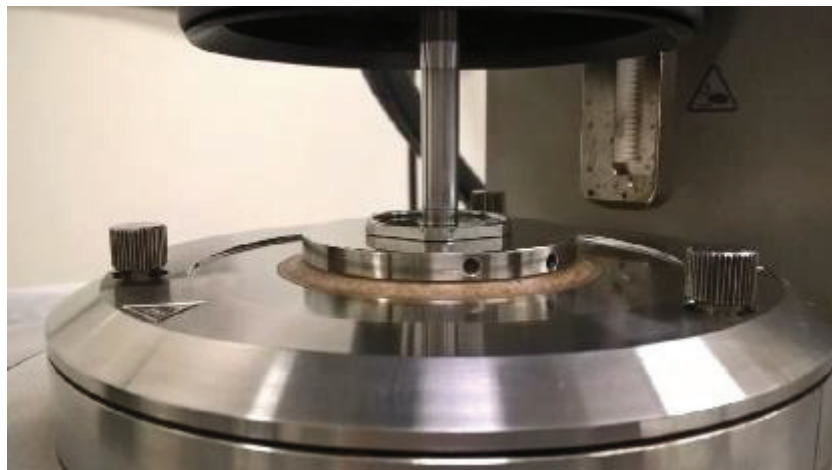


Figura 48 Posizione di zero gap.

- Fase 10: Selezionando dal pannello di controllo il comando "Lift Position" il piatto superiore viene traslato in alto. A questo punto è possibile inserire il provino (Figura 49), avendo prima impostato la temperatura di "trimming" con il comando "Set". Nella presente sperimentazione è stata utilizzata la temperatura di 40 °C per i mastici con le

due diverse percentuali filler e cemento e 35 °C per le emulsioni e i mastici con solo filler. Si scalda la faccia inferiore del provino con una spatolina rovente e lo si incolla al piatto inferiore. Si riporta in posizione il piatto oscillante fino alla distanza (gap) impostata nella fase precedente, facendo aderire le facce del provino a quelle dei piatti, superiore e inferiore tramite il comando “Measurement position” dopo aver scaldato anche la faccia superiore del provino tramite la spatolina rovente. Nello specifico, si è riscontrato che sia mettendo la faccia superiore del provino confezionato a contatto con il piatto inferiore (che è quello che si riscalda) che il contrario, si ottengono risultati confrontabili.



Figura 49 Posizionamento del provino sul piatto inferiore.

- Fase 11: Con il comando “Measurement position” il piatto superiore scende fino ad un gap leggermente superiore a quello di prova (2 mm + 0.25 mm o 1 mm + 0.25 mm).
- Fase 12: A questo punto è possibile procedere con l’operazione di “trimming”, che consiste nel ripulire il campione dal materiale in esubero, mediante l’ausilio della stessa spatolina metallica rovente. Durante questa fase la spatolina va sempre posizionata ortogonalmente ai piatti, in modo da riuscire a rimuovere solo l’eccesso del materiale senza danneggiare l’integrità del provino.
- Fase 13: Sul monitor del computer si conferma di avere effettuato l’operazione di trimming e selezionando “Continue” il piatto superiore scenderà ulteriormente di 0.25 mm. Ciò produce nel provino una configurazione un po’ spanciata detta “a botticella”, raggiungendo così la configurazione di prova (Figura 50).

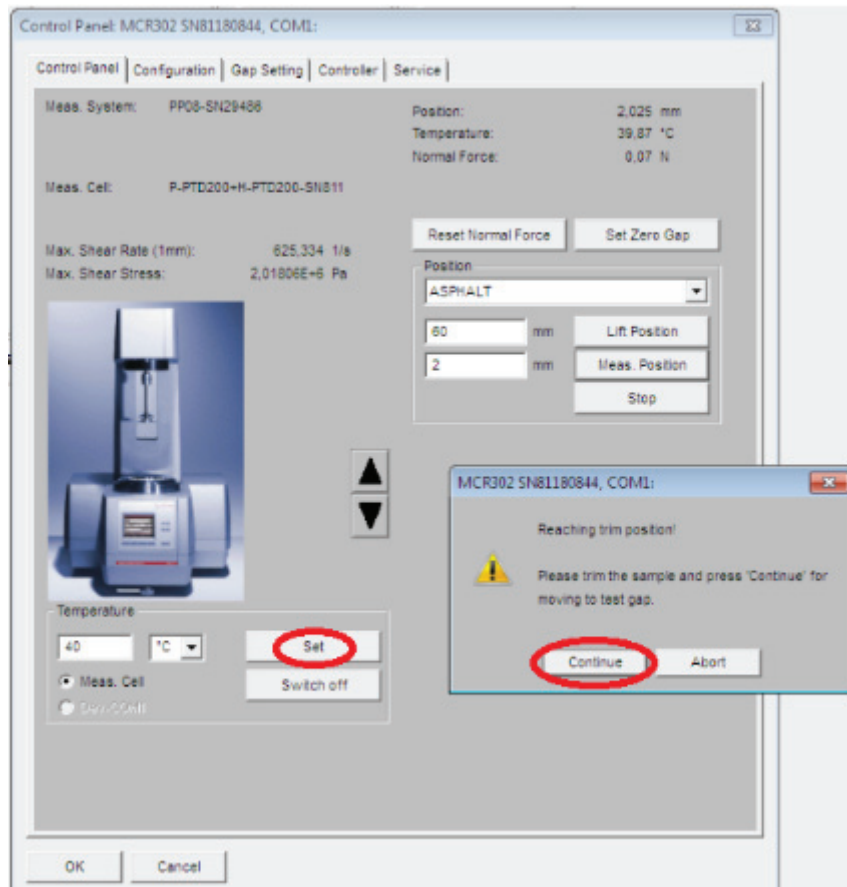


Figura 50 Finestra del trimming

- Fase 14: Ora è possibile abbassare la cappa in modo da isolare termicamente la zona di prova, e impostare sul pannello di controllo la prima temperatura di prova, confermandola tramite il comando “set”→“ok”.
- Fase 15: Quando si seleziona il tasto “Start the test” per avviare la prova, compare una nuova finestra dove viene chiesto all’operatore di inserire il nome del file ed eventuali informazioni aggiuntive. Al raggiungimento da parte dell’apparecchiatura della prima temperatura di prova impostata è possibile selezionare “Start the test now” (Figura 51).

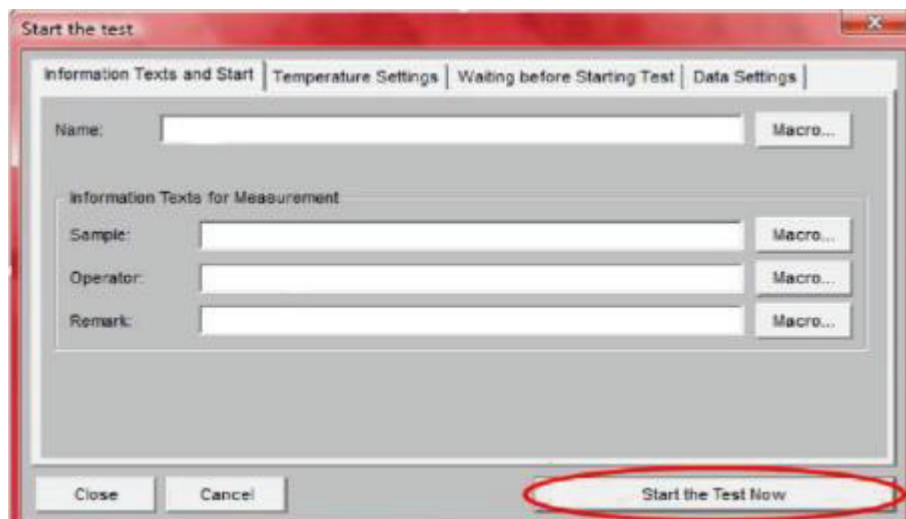


Figura 51 Schermata di avvio della prova.

Durante l'esecuzione della prova è possibile visualizzare istante per istante l'evoluzione dei dati misurati, sia sotto forma di tabelle che plottati su dei grafici. Infine, al termine di ciascuna prova, i risultati vengono automaticamente salvati su un file di estensione “.ORX” e successivamente convertiti dall'operatore in formato “.exe”, così da poter consentire in un secondo momento una semplice elaborazione su di un foglio di lavoro excel.

Le fasi appena descritte sono quelle che consentono di mettere in funzione il macchinario, qualsiasi sia la prova che si desidera eseguire, e qualsiasi sia il protocollo da seguire.

3.2.5 Misurazione del Modulo Complesso

Con l'obiettivo di valutare quali siano gli effetti che le diverse tipologie di emulsione bituminosa e che le diverse aggiunte di cemento e filler producono sul comportamento meccanico dei mastici, e la loro dipendenza da temperatura e frequenza, sono state realizzate prove di modulo complesso mediante il DSR nella configurazione piatto-piatto attraverso la seguente successione di prove (Tabella 11):

- Prove di Strain-Sweep per la valutazione del limite di viscoelasticità lineare γ_{lim} cioè del livello deformativo massimo da applicare nelle prove successive;
- Prove di Frequency-Sweep con piattini da 8 mm (PP8) e da 25 mm (PP25) per lo studio delle proprietà reologiche del materiale in intervalli di tempo e temperatura più ampi. ciò ha consentito così di ottenere le curve maestre alla temperatura di riferimento $T_{ref}=25^{\circ}C$;

Tabella 11 Configurazione piattino per ogni tipo di prova.

PROVA	DIMENSIONI PIATTINO (mm)
<i>Strain sweep</i>	8
<i>Frequency sweep</i>	8 25

3.2.5.1 Prova di Strain Sweep

In riferimento alle prove di “Strain-sweep” (letteralmente “spazzata di deformazioni”), la prova viene condotta preliminarmente al fine di individuare il limite del comportamento viscoelastico lineare del materiale a diverse temperature.

In questo modo è possibile definire i livelli deformativi da imporre nelle prove successive, con l’obiettivo di studiare il materiale in campo lineare. Fissata la frequenza (cicli di carico/secondo), la prova si articola in diverse fasi, a seconda di quante sono le temperature da investigare. Nel caso in esame per ciascun campione la prova è stata eseguita alle temperature di 5, 15 e 25 °C, fissando la frequenza a 1,6 Hz (dunque fissando la frequenza angolare di 10 rad/s). Tra i dati di input (Figura 53a), vi è la scelta dell’entità delle deformazioni di taglio imposte (da 0.005 a 5 %).

Il campione, una volta avviata la prova, segue il programma di Figura 53b in cui viene condizionato alla temperatura desiderata per un tempo pari al raggiungimento dell’equilibrio termico (15 minuti). In questo arco temporale, il provino raggiunge la temperatura di prova, a cui corrisponde un determinato valore di modulo di rigidezza. Al termine della fase di condizionamento, lo strumento registra, in corrispondenza dei diversi livelli deformativi (una “spazzata” di deformazione, per l’appunto), la norma del modulo complesso $|G^*|$ (Figura 52). Inoltre sono registrate anche le sue componenti elastiche e viscose, la viscosità complessa, lo sforzo di taglio e l’angolo di fase.

Il limite lineare si definisce in corrispondenza di una riduzione di $|G^*|$ pari al 5% rispetto a quello iniziale (ovvero in corrispondenza di $0.95G_0$), valutata mantenendo costante la velocità angolare ω di 10 rad/s. Questo limite rappresenta proprio il campo di viscoelasticità lineare del materiale.

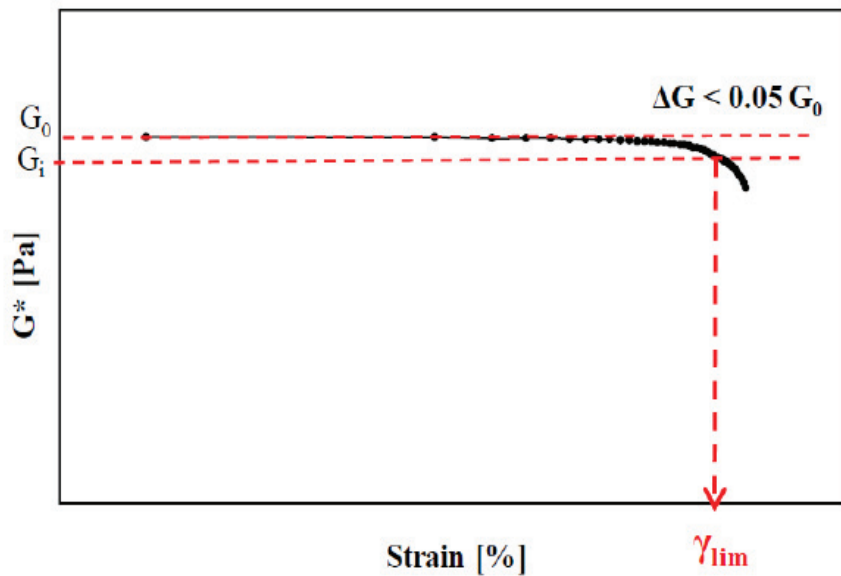
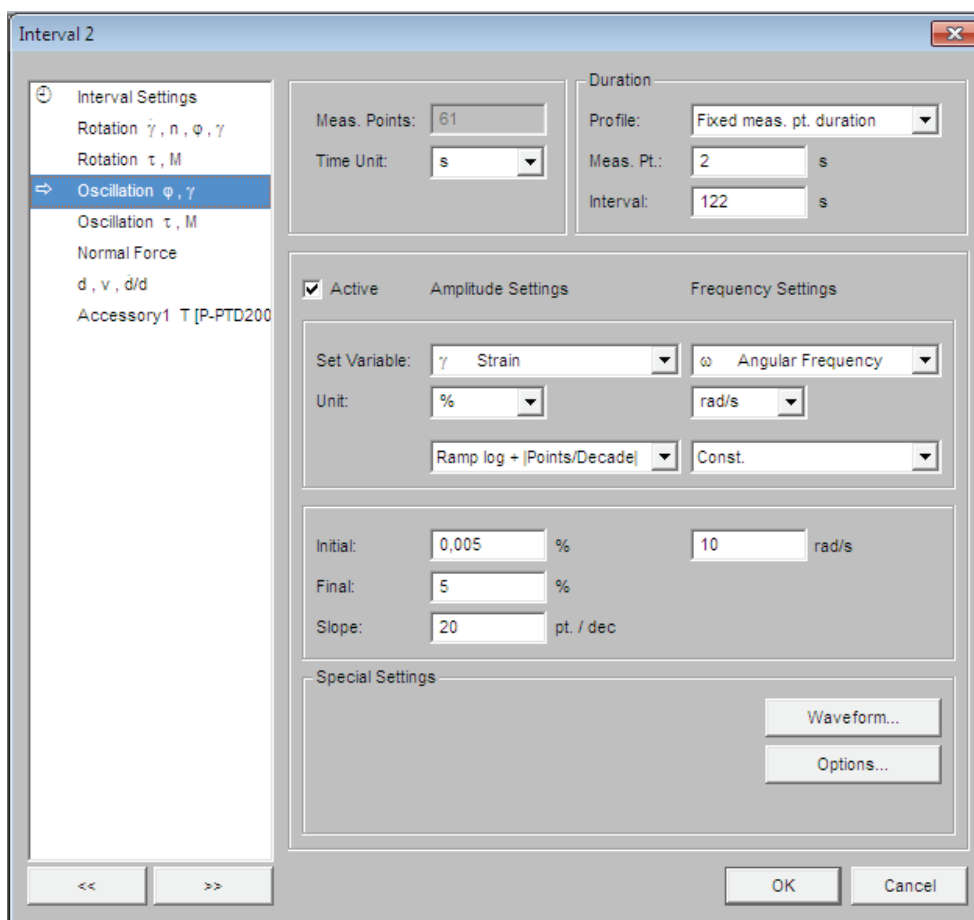


Figura 52 Andamento del modulo complesso G^* in funzione del livello di deformazione imposto

Come si evince dalla Figura 52, fino ad un certo valore di strain γ pari a γ_{lim} , il valore di $|G^*|$ risulta indipendente dallo stato tenso-deformativo, mentre al di sopra di quel valore, se si continua a sollecitare il materiale con onde di carico sempre più elevate, il comportamento meccanico non sarà più di tipo lineare. I provini devono essere testati prendendo sempre come riferimento il γ_{lim} di ciascun materiale, che in generale diminuisce con l'innalzamento della temperatura. Nella presente sperimentazione è stato considerato per le prove di tipo frequency sweep un unico γ_{lim} pari a 0.02% per tutti provini presi in esame in maniera cautelativa. La conformità di tale valore è stata sempre verificata con prove di tipo strain sweep eseguite preliminarmente.



a)

		1	2	3	4	5	6
MCR302 PP08-SN29486		3 Pts. 5 min	61 Pts. 2 s	3 Pts. 5 min	56 Pts. 2 s	3 Pts. 5 min	56 Pts. 2 s
	Rotation $\dot{\gamma}, n, \varphi, \gamma$						
	Rotation τ, M						
	Oscillation φ, γ		γ 0,005.5 % ω 10 rad/s		γ 0,005.5 % ω 10 rad/s		γ 0,005.5 % ω 10 rad/s
	Oscillation τ, M						
	F_N						
	$d, v, d/d$						
P-PTD200+H-PTD200-SNH	Accessory1 T	T 5 °C		T 15 °C		T 25 °C	

b)

Figura 53 Measurement window a) dati di input; b) impostazione programma della strain-sweep.

3.2.5.2 Frequency sweep

Questa prova va eseguita successivamente all'elaborazione dei dati della prova di strain sweep, in quanto, affinché si possa ottenere una corretta analisi del comportamento del

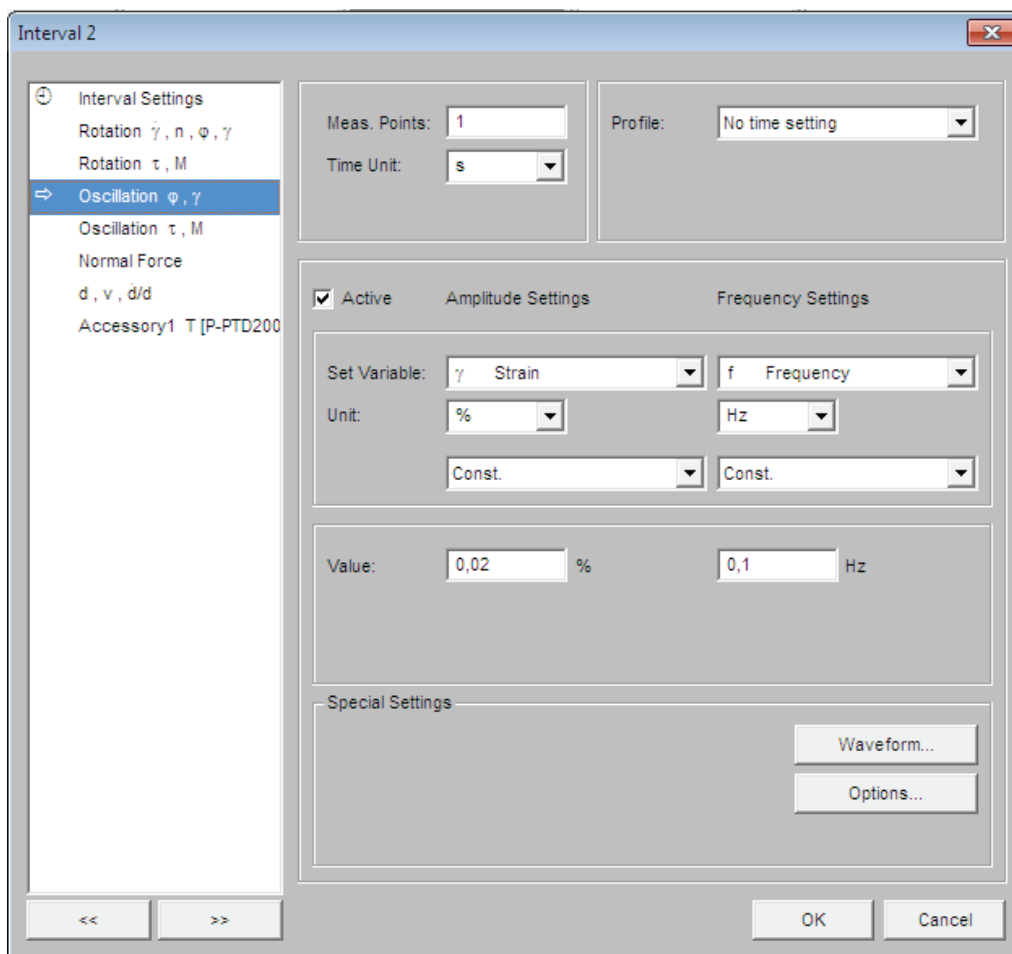
materiale in campo viscoelastico lineare, è importante scegliere una strain inferiore al limite individuato nelle prove di strain sweep. In questo caso si fissa la strain e si esegue una spazzata di frequenze (da cui il nome *frequency sweep*) indagando il modulo complesso G^* e l'angolo di fase δ a diverse temperature. Al variare della temperatura può essere necessario cambiare gli standard geometrici di prova, utilizzando per le temperature più alte il piattino da 25 mm e per le più basse il piattino da 8 mm.

In riferimento alle prove di frequency sweep, il DSR consente di eseguire la prova impostando i parametri desiderati; in questo modo le configurazioni possibili sono sostanzialmente infinite.

Nel caso specifico, fissata la deformazione di 0.02% ricavata dal limite di linearità della strain-sweep, con i piattini da 8 mm sono state valutate le temperature di 45, 35, 25, 15, 5 °C, mentre con quelli da 25 mm le temperature di 35, 45, 55, 65 °C. Ad ogni temperatura, raggiunta tramite condizionamento di 15 minuti, sono state realizzate le prove alle frequenze di 10, 5, 1, 0.5, 0.1, Hz, così come mostrato nel programma di prova in Figura 54 a e in Figura 54b.

MCR302 PP08-SN29486		1 3 Pts. 5 min	2 1 Pts.	3 1 Pts.	4 1 Pts.	5 1 Pts.	6 1 Pts.
Rotation γ, n, ϕ, γ							
Rotation τ, M							
Oscillation ϕ, γ		γ 0,02 % f 0,1 Hz	γ 0,02 % f 0,5 Hz	γ 0,02 % f 1 Hz	γ 0,02 % f 5 Hz	γ 0,02 % f 10 Hz	
Oscillation τ, M							
F_N							
d, v, d/d							
P-PTD200+H-PTD200-SM	Accessory1 T	T 45 °C					

a)



b)

Figura 54 Measurement window a) dati di input; b) impostazione programma della frequency-sweep.

Il programma restituisce come output le isoterme ovvero curve del valore assoluto di G^* in funzione della frequenza alle diverse temperature in scala doppio logaritmica. Obiettivo della prova è la costruzione delle MasterCurve.

3.2.5.3 Costruzione delle Master Curve

Le curve maestre (*master curves*) di $G_0(\omega)$ o $\delta G(\omega)$ che descrivono la risposta della LVE del materiale ad una temperatura di riferimento T_{ref} in funzione della frequenza, possono quindi essere costruita applicando il TTSP, come descritto precedentemente. I dati misurati ad ogni temperatura T sono traslati orizzontalmente e allineati a quelli ottenuti a T_{ref} , con l'applicazione del fattore di traslazione $aT_{ref}(T)$, necessario per sovrapporre i dati misurati a T e T_{ref} . I fattori di traslazione $aT_{ref}(T)$ sono comunemente determinati manualmente spostando i segmenti della funzione di risposta lungo la scala temporale logaritmica. La determinazione di $aT_{ref}(T)$ 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 55). 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 $G_0(\omega)$. La curva maestra di $\delta G(\omega)$ è stata poi ottenuta applicando gli stessi fattori di traslazione.

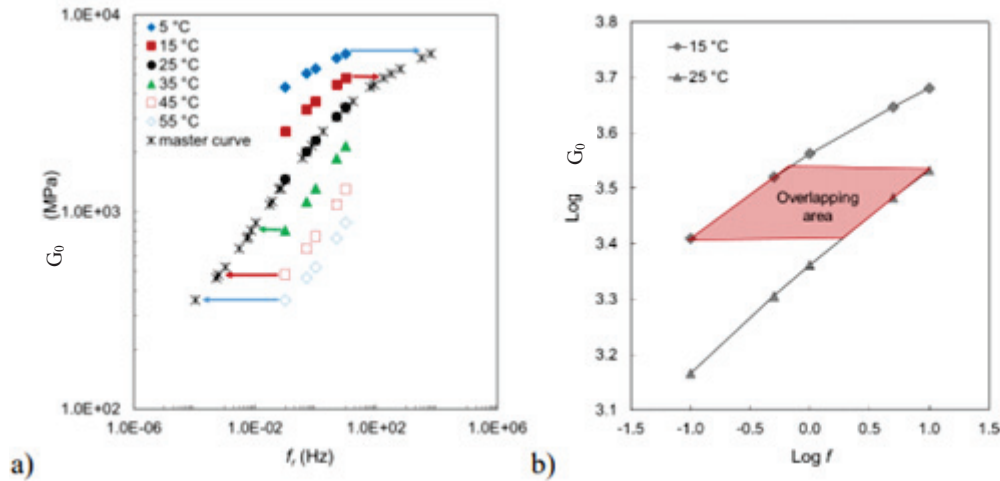


Figura 55 a) spostamento orizzontale ($T_{ref} = 25$ °C), b) algoritmo CFS.

3.2.5.4 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):

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

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

Questo modello è basato sui seguenti parametri:

- G_e modulo di equilibrio.

- G_g modulo vetroso.
- h , k , parametri compresi tra 0 e 1 rappresentativi dell'inclinazione della curva del modello nel piano di Cole-Cole.
- d parametro che governa la forma del modello
- τ tempo caratteristico
- δ_{HY} l'eventuale angolo di fase costante che considera meccanismi dissipativi

3.3 Obiettivo

L'obiettivo della sperimentazione è quello di indagare il comportamento reologico di mastici bituminosi a freddo. In particolare si vuole indagare l'effetto del tempo di maturazione, del tipo di emulsione bituminosa, del tipo di aggiunta mineraria (filler e cemento) e della loro concentrazione. Per fare ciò sono state eseguite prove su emulsioni e mastici per determinare il modulo complesso tramite DSR a diverse temperature (dai 5 ai 55 °C) e frequenze (da 0.1 a 10 Hz) a deformazione costante imposta $\gamma=0.02\%$. Al fine di confrontare più agevolmente i materiali, i dati sperimentali sono stati modellati tramite il modello reologico 2S2P1D-HY e i parametri del modello sono stati paragonati per ricavare eventuali correlazioni con le variabili di studio.

3.3.1 Programma Sperimentale

Nel seguente paragrafo viene riportato il programma sperimentale seguito. In Tabella 12 se ne riporta un riassunto, indicando per ogni materiale testato le tipologie di prove condotte:

	CAMPIONI	TIPOLOGIA DI PROVE		
MASTICE 2	M2_0.33_7d	strain sweep	frequency sweep PP8	frequency sweep PP25
	M2_0.16_7d	strain sweep	frequency sweep PP8	frequency sweep PP25
MASTICE 2F	M2_0.33f_7d	strain sweep	frequency sweep PP8	frequency sweep PP25
	M2_0.16f_7d	strain sweep	frequency sweep PP8	frequency sweep PP25
MASTICE 3	M3_0.33_7d	strain sweep	frequency sweep PP8	frequency sweep PP25
	M3_0.33_3d	strain sweep	frequency sweep PP8	frequency sweep PP25
	M3_0.33_1d	strain sweep	frequency sweep PP8	-
	M3_0.16_7d	strain sweep	frequency sweep PP8	frequency sweep PP25
MASTICE 3F	M3_0.33F_7d	strain sweep	frequency sweep PP8	frequency sweep PP25
	M3_0.16F_7d	strain sweep	frequency sweep PP8	frequency sweep PP25
MASTICE 4	M4_0.33_7d	strain sweep	frequency sweep PP8	frequency sweep PP25
	M4_0.16_7d	strain sweep	frequency sweep PP8	frequency sweep PP25
Emulsioni	EM_B_7d	strain sweep	frequency sweep PP8	frequency sweep PP25
	EM_C_7d	strain sweep	frequency sweep PP8	frequency sweep PP25
	EM_A_7d	strain sweep	frequency sweep PP8	frequency sweep PP25

Tabella 12 Tipologie di prove.

Per ciascun mastice ed emulsione sono state quindi eseguite prove di strain sweep e frequency sweep su piattino da 8 e da 25 mm, ad eccezione del Mastice 3 con concentrazione filler e cemento rispetto al bitume del 33% con tempo di stagionatura di 1 giorno. Infatti, a causa del ridotto tempo di maturazione (24 h) e alle alte temperature a cui è sottoposto per le prove di frequency sweep su piattino da 25 mm (da 35 a 65 °C), per questo materiale non è possibile determinare delle caratteristiche reologiche consistenti.

Capitolo 4

Analisi dei risultati sperimentali

In questo capitolo verranno descritti e commentati i risultati delle prove di modulo complesso eseguite sui mastici bituminosi a freddo, valutando, l'effetto del tempo di maturazione, della tipologia di emulsione, della tipologia e concentrazione delle aggiunte minerali. Infine, si metteranno a confronto il comportamento reologico dei mastici con quello delle corrispondenti malte, analizzate in un'altra tesi svolta in parallelo.

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 a G_0 e δ e la loro modellazione. In particolare, si farà riferimento ai risultati dei test eseguiti sul Mastice2_0.16F. Le operazioni descritte sono state poi ripetute per ciascuno dei campioni testati.

4.1.1 Dati sperimentali

Come già visto al Capitolo 3, prima di eseguire le prove di frequency sweep, è stata eseguita per ciascun materiale una prova di strain sweep in cui alle temperature di 5, 15 e 25 °C è stato valutato il valore di deformazione limite γ_{lim} , corrispondente al 95% di G_0 , per cui il materiale risulta ancora all'interno del campo lineare. In Figura 56 è riportata la prova di strain sweep svolta sul Mastice2_0.16F. Si può osservare che, ad ogni temperatura considerata, alla deformazione più bassa si è misurato il valore maggiore di G_0 . Aumentando la deformazione applicata, il valore di G_0 inizia a ridursi, dapprima in maniera minima, per poi mostrare un decadimento più marcato ad alte deformazioni. Le croci rosse individuano il γ_{lim} definito a ciascuna temperatura. Dalla figura si può osservare come i valori di γ_{lim} per ciascuna

temperatura risultino molto superiori alla deformazione 0.02% impostata per le prove di frequency sweep.

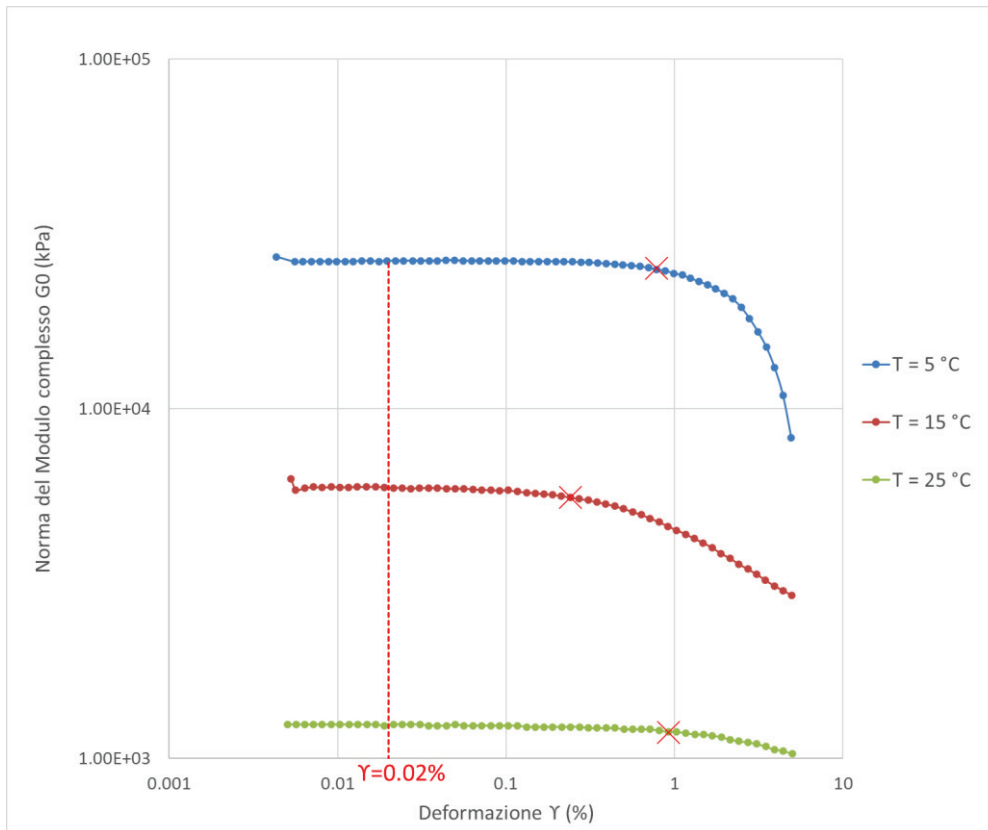


Figura 56 Grafico di strain sweep alle temperature di 5, 15 e 25°C .

I risultati ottenuti dalle prove di frequency sweep la cui procedura è descritta nel programma sperimentale (Capitolo 3) vengono quindi elaborate su un file Excel, dove innanzitutto viene compilato un foglio identificativo del materiale testato (“*Specimen Data*” in Figura 57): oltre al codice del materiale e alle caratteristiche del materiale (tipologia di emulsione, tipologia di filler e cemento e concentrazione) si riportano le informazioni inerenti alla miscelazione e alla prova (data di miscelazione, numero di ripetizioni su piattino PP8 e PP25 e verso di prova del provino).

Specimen Code mastic 2_0.16F_7d

Emulsione B
Filler DE

Miscelazione Data
 1 08/06/2021
 2 08/06/2021

	data prova	numero mix	note	
rip_1_PP08	16/06/2021	2	parte superiore dello stampo sul piatto inferiore DSR	
rip_2_PP08	16/06/2021	1	parte inferiore dello stampo sul piatto inferiore DSR	("GIRATO")
rip_3_PP08	-	-	-	
rip_1_PP25	16/06/2021	1	parte superiore dello stampo sul piatto inferiore DSR	
rip_2_PP25	16/06/2021	2	parte inferiore dello stampo sul piatto inferiore DSR	("GIRATO")
rip_3_PP25	-	-	-	

Figura 57 "Specimen Data": identificazione materiale.

Prima di procedere con l'elaborazione, si è verificato che i risultati delle ripetizioni, sia sul piattino da 8 mm che da 25 mm, non fossero troppo diverse tra loro e che in particolare:

$$\Delta G_0 = \frac{|\bar{G}_0(rip1;rip2) - G_0(rip_i)|}{\bar{G}_0(rip1;rip2)} < 15\%;$$

$$\Delta \delta = |\bar{\delta}(rip1;rip2) - \delta(rip_i)| < 3;$$

dove

- ΔG_0 e $\Delta \delta$ sono rispettivamente lo scarto della norma del modulo complesso e dell'angolo di fase;
- $\bar{G}_0(rip1;rip2)$ è la media del modulo complesso fatta tra le N ripetizioni;
- $G_0(rip_i)$ è il modulo complesso dell'i-esima ripetizione;
- $\bar{\delta}(rip1;rip2)$ è la media dell'angolo di fase tra le N ripetizioni;
- $\delta(rip_i)$ è l'angolo di fase dell'i-esima ripetizione.

In Figura 58 è dimostrato come le due ripetizioni rip1_PP8 e rip2_PP8 possano essere considerate tra loro confrontabili.

Temperature [°C]	Frequency [Hz]	delta G*(rip1;rip2)		delta d_G (rip1;rip2)	
5	10	2.51%	ok	1.071	ok
5	5	3.44%	ok	1.083	ok
5	1	5.51%	ok	1.246	ok
5	0.5	6.43%	ok	1.214	ok
5	0.1	8.42%	ok	1.503	ok
15	10	1.91%	ok	0.355	ok
15	5	1.98%	ok	0.481	ok
15	1	1.24%	ok	0.253	ok
15	0.5	1.18%	ok	0.283	ok
15	0.1	1.19%	ok	0.413	ok
25	10	5.67%	ok	0.961	ok
25	5	6.41%	ok	0.796	ok
25	1	7.70%	ok	0.735	ok
25	0.5	8.24%	ok	0.646	ok
25	0.1	9.22%	ok	0.469	ok
35	10	3.84%	ok	0.490	ok
35	5	4.68%	ok	0.435	ok
35	1	4.81%	ok	0.106	ok
35	0.5	5.02%	ok	0.010	ok
35	0.1	4.05%	ok	0.290	ok
45	10	2.53%	ok	1.593	ok
45	5	2.71%	ok	0.817	ok
45	1	2.08%	ok	0.696	ok
45	0.5	1.52%	ok	0.626	ok
45	0.1	0.38%	ok	0.976	ok

Figura 58 Foglio Excel per il calcolo di ΔG_0 e $\Delta \delta$.

Alle temperature di 5, 15 e 25°C, indagate solo con il piattino da 8 mm, è stata eseguita banalmente la media delle ripetizioni sul medesimo piattino (media tra rip1_PP8 e rip2_PP8); analogamente si è fatto alle temperature di 55 e 65°C, indagate solo con il piattino da 25 mm (media tra rip1_PP25 e rip2_PP25). Per le temperature intermedie di 35 e 45°C, in cui sono state eseguite le prove con entrambi i piattini, si è preferito procedere diversamente che eseguire una media indistinta e a priori sulle rip1_PP8, rip2_PP8, rip1_PP25, rip2_PP25. I dati in questo caso sono stati trattati secondo l'approccio descritto da Airey (2002) per valutare la consistenza dei risultati nel mediare i dati alle stesse temperature ma su piattini di diverse dimensioni. In particolare il Black Space, , fornisce un comodo mezzo per identificare i possibili errori di conformità associati all'uso di piattini diversi. Sulla base di quanto detto al Capitolo 3, infatti, è possibile che le prove sul piattino da 25 mm alle basse temperature siano affette dall'errore dovuto alla “*machine compliance*” così come per le prove sul piattino da 8 mm alle alte temperature, si abbia un'altra tipologia di errore legato alla risoluzione della macchina (poiché questa possiede un torcente minimo). Allora l'uso dei dati di prova ottenute dai piatti da 8 mm e 25 mm dovrebbero essere adeguati a determinare con precisione le caratteristiche reologiche dei mastici. Mediare a priori può portare ad errori in certi casi che possono disturbare la semplicità

termoreologica dei materiali e quindi la capacità di produrre curve maestre continue. Ad esempio, nel caso del Mastice2_0.33F, è evidente, guardando in Figura 59, come si abbia una differenza tra i valori sperimentali misurati utilizzando le due geometrie di prova. Considerare a 35 e 45°C anche i dati relativi a PP8 mediandoli con i PP25 avrebbe creato un salto della curva piuttosto importante. Dunque questo è il caso in cui, alle temperature intermedie, è stata fatta la media delle ripetizioni 1 e 2 solo considerando il piattino da 25mm in quanto i risultati ottenuti col PP8 hanno rivelato delle inconsistenze se paragonati a quelli ottenuti alle temperature inferiori sempre col PP8 e alle temperature superiori col PP25.

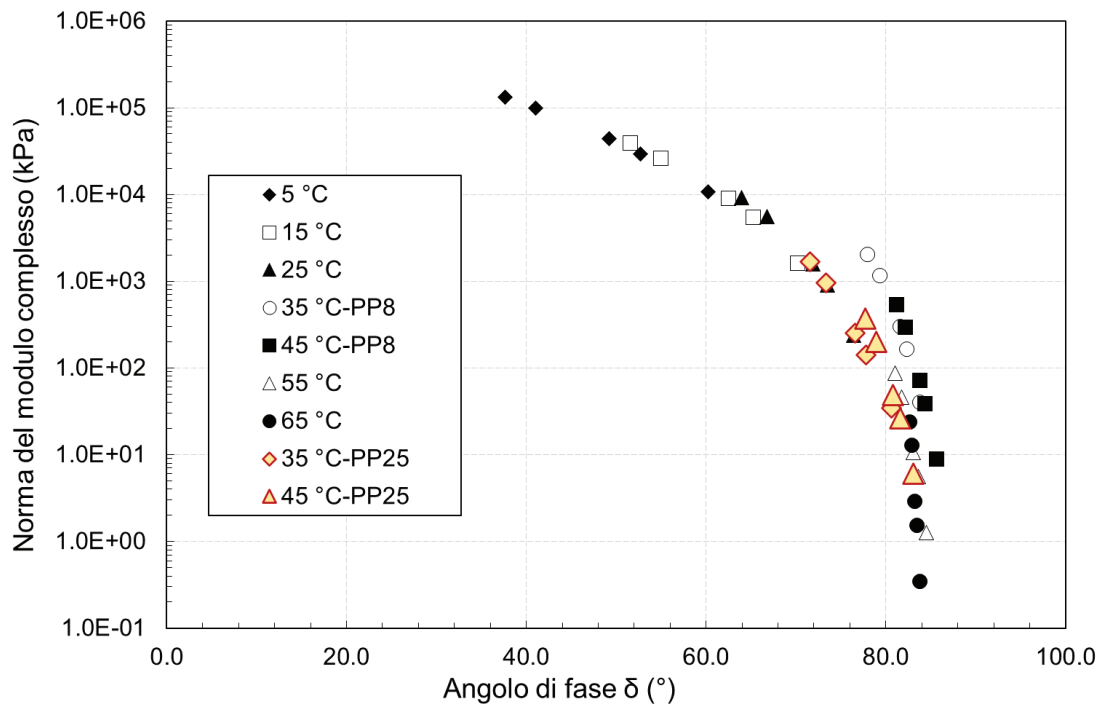


Figura 59 Black-Space del Mastice2_0.33F.

Tornando al caso del Mastice2_0.16F, invece il Black Space (Figura 60) non ha individuato sostanziali differenze tra i due piattini e quindi si è scelto di fare la media tra PP8 e PP25.

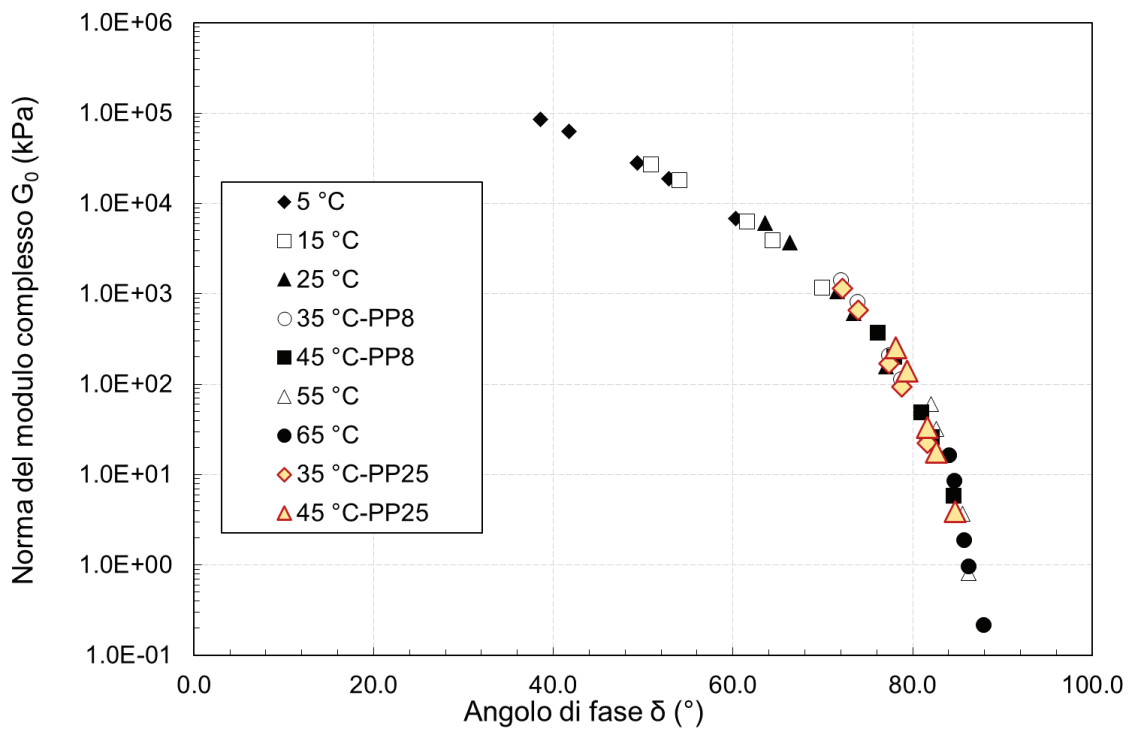
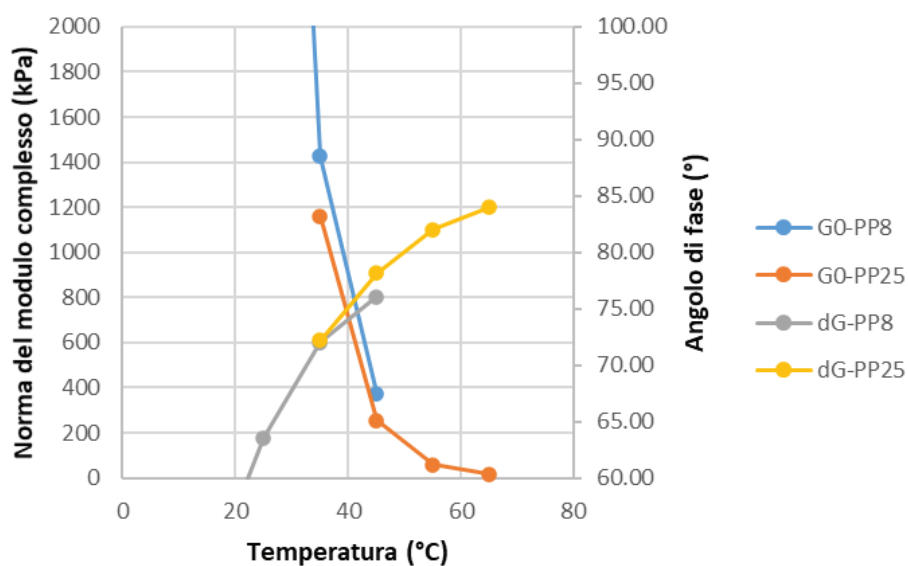
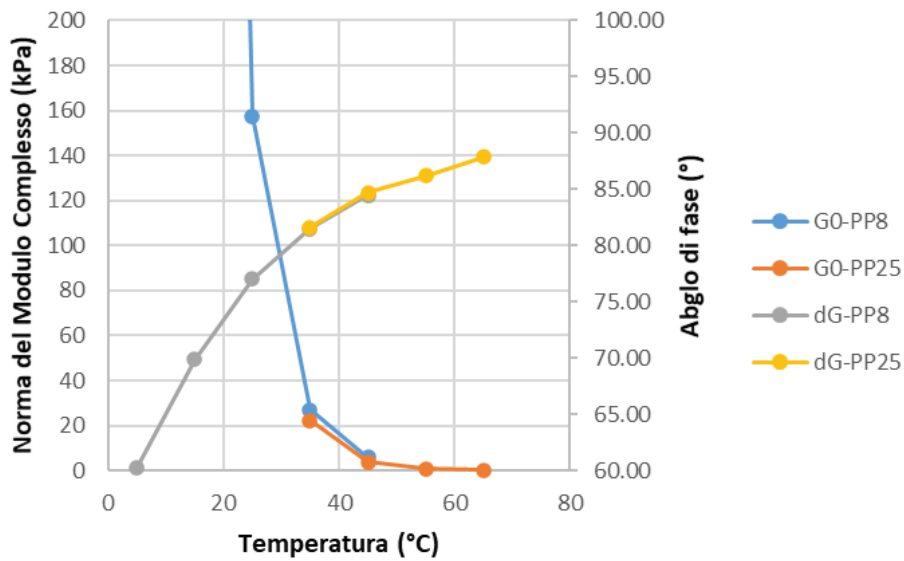


Figura 60 Black-Space del Mastic2_0.16F.

La norma del modulo complesso e gli angoli di fase sono presentati anche sotto forma di grafici isocroni a una frequenza di 0,1 Hz in Figura 61a e a una frequenza di 10 Hz in Figura 61b; anche se questi grafici risultano meno utili per capire quale geometria produce una misura vera delle caratteristiche reologiche del mastic, vanno a confermare che però in questo caso non esistono differenze marcate tra i due piatti.



a)



b)

Figura 61 Grafici isocroni del Mastice2_0.16F a) 0.1 Hz; b) 10 Hz.

Si costruisce un database “*Test Data*” contenente colonne relative a: temperatura obiettivo, frequenza, G_1 , G_2 , G_0 e δ (Figura 62). In cui, quindi:

- G_1 e G_2 sono ottenuti dai risultati del software e:
 - facendo la media delle i -esime ripetizioni sul piattino da 8 mm per le temperature di 5, 15 e 25°C;
 - facendo la media delle i -esime ripetizioni sul piattino da 25 mm per le temperature di 55 e 65°C;
 - valutando di caso in caso se fare la media delle i -esime ripetizioni su entrambi i piattini o considerare solo le ripetizioni su l’uno o l’altro piatto osservando il Black-Space.

G_0 e δ sono ottenuti tramite le formule note, descritte nel Capitolo 2.

	Temperature [°C]	Erequency [hz]	G1 [kPa]	G2 [kPa]	G0 [kPa]	d_G [°]	Teff. [°C]	reduced frequ. [hz]
5 °C	5	10	67000	53350	85646	38.53	5.0	1172.015192
		5	47000	41900	62965	41.72	5.0	586.0075959
		1	18200	21200	27941	49.35	5.0	117.2015192
		0.5	11350	15000	18810	52.89	5.0	58.60075959
		0.1	3360	5890	6781	60.30	5.0	11.72015192
15 °C	15	10	17100	21000	27082	50.84	15.0	108.7172438
		5	10600	14600	18042	54.02	15.0	54.35862188
		1	3040	5610	6381	61.55	15.0	10.87172438
		0.5	1690	3530	3914	64.42	15.0	5.435862188
		0.1	401	1095	1166	69.89	15.0	1.087172438
25 °C	25	10	2735	5495	6138	63.54	25.0	10
		5	1490	3395	3708	66.30	25.0	5
		1	339	1016	1070	71.57	25.0	1
		0.5	174	584	609	73.45	25.0	0.5
		0.1	35	154	158	77.03	25.0	0.1
35 °C	35	10	398	1230	1293	72.09	35.0	1.250448271
		5	204	705	734	73.89	35.0	0.625224136
		1	41	185	189	77.40	35.0	0.125044827
		0.5	20	102	104	78.74	35.0	0.062522414
		0.1	4	24	25	81.55	35.0	0.012504483
45 °C	45	10	71	307	315	76.92	45.0	0.221988509
		5	34	168	171	78.49	45.0	0.110994255
		1	6	41	41	81.20	45.0	0.022198851
		0.5	3	22	22	82.35	45.0	0.011099425
		0.1	0	5	5	84.58	45.0	0.002219885
55 °C	55	10	8	60	60	82.03	55.0	0.033535166
		5	4	32	32	82.67	55.0	0.016767583
		1	1	7	7	84.57	55.0	0.003353517
		0.5	0	4	4	85.58	55.0	0.001676758
		0.1	0	1	1	86.20	55.0	0.000335352
65 °C	65	10	2	17	17	84.00	65.0	0.008235467
		5	1	9	9	84.56	65.0	0.004117733
		1	0	2	2	85.65	65.0	0.000823547
		0.5	0	1	1	86.19	65.0	0.000411773
		0.1	0.0	0.2	0.2	87.88	65.0	8.23547E-05

Figura 62 Foglio di calcolo “Test Data” del Mastice2_0.16F.

Successivamente sia per il modulo complesso che per l'angolo di fase vengono rappresentate graficamente le rispettive isoterme (Figura 63 e Figura 64). Infine, le coppie di dati (G_0 , δ) e (G_1 e G_2) sono rappresentati nel Black Space e nel piano complesso Cole-Cole, riportati in Figura 65 e Figura 66.

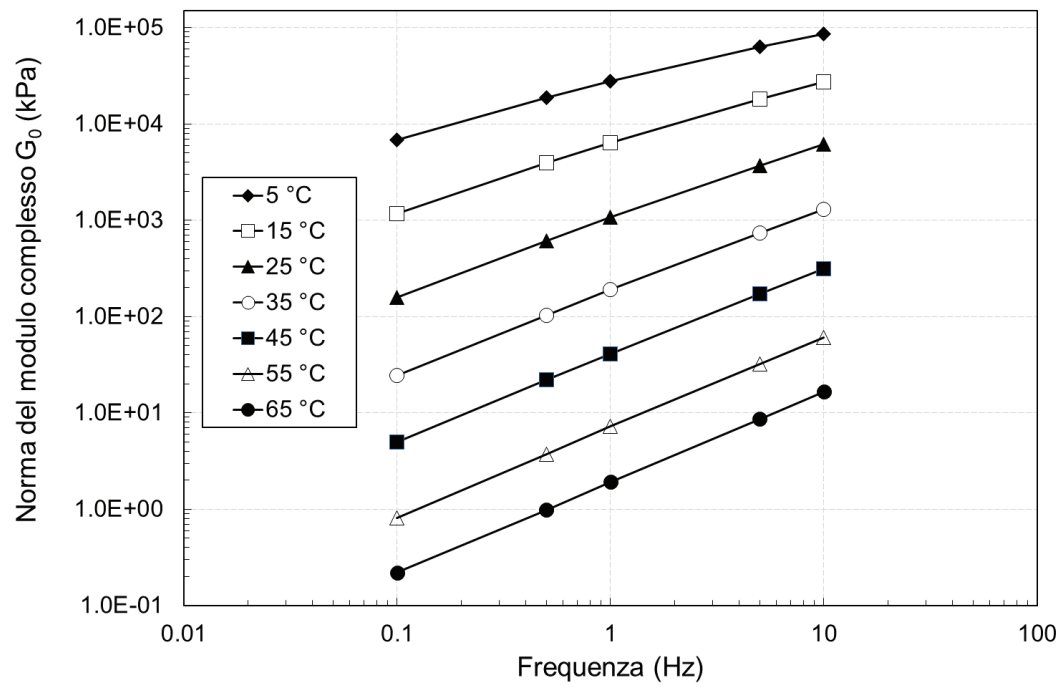


Figura 63 Isoterme della norma del modulo complesso G_0 del Mastice2_0.16F.

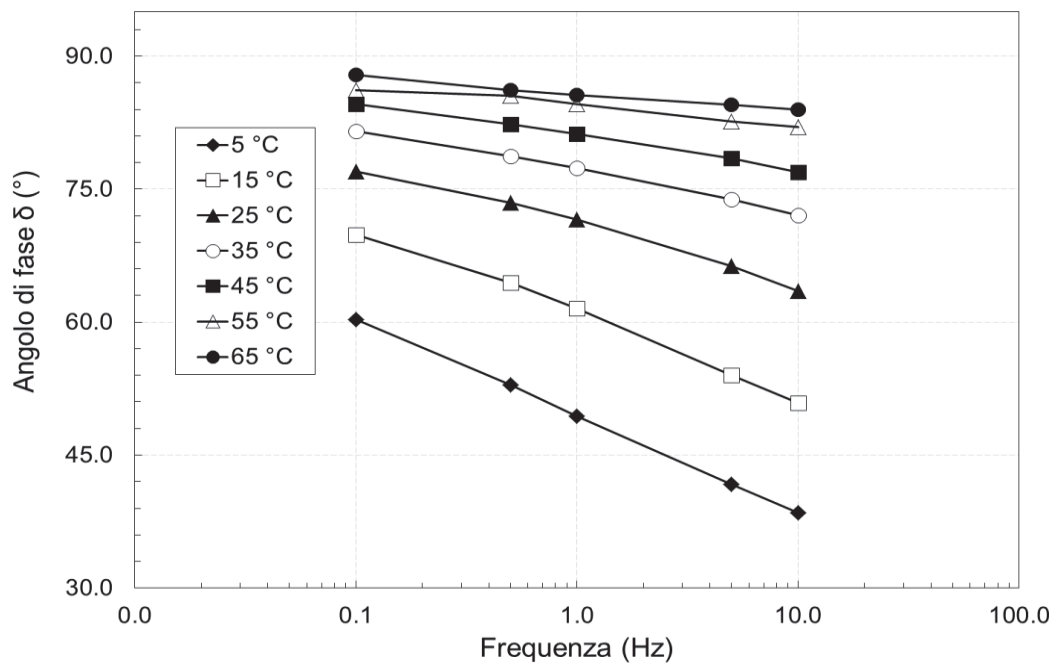


Figura 64 Isoterme dell'angolo di fase δ del Mastice2_0.16F.

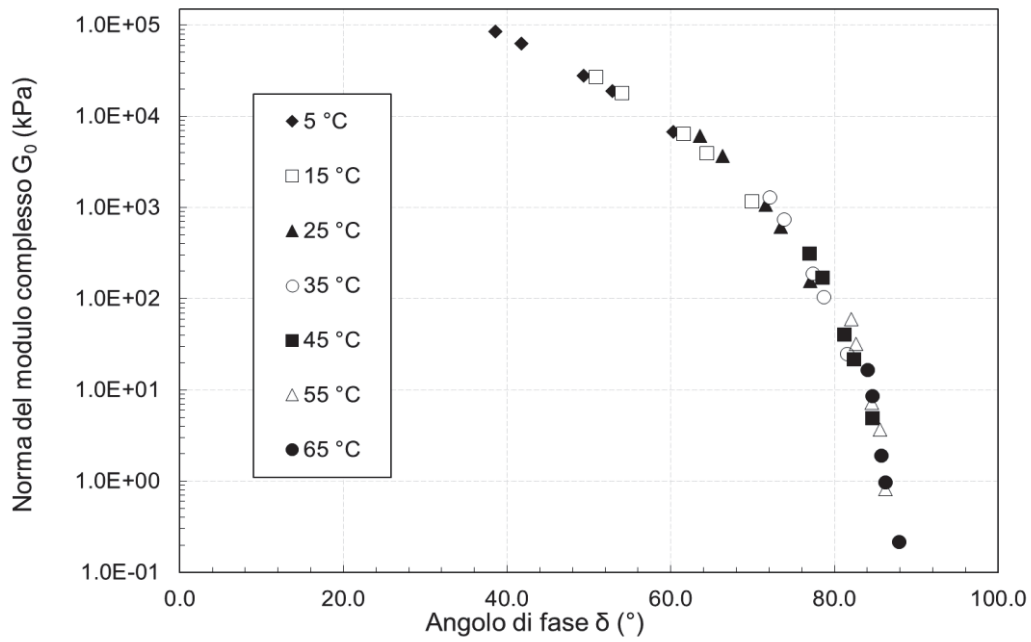


Figura 65 Dati sperimentali del provino Mastice2_0.16F rappresentati nel diagramma Black Space.

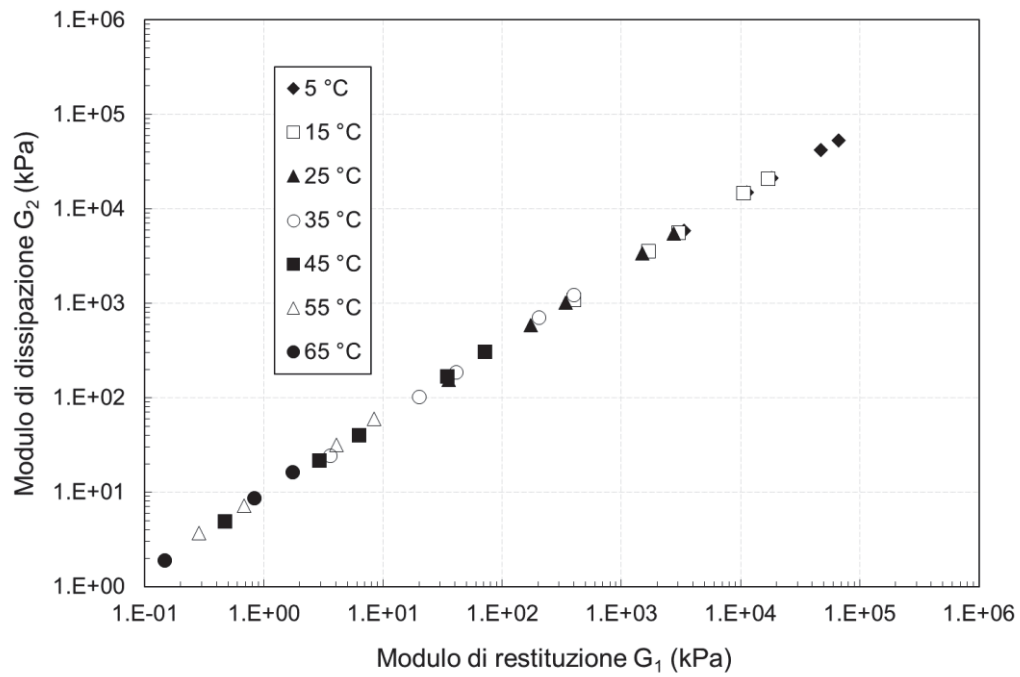


Figura 66 Dati sperimentali del provino Mastice2_0.16F rappresentati nel diagramma Cole-Cole.

4.1.2 Costruzione delle curve maestre

I dati sperimentali si dispongono in un'unica curva continua nel Black space (Figura 65) e nel diagramma Cole-Cole (Figura 66), indicando che il mastice è termoreologicamente semplice. Ciò significa che il TTSP è considerato valido e può essere applicato per determinare le curve maestre dei materiali mediante traslazione delle isoterme alla temperatura di riferimento di valori corrispondenti ai fattori di traslazione. Quest'ultimi sono determinati matematicamente in forma chiusa usando il CFS (Capitolo 3). Per l'applicazione del CFS si calcolano il logaritmo della frequenza e il logaritmo di G_0 . 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 67).

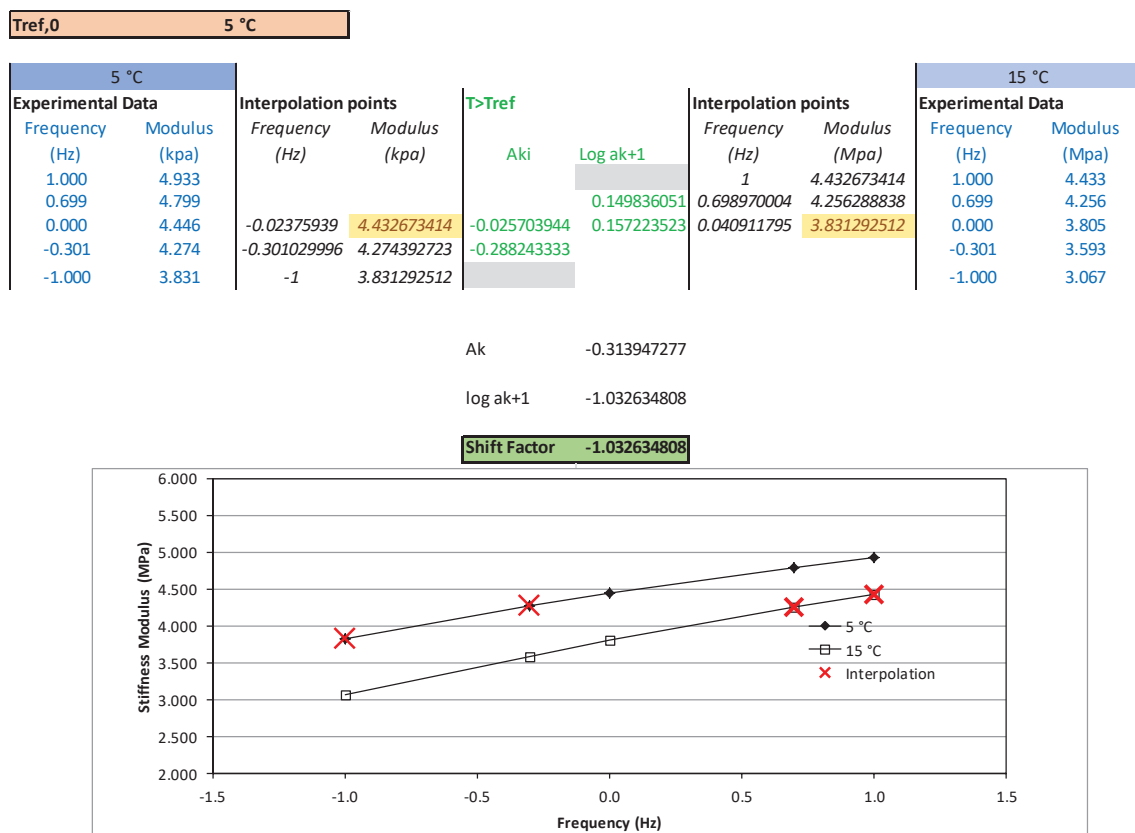


Figura 67 Foglio di calcolo "CFS" con isoterme del logaritmo del modulo di rigidità per le temperature di 5 e 15 °C del mastice M2_0.16F.

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

Successivamente si modella la termodipendenza dei fattori di traslazione usando il modello WLF, descritto nel Capitolo 2, utilizzando il foglio di calcolo "WLF" (Figura 68), 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 mediante 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_2 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 $T_{\text{rif}} = 25^{\circ}\text{C}$.

La Figura 69 mostra la dipendenza degli fattori di traslazione $a_{T_{\text{rif}}}(T)$ dalla temperatura sia per $T_0=5^{\circ}\text{C}$ che per $T_{\text{ref}}=25^{\circ}\text{C}$.

Tref,0 5 °C				Tref,g 25 °C					
T	Teff	LOG SF	dT	dT/logST	regr lin y=ax+b	Teff	LOG SF*	Teff	LOG SF*
5	5	0			a b	5	0	5	2.029763
15	15	-1.032634808	10	-9.68396564	-0.041316162 -9.027044297	15	-1.0593	15	0.970464
25	25	-2.068933241	20	-9.66681747		25	-2.02976	25	0
35	35	-2.971867511	30	-10.0946627	C1 C2	35	-2.92212	35	-0.89235
45	45	-3.722602747	40	-10.7451702	24.20 218.49	45	-3.74543	45	-1.71566
55	55	-4.543432781	50	-11.0048948		55	-4.50741	55	-2.47764
65	65	-5.153245017	60	-11.6431491		65	-5.21466	65	-3.1849

Figura 68 Calcolo dei fattori di traslazione tramite regressione lineare del Mastice2_0.6F.

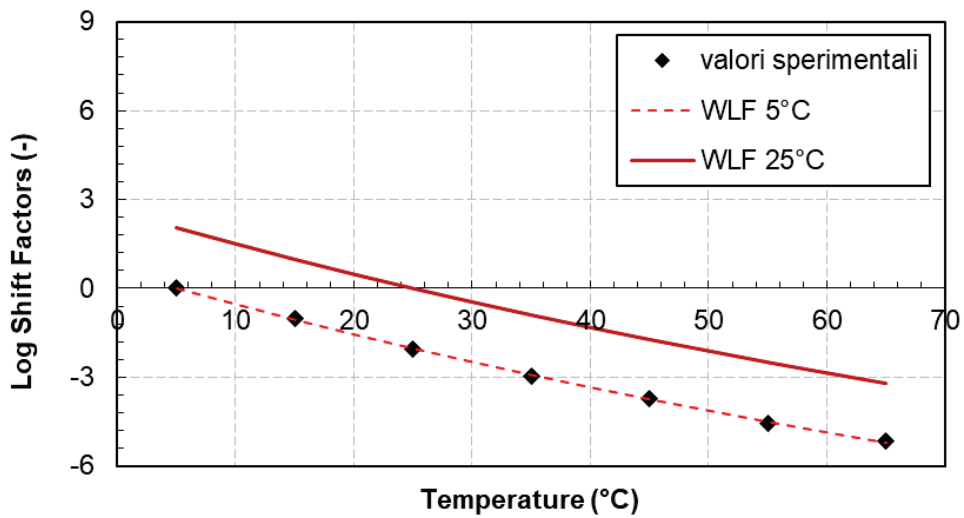


Figura 69 Fattori di traslazione e confronto con la legge WLF del Mastice2_0.16F.

Si è quindi in grado di costruire la Curva Maestra del modulo di rigidità (Figura 70) determinando la frequenza ridotta f_r come:

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

Per la costruzione della curva maestra di δ sono stati adottati gli stessi fattori di traslazione determinati per G_0 (Figura 71)

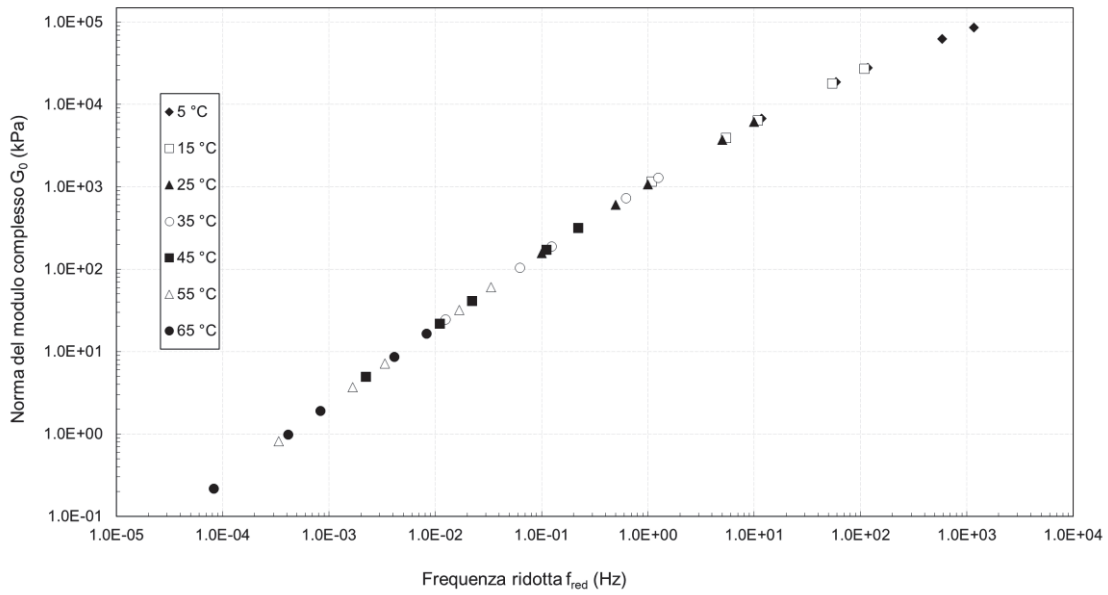


Figura 70 Curva maestra di G_0 ($T_{rif}=25^{\circ}\text{C}$) del Mastice 2_0.16F.

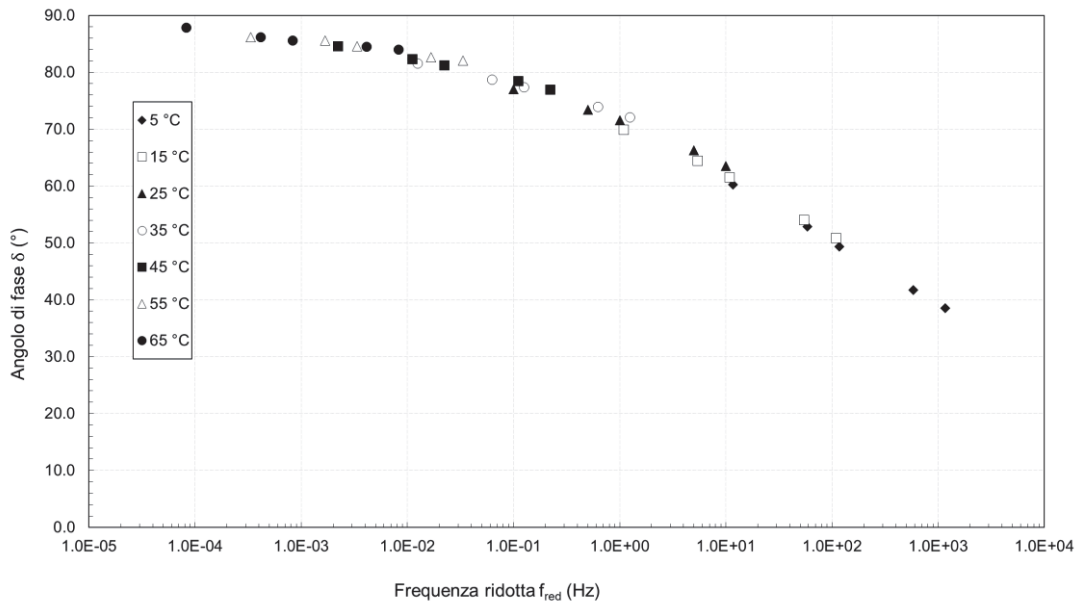


Figura 71 Curva maestra di δ ($T_{rif}=25^{\circ}\text{C}$) del Mastice2_0.16F.

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 72) 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 G_1 - G_2 (Cole-Cole), l'errore sul G_0 e l'errore su δ .

Il modulo vetroso G_g e il modulo di equilibrio G_e possono essere tuttavia determinati preliminarmente per via grafica. Per stimare un valore di massima di G_g si interpola l'andamento dei punti sperimentali nel piano di Black fino ad intercettare l'asse delle ordinate, come rappresentato in Figura 73, 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 G_e ed G_g (Figura 74).

Modello		Risolutore	
Ge	0.00000	LogGe	-10.1732937
Gg	7.96E+05	LogGg	5.900765846
k	0.387	k	0.386970204
h	0.740	h	0.740288001
d	4.638	d	4.637876016
beta	10	Logbeta	1
tau	0.0001	Logtau	-4.265484197
		0 qpi/2	0

Errore (Go)
0.00086934

Distance
0.0108263

Errore (dG)
20.4565583

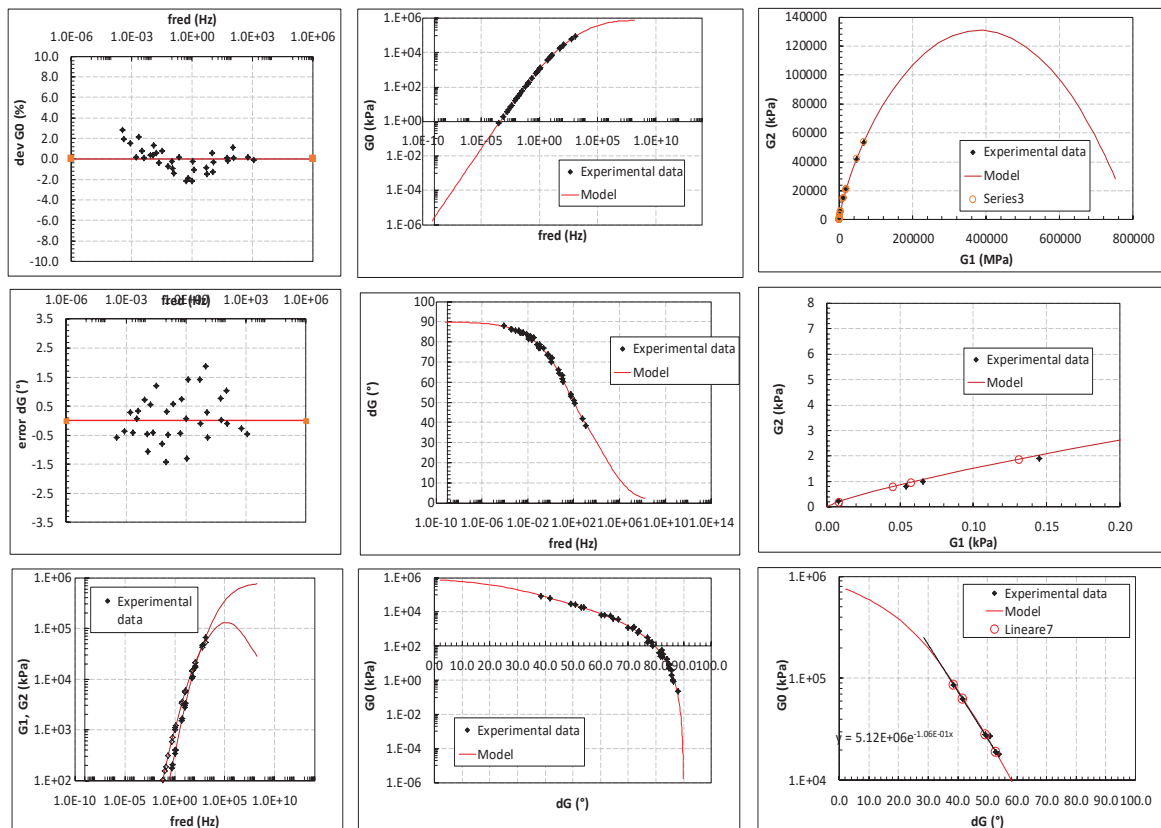


Figura 72 Funzione risolutore e piani di rappresentazione del modello 2S2P1D-HY

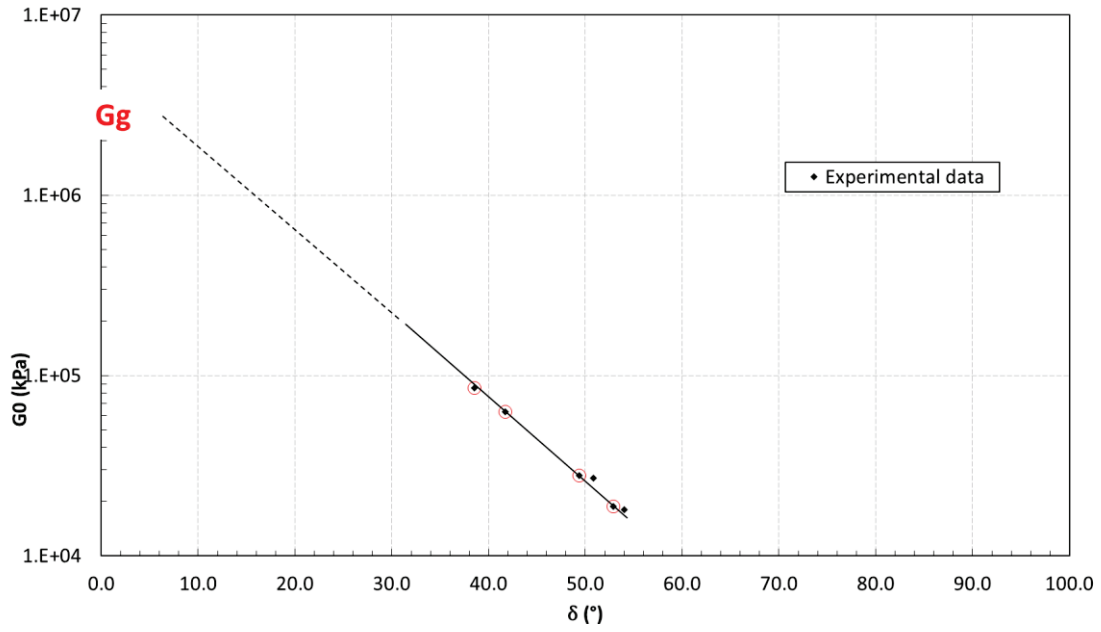


Figura 73 Stima del modulo viscoso sul Black Space.

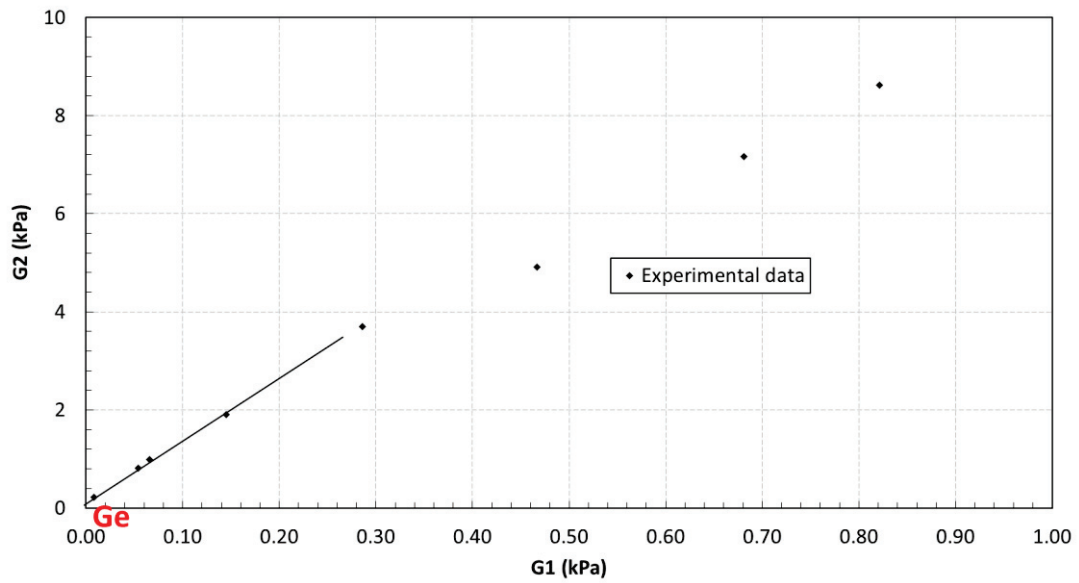


Figura 74 Stima del modulo di equilibrio sul piano di Cole-Cole

Per la stima dei parametri rimanenti si opera tramite processo iterativo fino a minimizzare gli errori, poiché ciascuno di essi regola, in maniera differente, parti geometriche ben distinte del modello, inserito a sua volta sui diversi piani di rappresentazione (Figura 72).

4.2 Modulo Complesso dei mastici bituminosi a freddo

4.2.1 Strain sweep

La Tabella 13 riporta in maniera sintetica i risultati delle prove di strain sweep dei diversi materiali, evidenziando come il valore di $\gamma=0.02\%$ scelto come deformazione imposta per le prove successive, rispetti il limite di linearità per tutti i materiali e cioè che $\gamma_{lim} > 0.02\%$ a ciascuna delle temperature.

Tabella 13 Valori di γ_{lim} per tutti i materiali.

Materiale (-)	γ_{lim} (5°C) (%)	γ_{lim} (15°C) (%)	γ_{lim} (25°C) (%)
EM_A	0.062	0.044	0.081
EM_B	1.970	2.410	4.430
EM_C	0.440	0.072	0.443
M2_0.16	0.078	0.563	1.480
M2_0.33	0.273	0.167	0.168
M2_0.16F	0.785	0.241	0.917
M2_0.33F	0.617	0.562	0.717
M3_0.16	1.100	0.272	1.480
M3_0.33	0.388	0.131	0.132
M3_0.16F	0.442	0.064	0.308
M3_0.33F	0.779	0.715	1.680
M3_0.33_3d	0.220	0.132	0.132
M3_0.33_1d	0.278	0.189	0.103
M4_0.16	0.078	0.050	0.214
M4_0.33	0.194	0.044	0.091

4.2.2 Frequency sweep

La Figura 75 e la Figura 76 mostrano i dati sperimentali nel diagramma Black Space e nel diagramma Cole-Cole per i soli Mastici2 confrontati con la propria emulsione. Nonostante le differenze nella loro composizione, tutti i mastici hanno mostrato un comportamento reologico simile. I grafici ottenuti per i Mastici 3 e 4 sono riportati in Appendice A.

Dal Black Space (Figura 75) può essere osservata la variabilità di G_0 e δ . In generale tutti i provini mostrano lo stesso comportamento caratterizzato da: maggior G_0 e minor δ ad alte frequenze e basse temperature e valori alti dell'angolo di fase e ridotti della norma del modulo complesso ad alte temperature e basse frequenze.

Prestando maggiore attenzione alla distribuzione dei dati è possibile osservare l'andamento dei materiali, caratterizzati da diversi intervalli di escursione di G_0 e δ . Si osserva come la norma del modulo complesso vada da $1,5 \cdot 10^5$ kPa (5°C), per il Mastice2_0.33, e $1,3 \cdot 10^5$ kPa (a 5°C), per il Mastice2_0.33F, arriva addirittura fino a 0,2kPa (a 65°C), per il Mastice2_0.16F e a 0,3 kPa per il Mastice2_0.16. Contemporaneamente, per l'angolo di fase si registra un valore minimo di circa $32,5^\circ$ alle basse temperature (5°C), per il Mastice2_0.33, e un valore massimo di circa $87,9^\circ$ alle alte temperature (65°), per il Mastice2_0.16F e $89,5^\circ$ per l'Emulsione_B.

Dal grafico del Black Space si evince come l'emulsione B risulti meno rigida a tutte le temperature e frequenze rispetto ai mastici e più viscosa con angolo di fase prossimo a 90° alla temperatura e frequenza massime. L'aggiunta di filler e filler e cemento alla concentrazione di 0.16 provoca un leggero aumento della norma del modulo complesso alle alte temperature ma, in generale, il comportamento dei Mastici2_0.16 e 2_0.16F risulta simile all'emulsione anche con l'aumentare delle temperature. I mastici che hanno aggiunte minerali dello 0.33 risultano invece visibilmente più rigidi rispetto all'emulsione alle basse temperature. Tale comportamento è osservato per tutti i mastici come mostrato dai grafici in Appendice A.

Va comunque tenuto presente che, i valori a 65°C potrebbero essere affetti da errore a causa della ridotta rigidità dei materiali. Per questo motivo per alcuni materiali i risultati ottenuti alle temperature più alte non sono stati presi in considerazione nell'analisi dei risultati e nella modellazione reologica.

I dati sperimentali mostrati in Figura 75 e Figura 76 descrivono un'unica curva nel diagramma Black Space e nel diagramma Cole Cole confermando la validità del principio TTSP e quindi la possibilità di ricavare le curve maestre. Le curve maestre di G_0 e δ sono determinate per tutti i campioni testati alla temperatura di riferimento $T = 25^\circ\text{C}$.

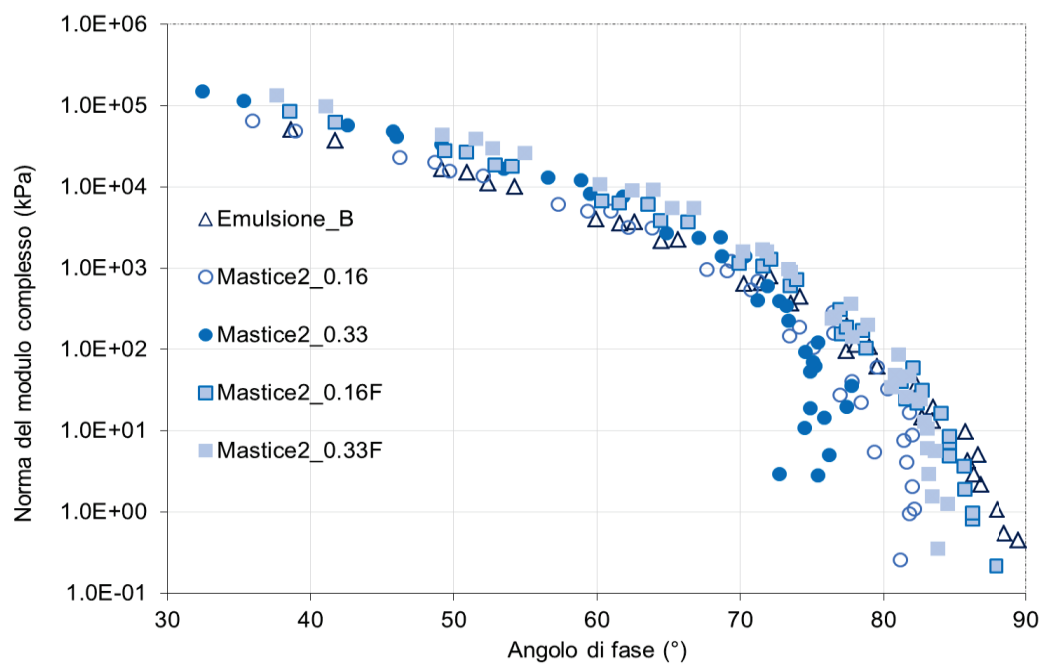


Figura 75 Dati sperimentali sul Black Space Cole ottenuti per l'emulsione B e i mastici 2.

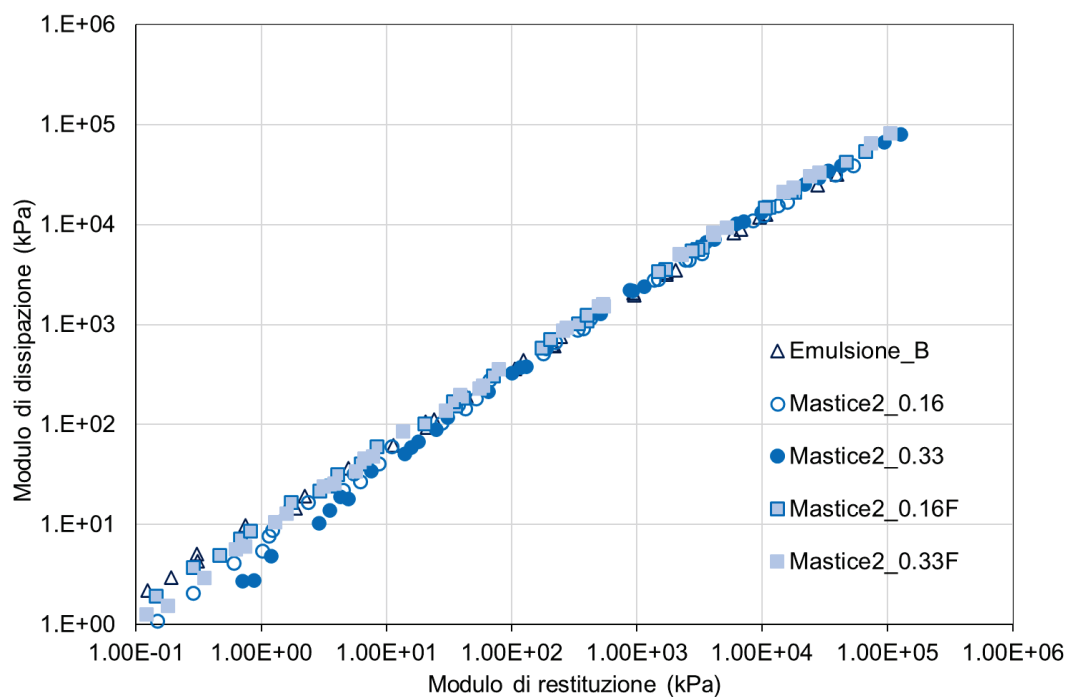


Figura 76 Dati sperimentali sul diagramma di Cole-Cole ottenuti per l'emulsione B e i mastici 2.

4.3 Modellazione reologica

Il modello WLF è stato utilizzato per descrivere la dipendenza dalla temperatura dei fattori di traslazione. Dalla Figura 77 si può osservare i parametri di traslazione risultino molto simili per

tutti i materiali testati, nonostante le diverse composizioni, suggerendo l'altrettanto simile termodipendenza di questi materiali. Tabella 14 riporta i valori dei parametri C1 e C2 del modello WLF. Successivamente il comportamento reologico dei mastici è stato modellato utilizzando il modello 2S2P1D-HY. Quando la correzione dell'angolo costante δ_{HY} è pari a zero il modello diventa il tradizionale modello 2S2P1D. La Tabella 14 mostra i parametri dedotti della modellazione delle emulsioni e dei mastici. La rappresentazione dei modelli viene illustrata nel Black Space (Figura 78a) e nel diagramma Cole- Cole (Figura 78b) e rispettivamente sulle curve maestre di G_0 (Figura 79a) e di δ (Figura 79b) per i soli Mastici 2 ma si rimanda all'Appendice A per i restanti materiali.

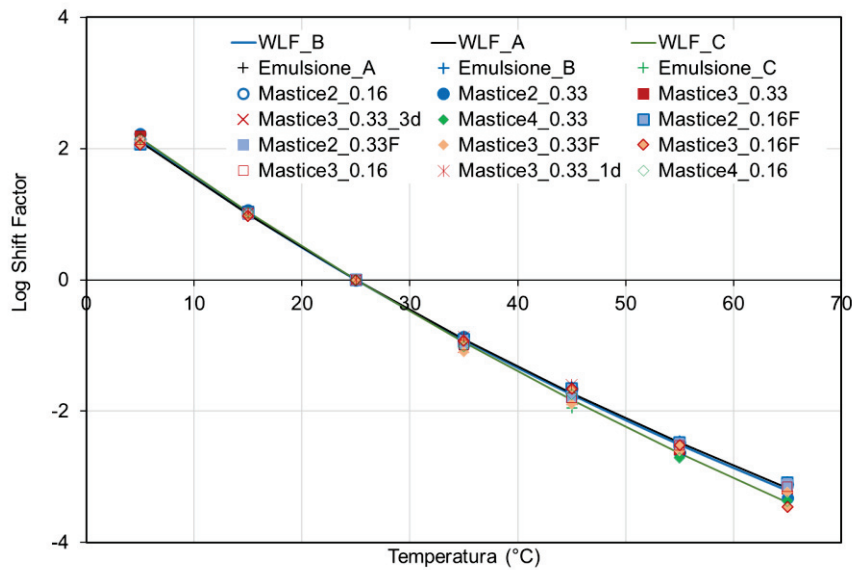
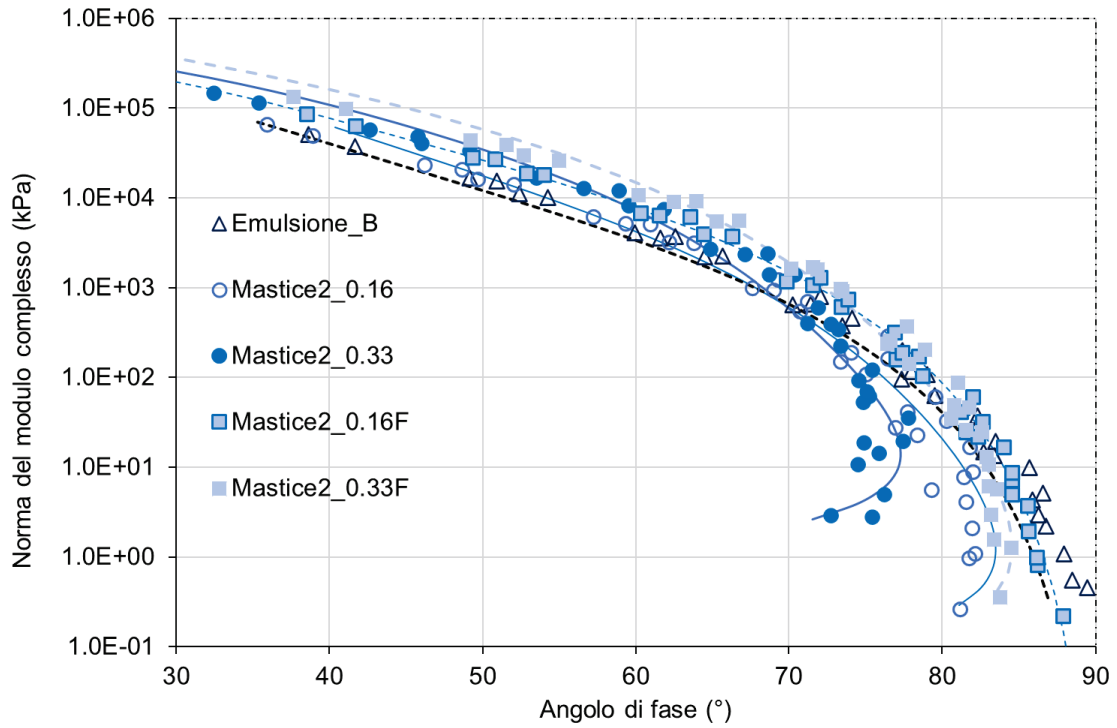


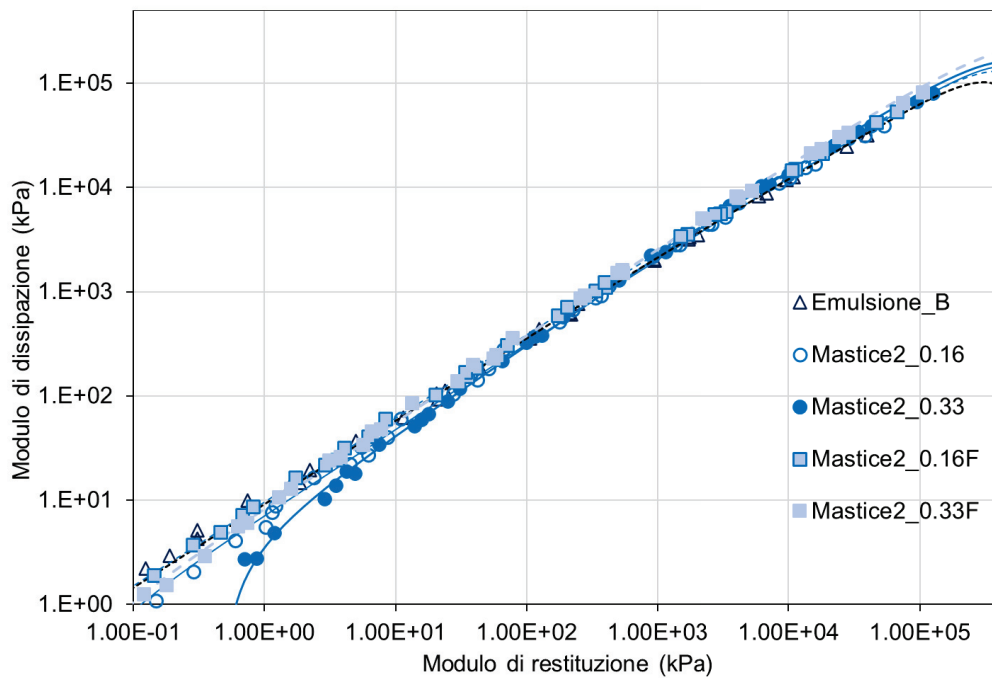
Figura 77 Fattori di traslazione e modello WLF.

Tabella 14 Parametri del modello 2S2P1D e Williams-Landel-Ferry (Tref = 25°C).

Specimen Code	Gg (kPa)	Ge (kPa)	k (-)	h (-)	d (-)	β (-)	logtau(-)	$\delta_{HY}(\circ)$	C1 (T) (-)	C2 (T) (-)
Emulsione_A	7.41E+05	0.00	0.354	0.751	6.387	18	-4.401	0.0	19.28	203.38
Emulsione_B	6.31E+05	0.00	0.387	0.740	5.557	10	-4.403	0.0	16.87	174.21
Emulsione_C	8.51E+05	0.00	0.308	0.732	7.572	41	-4.334	0.0	23.67	239.20
Mastice2_0.16	8.93E+05	0.03	0.387	0.740	5.717	19	-4.508	0.0	16.87	174.21
Mastice2_0.33	9.33E+05	0.50	0.387	0.740	3.722	32	-4.100	0.5		
Mastice2_0.16F	7.96E+05	0.00	0.387	0.740	4.638	10	-4.265	0.0		
Mastice2_0.33F	1.26E+06	0.02	0.387	0.740	3.342	16	-4.420	0.0		
Mastice3_0.16	8.71E+05	0.03	0.387	0.740	6.607	10	-4.394	0.0		
Mastice3_0.33	1.31E+06	0.10	0.387	0.740	5.580	16	-4.350	0.5		
Mastice3_0.16F	9.14E+05	0.00	0.387	0.740	4.853	10	-4.383	0.0		
Mastice3_0.33F	1.26E+06	0.00	0.387	0.740	4.799	10	-4.278	0.0		
Mastice3_0.33_3d	9.11E+05	0.10	0.387	0.740	4.042	15	-4.309	0.0		
Mastice3_0.33_1d	6.40E+05	0.00	0.387	0.740	3.735	10	-4.257	0.0		
Mastice4_0.16	8.71E+05	0.20	0.308	0.732	8.704	41	-4.256	0.0	23.67	239.20
Mastice4_0.33	1.26E+06	0.27	0.308	0.732	7.088	97	-4.264	0.5		

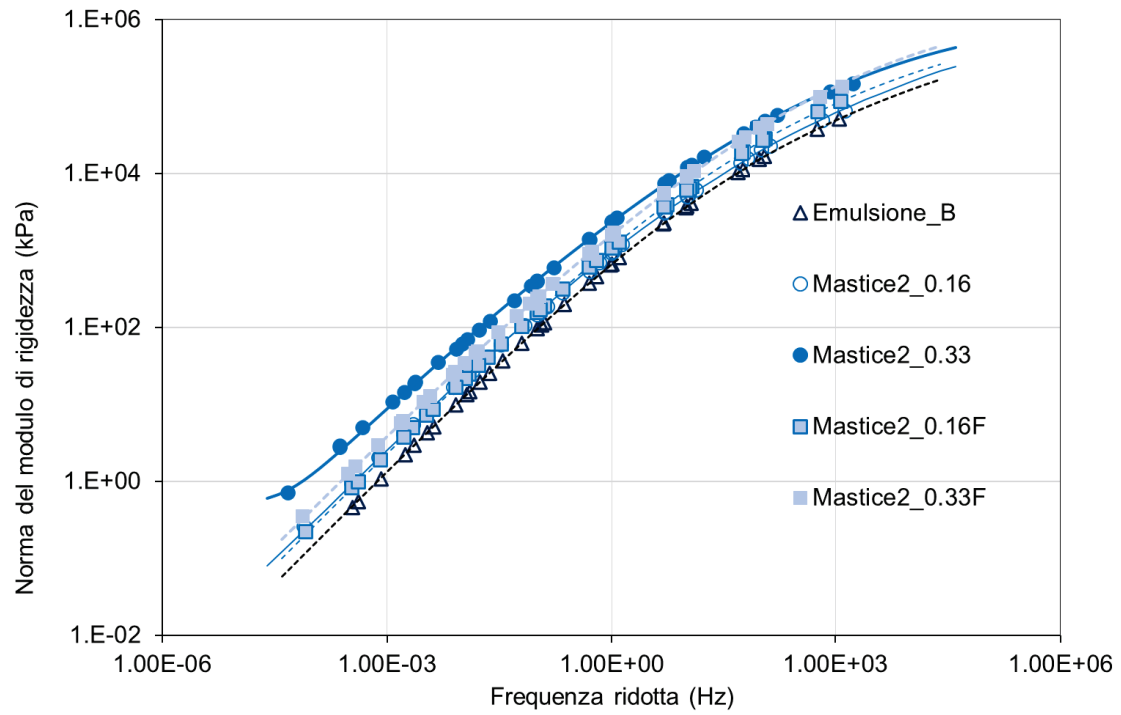


a)

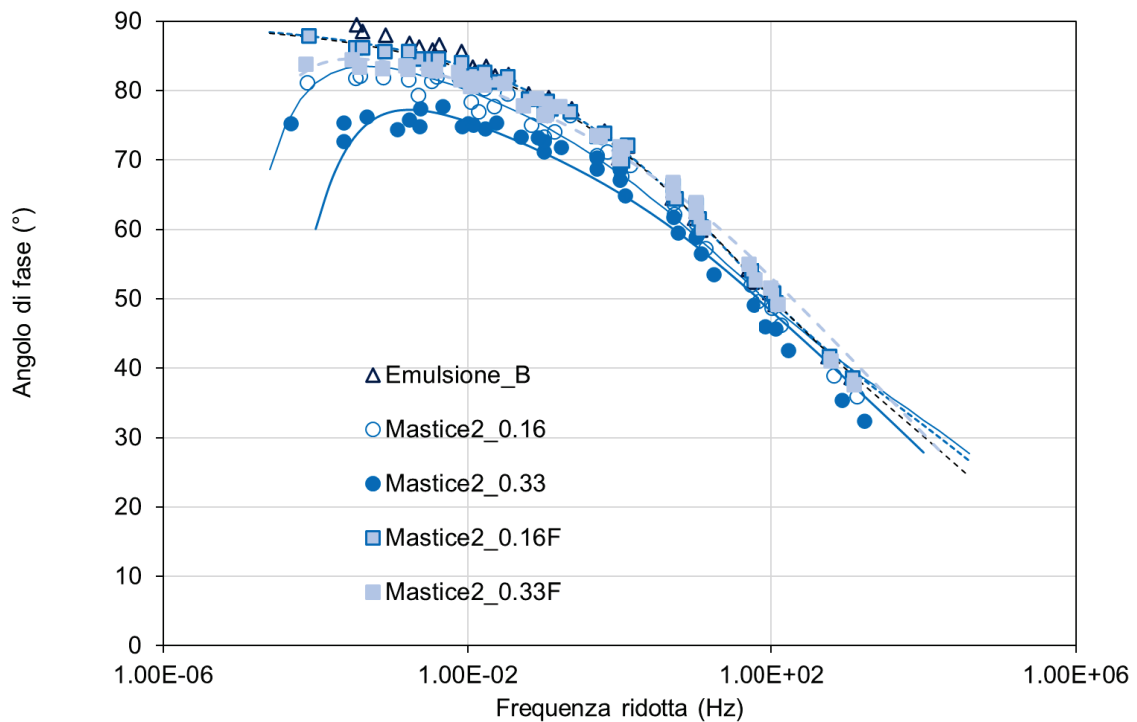


b)

Figura 78 Dati sperimentali e modellazione reologica dell'emulsione B e dei mastici 2 sul a) Black Space e b) diagramma Cole-Cole. Le linee puntinate rappresentano l'emulsione, le continue i mastici con filler e cemento mentre le linee tratteggiate i mastici con solo filler.



a)



b)

Figura 79. Dati sperimentali e modellazione reologica dell'emulsione B e dei mastici 2: curve maestre ($T_{ref} = 25^{\circ}C$) a) norma del modulo di rigidezza; b) angolo di fase. Le linee puntinate rappresentano l'emulsione, le continue i mastici con filler e cemento mentre le linee tratteggiate i mastici con solo filler.

E' possibile quindi constatare graficamente come i modelli si adeguino bene ai punti sperimentali, e ciò è ulteriormente confermato in Figura 80 in cui si mostrano la deviazione normalizzata tra i valori misurati e modellati della norma del modulo complesso $devG_0$ e la deviazione sull'angolo di fase $\Delta(\delta)$, utilizzando le seguenti equazioni:

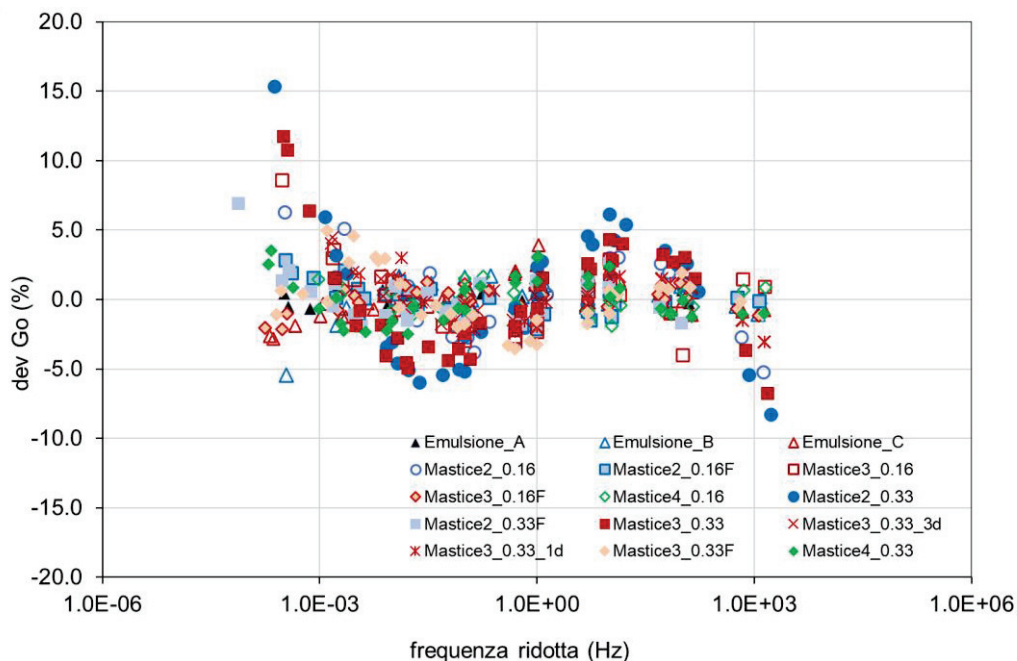
$$devG_0 = \frac{G_0, misurato - G_0, modello}{G_0, modello}$$

$$\Delta(\delta) = \delta, misurato - \delta, modello$$

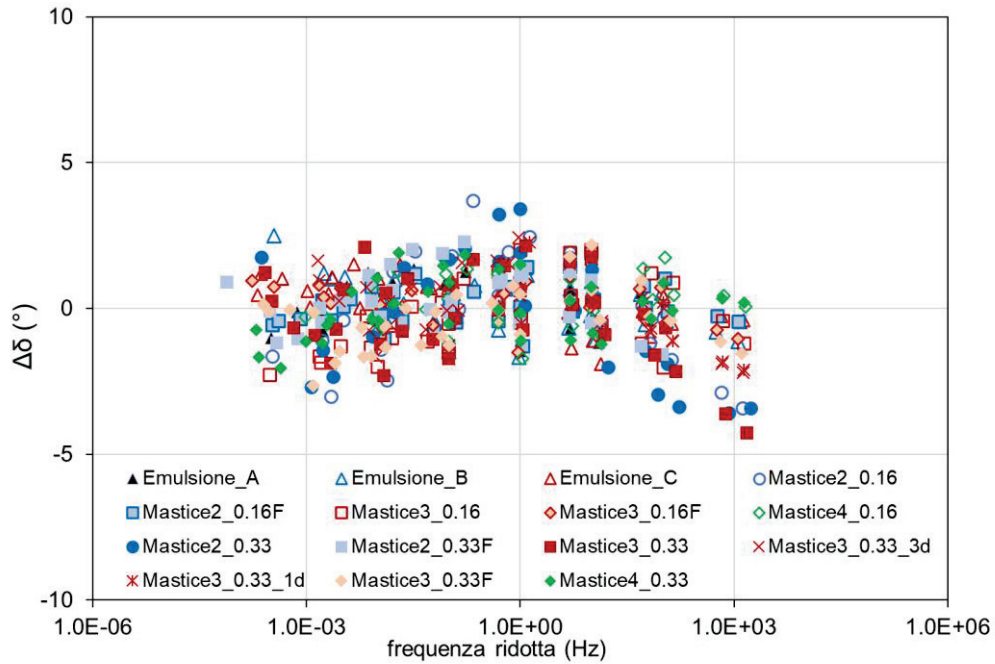
Dove

- $G_0, misurato$ è la norma del modulo complesso ottenuta dai dati sperimentali;
- $G_0, modello$ è la norma del modulo complesso stimata dal modello;
- $\delta, misurato$ è l'angolo di fase ottenuto dai dati sperimentali;
- $\delta, modello$ è l'angolo di fase stimato dal modello.

Il grafico mostra che $devG_0$ è generalmente inferiore al 5%, denotando l'efficacia del modello 2S2P1D-HY nel predire il modulo di rigidezza dei mastici. Inoltre, quasi tutti i valori calcolati dal modello sono simili a quelli misurati dell'angolo di fase e l'errore è compreso tra -5 e 5 °: deviazioni dell'angolo di fase molto piccole considerati i valori elevati dell'angolo di fase nei mastici. Dunque, il modello 2S2P1D-HY stima efficacemente l'angolo di fase.



a)



b)

Figura 80 a) deviazione normalizzata di G_0 ; b) deviazione di δ .

4.3.1 Confronto tra emulsioni

Un confronto tra le tre diverse emulsioni è possibile semplicemente osservando i valori dei parametri del modello in Tabella 14 da cui si evince che l'emulsione B presenta un modulo vetroso G_g pari a $6,31 \cdot 10^5$ kPa, inferiore rispetto a $7,41 \cdot 10^5$ kPa dell'Emulsione A ed a $8,51 \cdot 10^5$ kPa dell'Emulsione C: in pratica G_g risulta più alto per le emulsioni modificate rispetto a quelle tradizionali, ed in particolare è maggiore nell'emulsione a rottura lenta con lattice (emulsione C). Come aspettato, tutte le emulsioni hanno valori di G_e nulli.

I valori di k ed h , sono paragonabili per le diverse emulsioni, con valore maggiore di k pari a 0,387 nel caso dell'EM_B, e valore maggiore di h pari a 0,751 nel caso dell'EM_A. L'EM_C presenta valori leggermente inferiori sia di k che di h , rispettivamente di 0,308 e 0,732.

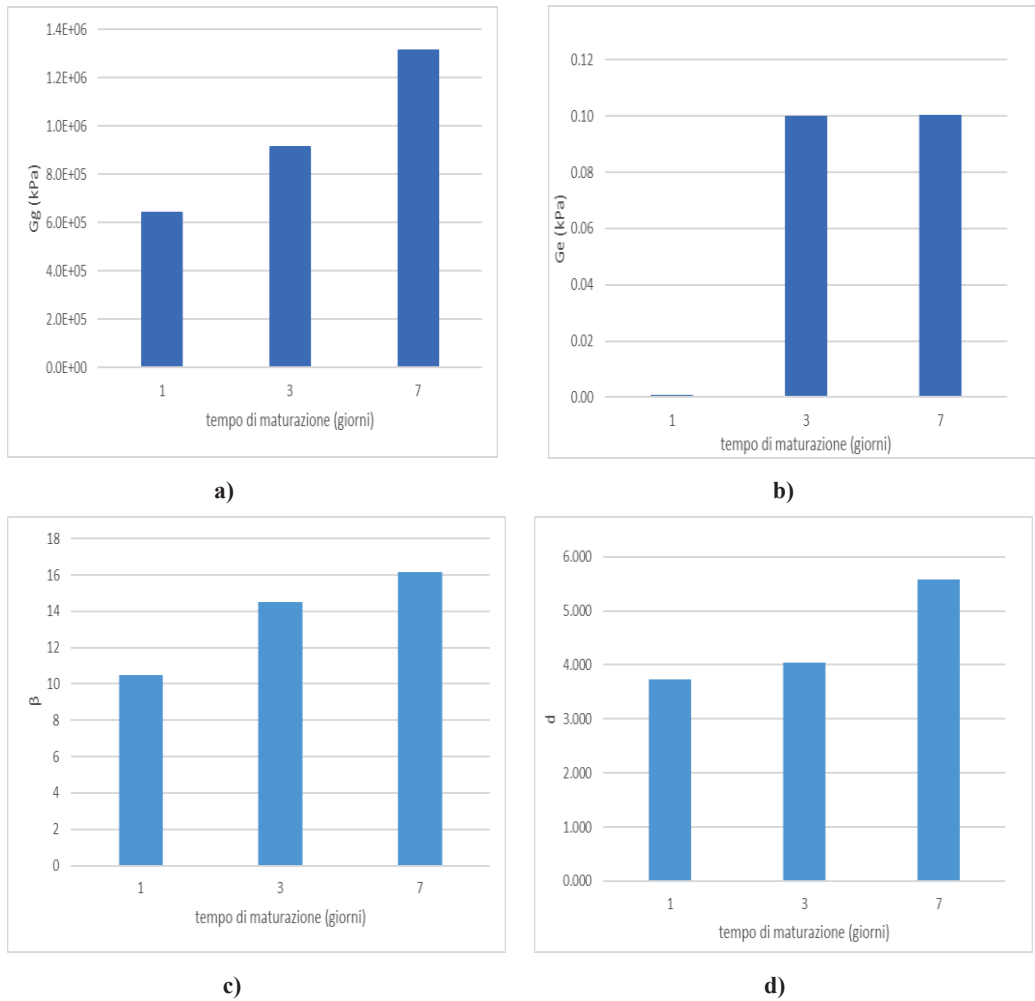
I valori di d e β sono più alti per l'EM_C e più bassi per l'EM_B, infine il valore di $\log t$ è simile per tutte e tre le emulsioni e vale circa -4,4.

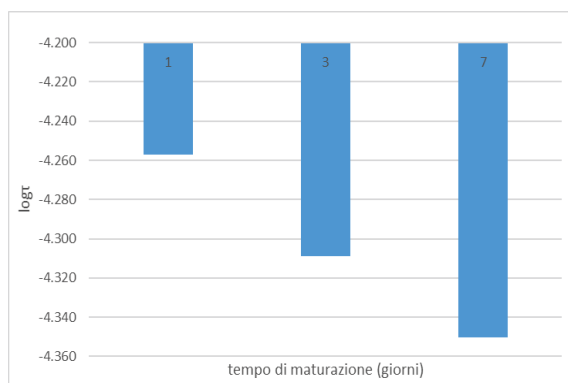
In generale quindi tutti i parametri dei modelli relativi alle tre diverse emulsioni sono confrontabili. La differenza più grande si riscontra nel parametro d .

4.3.2 Effetto del tempo di maturazione

L'effetto del tempo di maturazione è stato studiato, limitatamente al solo mastice M3_0.33, considerando 1, 3 e 7 giorni di maturazione.

In tal senso è rappresentata in Figura 81 l'evoluzione nel tempo (da 1 a 7 giorni) dei parametri G_g , G_e , β , d e $\log\tau$ attraverso semplici istogrammi.





e)

Figura 81 Comportamento del Mastice3_0.33 in funzione del tempo di maturazione per ciascun parametro del modello: a) G_g ; b) G_e ; c) β ; d) d ; e) $\log\tau$.

Ciò che è evidente è che sia G_e che G_g crescono col tempo, ma mentre G_g cresce gradualmente nell'arco di una settimana, il valore di G_e cresce fino a 0.10kPa a 3 giorni e tende poi a rimanere costante. Si osserva inoltre che β cresce leggermente passando da 10 (ad 1 giorno) fino a 16 al termine della maturazione di 7 giorni. Il parametro d cresce invece maggiormente negli ultimi quattro giorni di maturazione, infine il valore di $\log\tau$ può considerarsi paragonabile per tutti i tempi di maturazione considerati sebbene sia visibile una leggera tendenza a diminuire con il tempo.

Dal momento che si può concludere che non vi sono sostanziali differenze tra una stagionatura a 3 e a 7 giorni, si presuppone conclusa la maturazione dei mastici dopo una settimana. Pertanto si è deciso di considerare al fine di confrontare tutti i mastici e le emulsioni un tempo unico di maturazione pari a 7 giorni alla temperatura di 40 °C.

4.3.3 Effetto della concentrazione delle aggiunte minerali

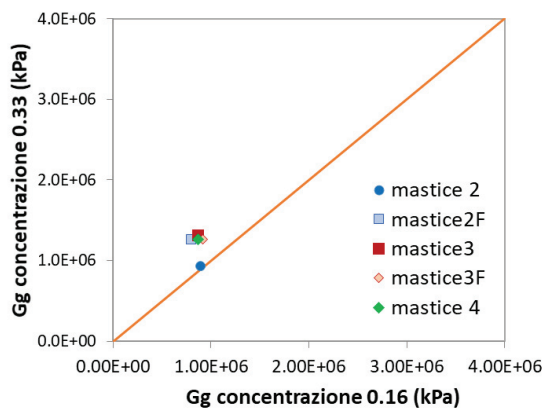
L'effetto della concentrazione delle aggiunte minerali è stato considerato confrontando tutti i mastici, sia con filler e cemento e sia con solo filler, alle concentrazioni di 0.16 e 0.33. Nelle ordinate dei grafici di

Figura 82 sono riportati i valori dei parametri relativi ai mastici aventi concentrazione di 0.33, mentre nelle ascisse i valori corrispondenti ai mastici con concentrazione di 0.16. In questo modo è possibile confrontare per ciascuno dei parametri G_g , G_e , k , h , d , β , $\log\tau$ e δ_{HY} , i diversi mastici.

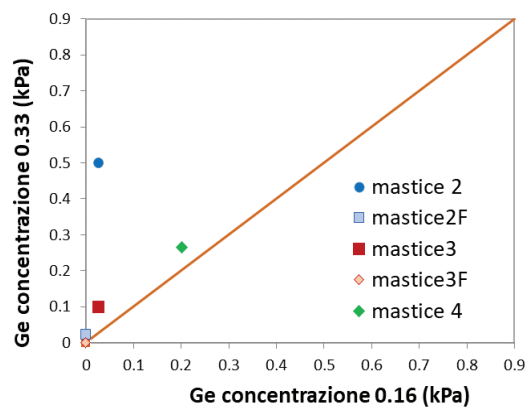
Si osserva che i mastici con concentrazione di 0.33 hanno valori di G_g e G_e maggiore rispetto ai mastici con concentrazioni minori. I valori di k e h per i mastici 2 e 3 sono confrontabili con quelli del mastice 4 e non dipendono dalla concentrazione delle aggiunte minerali.

Per il parametro d risultano valori più alti per concentrazioni minori, ad eccezione del mastice 3F dove alle due diverse concentrazioni d è quasi lo stesso e circa 5. Il comportamento opposto si ha nel caso di β dove, fatta eccezione sempre per il mastice 3F per cui β è pari a 10 ad entrambe le concentrazioni, si ha in genere un aumento del parametro alla concentrazione 0.33.

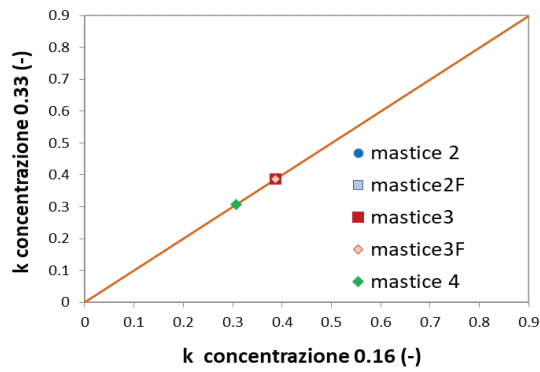
L'angolo δ_{HY} assume valori pari a 0,5 per i soli mastici con concentrazione di filler e cemento di 0.33 mentre è 0 per tutti gli altri. $\text{Log}\tau$, come già visto, non presenta molta variabilità né tra i diversi mastici, né in funzione delle diverse concentrazioni di filler e cemento.



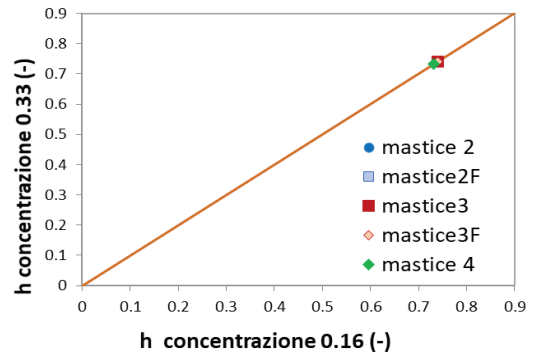
a)



b)



c)



d)

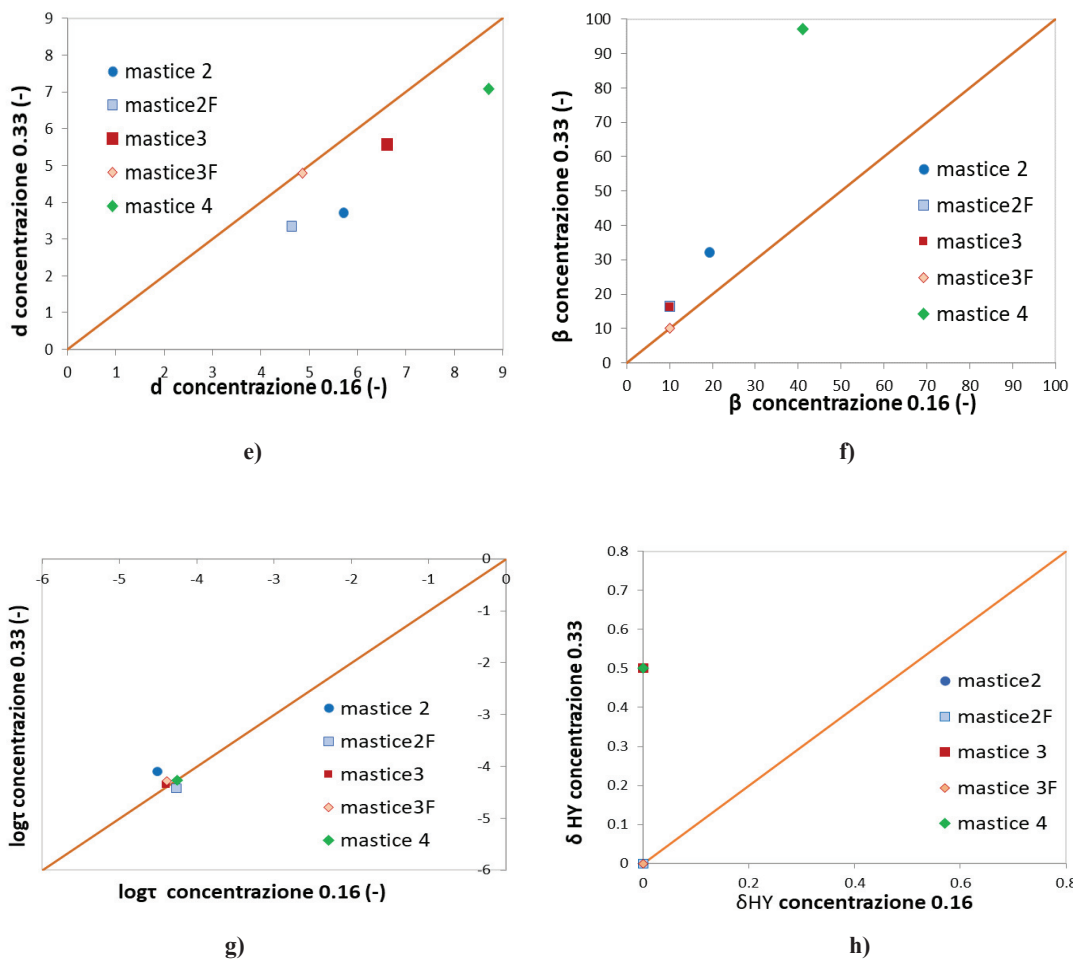


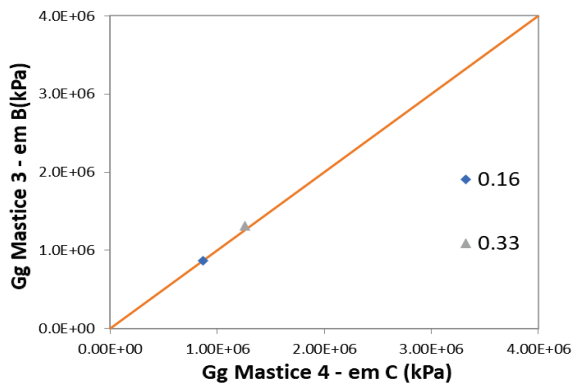
Figura 82 Effetto della concentrazione delle aggiunte minerali per ciascun parametro del modello: a) G_g ; b) G_e ; c) k ; d) h ; e) d ; f) β ; g) $\log \tau$; h) δ_{HY} .

4.3.4 Effetto del tipo di emulsione

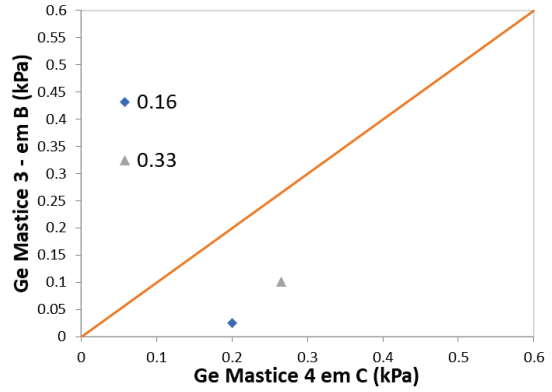
L'effetto del tipo di emulsione viene valutato confrontando in Figura 83 i parametri del modello G_g , G_e , k , h , d , β , $\log \tau$ e δ_{HY} del mastice 4 (in ascissa) e il mastice 3 (in ordinata) dal momento che sono mastici che sono stati prodotti usando lo stesso tipo di filler (ITA) ma diversa tipologia di emulsione: il mastice 3 è stato prodotto con l'emulsione B tradizionale mentre il mastice 4 con l'emulsione modificata C.

Per quanto riguarda G_g non si osservano differenze tra il mastice 3 e 4, mentre G_e è più che raddoppiato nei mastici 4 rispetto ai mastici 3. Questo significa che l'emulsione C (l'emulsione modificata), a temperature maggiori e/o basse frequenze, conferisce una maggior rigidità rispetto all'emulsione B tradizionale. Il valore di h e k sono molto simili. Tuttavia i due parametri sono leggermente superiori nel caso del mastice 3, che quindi è caratterizzato da un comportamento viscoso leggermente più marcato. I mastici 4 presentano invece valori superiori di d rispetto ai mastici 3. Il parametro β è risultato leggermente maggiore nei mastici 4

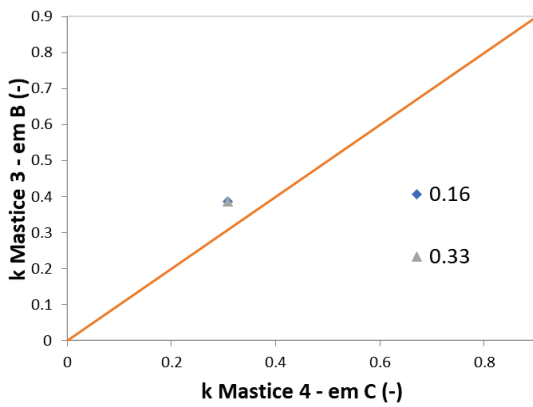
e quindi per l'emulsione C. $\text{Log}\tau$ e δ_{HY} non sembrano essere influenzati dalla tipologia di emulsione.



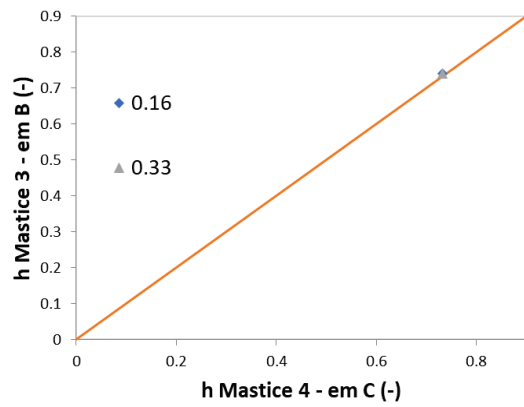
a)



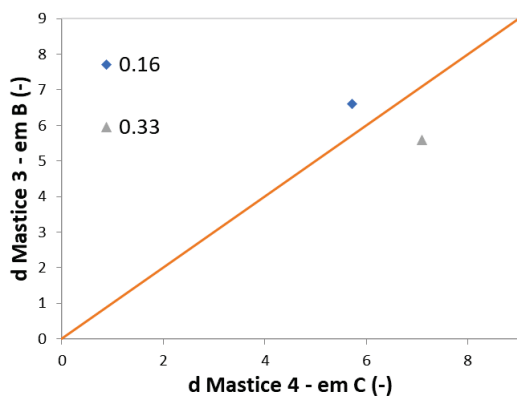
b)



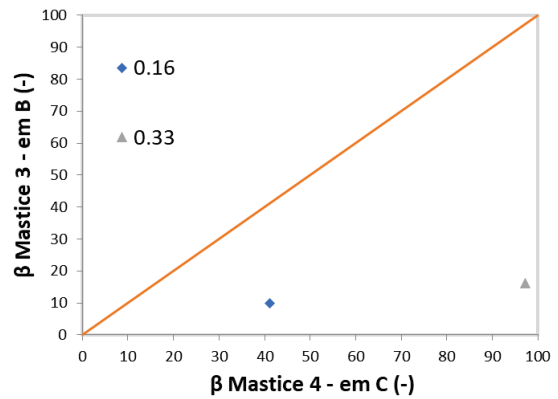
c)



d)



e)



f)

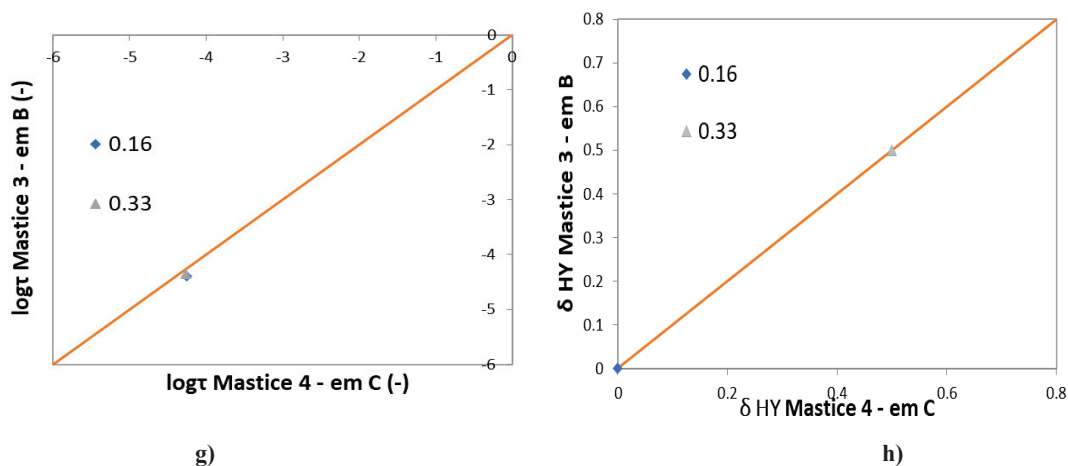


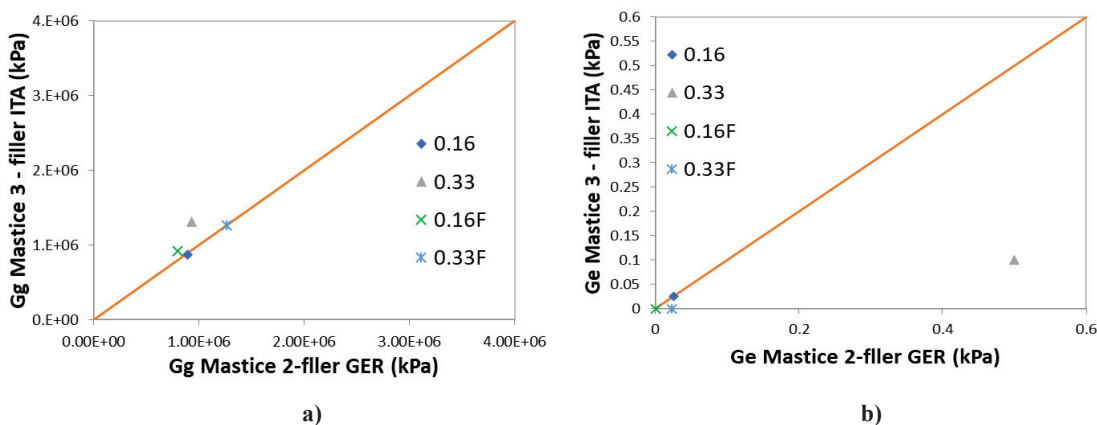
Figura 83 Effetto della tipologia di emulsione per ciascun parametro del modello: a) G_g ; b) G_e ; c) k ; d) h ; e) d ; f) β ; g) $\log\tau$; h) δ_{HY} .

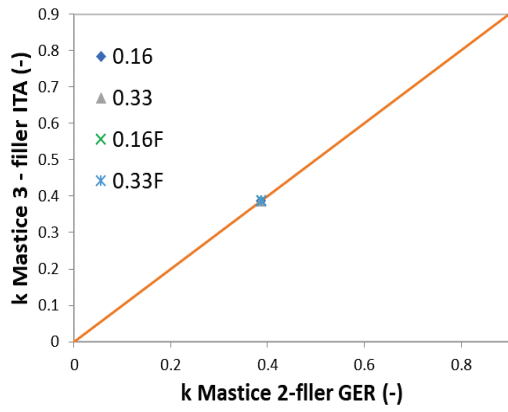
4.3.5 Effetto del tipo di filler

Per verificare l'influenza della tipologia di filler in

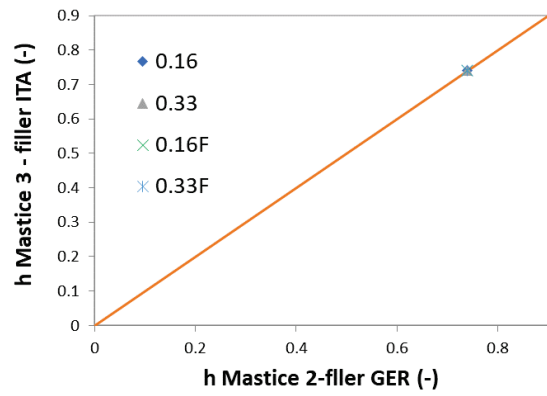
figura 84 si confrontano i parametri del modello ottenuti per il mastice 2 prodotto col filler tedesco (GER, in ascissa) e il mastice 3 col filler italiano (ITA in ordinata) dal momento che sono mastici che presentano lo stesso tipo di emulsione (Emulsione B).

I moduli G_e e G_g non sembrano essere influenzati in maniera sostanziale dal tipo di filler adoperato, che sembrano contribuire in maniera simile all'irrigidimento dell'emulsione. Unica eccezione è il mastice caratterizzato da concentrazione 0.33 (filler + cemento) che presenta un valore di G_e superiore nel caso di mastice 2. I parametri k e h sono identici per i due mastici in quanto sono direttamente legati al legame cementizio. Diversamente, in generale, d e β sono rispettivamente leggermente superiore e inferiore nei mastici col filler ITA comparati a quelli col filler GER. $\log\tau$ e δ_{HY} non sembrano essere influenzati dalla tipologia di filler.

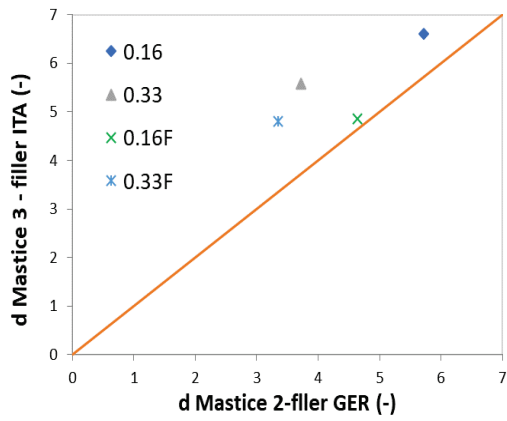




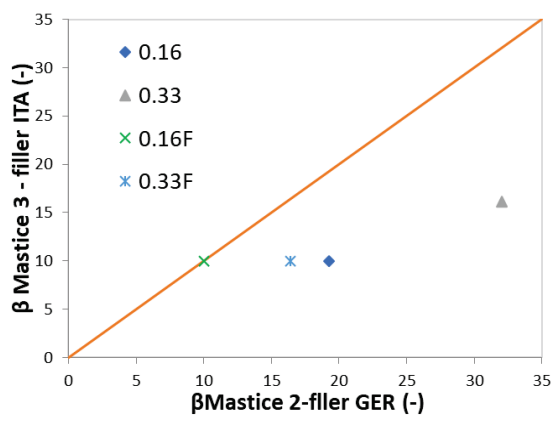
c)



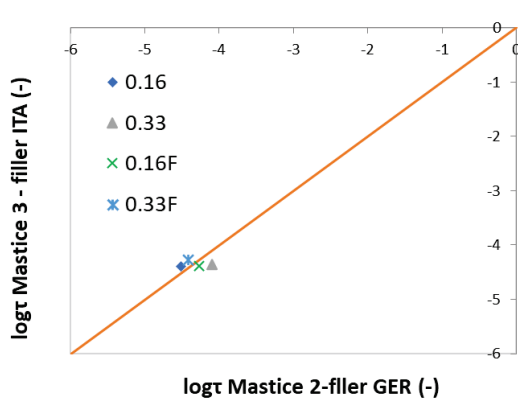
d)



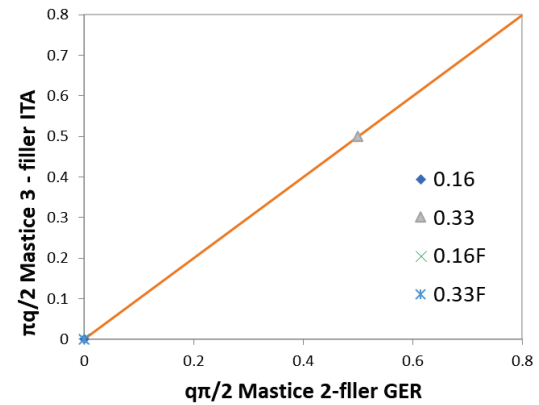
e)



f)



g)



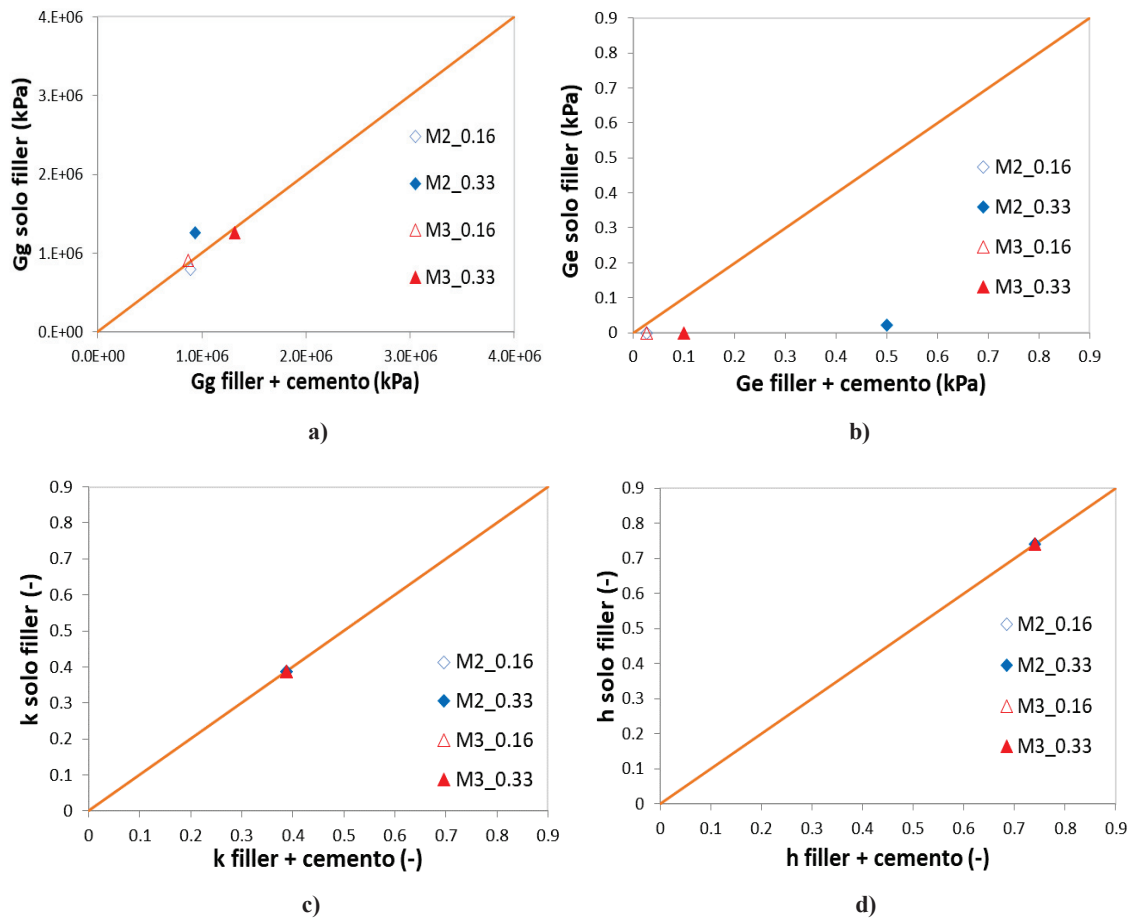
h)

figura 84 Effetto del tipo di filler sui parametri del modello: a) G_g ; b) G_e ; c) k ; d) h ; e) d ; f) β ; g) $\log t$; h) δ_{HY} .

4.3.6 Effetto del cemento

Per concludere si valuta l'effetto del cemento sul comportamento reologico dei mastici confrontando in **Figura 85**, i parametri dei modelli dei mastici 2 e 3 confezionati con aggiunta di filler (asse delle ordinate) con quelli prodotti con entrambe le aggiunte minerali (ascisse).

I valori di G_g risultano paragonabili in assenza e in presenza del cemento, mentre G_e è generalmente superiore per i mastici prodotti con entrambe le aggiunte rispetto a quelli con solo filler. I parametri k e h , dipendendo dal legante bituminoso non sono affetti dalla presenza o meno del cemento. Diversamente, d e β risultano maggiori nei mastici con cemento rispetto ai mastici con solo filler. L'angolo δ_{HY} è diverso da zero solo per i mastici con concentrazione 0.33 ed entrambe le aggiunte minerali.



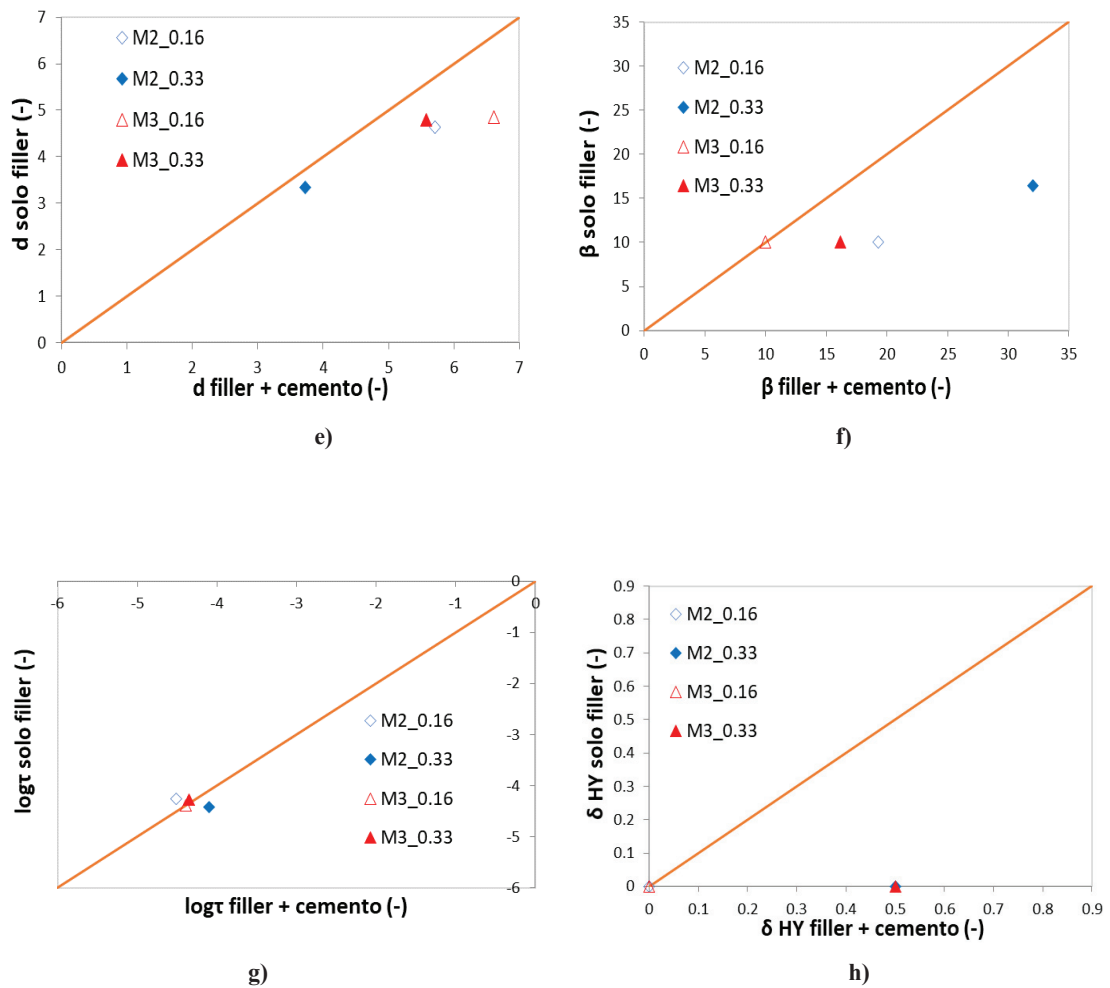


Figura 85 Effetto del cemento sui parametri del modello: a) Gg; b) Ge; c) k; d) h; e) d; f) β ; g) logt; h) δ_{HY} .

4.4 Confronto Mastici - Malte

La tesi sperimentale “*Caratterizzazione reologica delle malte bituminose a freddo*” (Pellicciotta, 2021) è stata focalizzata sulle attività descritte nel WP3 dell’ILT dedicato allo studio delle malte. Nel presente paragrafo saranno confrontati i risultati ottenuti nella sperimentazione sulle malte e nella presente ricerca che si è focalizzata sui mastici. La Figura 86 mostra i materiali presi in esame.

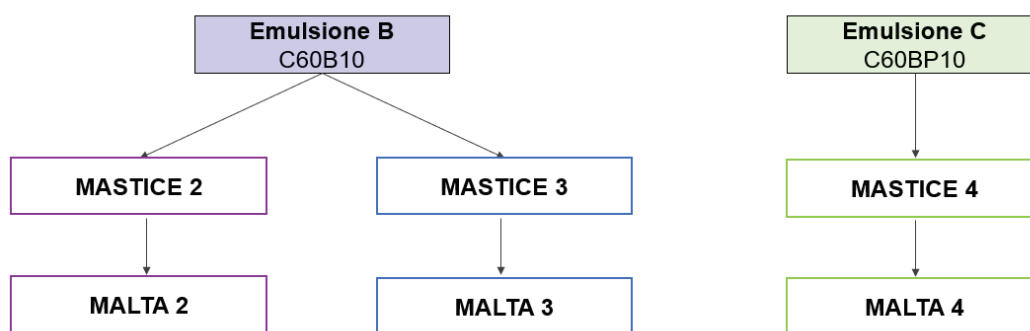


Figura 86. Schema dei materiali confrontati nell'ambito dell'ITL.

Un primo confronto tra i materiali viene rappresentato nel Black space (Figura 87) 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 della norma del modulo complesso e dell'angolo di fase dei materiali alle tre scale di osservazione (Figura 88): emulsione (bitume residuo) e mastice presentano curve maestre simili, con valori massimi di G_0 rispettivamente di circa $5 \cdot 10^5$ e $1,5 \cdot 10^6$ kPa 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 della norma del modulo complesso 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.

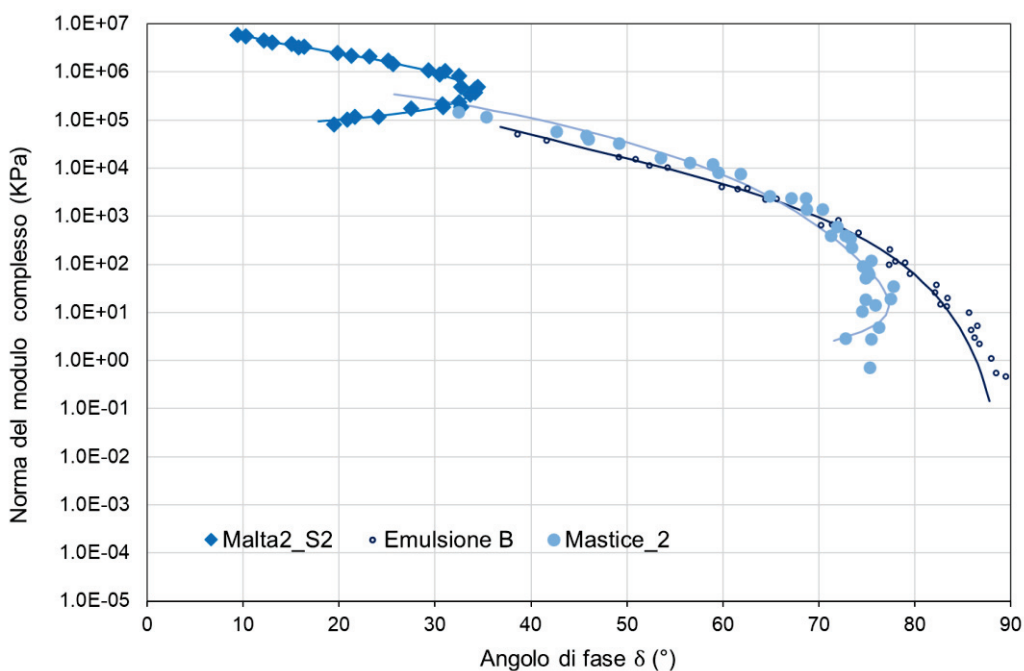


Figura 87. Confronto sul Black space tra la malta 2, mastice 2 ed emulsione B.

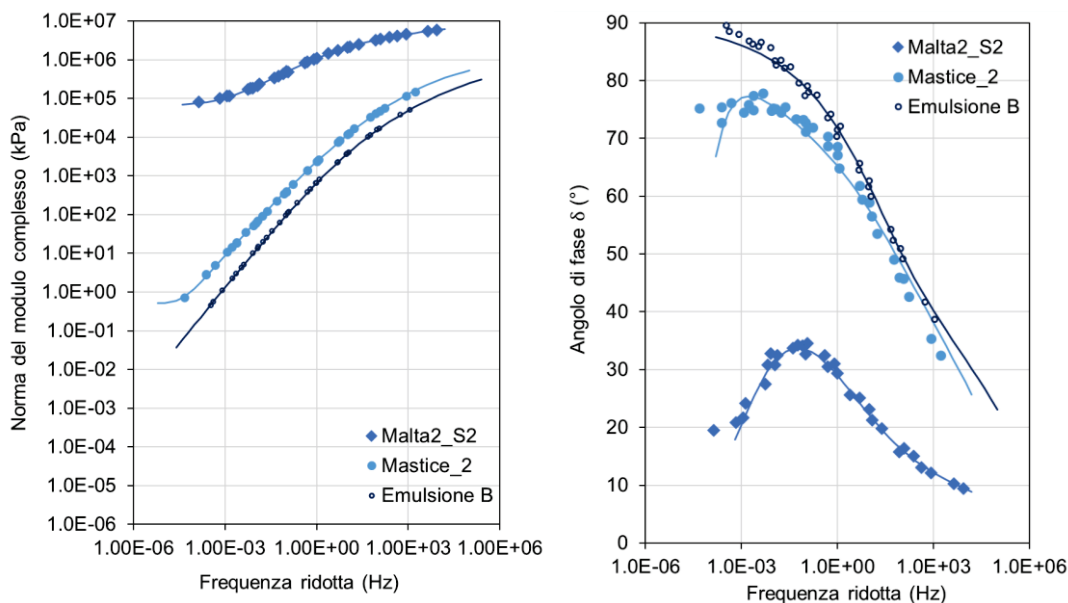


Figura 88. Confronto tra le curve maestre della norma del modulo di rigidezza e dell'angolo di fase.

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 $\delta_{HY} = 0$ 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 attendibili, mentre i

parametri del modello riportati per la malta 3 sono quelli ottenuti modellando i risultati ottenuti come media delle due ripetizioni.

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

Materiale	Modulo vetroso (kPa)	Modulo di equilibrio (kPa)	k (-)	h (-)	d (-)	β (-)	logtau (-)	δ_{HY}(°)
Malta 2	1.21E+07	6.50E+04	0.177	0.526	2.856	1815	-2.273	0.577
Malta 3	8.98E+06	3.28E+05	0.175	0.383	3.061	3311	-0.384	1.038
Malta 4	8.81E+06	2.57E+05	0.173	0.426	2.759	1296	-0.673	1.412
Mastice 2	9.33E+05	0.50	0.387	0.740	3.722	32	-4.100	0.500
Mastice 3	1.31E+06	0.10	0.387	0.740	5.580	16	-4.350	0.500
Mastice 4	1.26E+06	0.27	0.308	0.732	7.088	97	-4.264	0.500
Emulsione B	6.31E+05	0.00	0.387	0.740	5.557	10.0	-4.403	0.000
Emulsione C	8.51E+05	0.00	0.308	0.732	7.572	41.0	-4.334	0.000

La Figura 89 riporta il confronto tra i parametri del modello ottenuti per le malte e i rispettivi mastici. In particolare, la Figura 89 a) e la Figura 89 b) 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 rigidità delle malte, alle alte e basse temperature, è dovuta alla presenza della sabbia, che opera un'azione di irrigidimento del mastice. La Figura 89 c) e la Figura 89 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 corrispondenti malte.

Infine, la Figura 89 e), la Figura 89 f) e la Figura 89 g) mostrano il confronto per i tre parametri: δ , log τ e log β . I mastici presentano valori di δ e log τ maggiori rispetto a quelli ottenuti per le corrispondenti malte. Diversamente β è superiore per le malte rispetto alle miscele. Essendo direttamente connesso all'invecchiamento del materiale, il maggiore valore di log β 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.

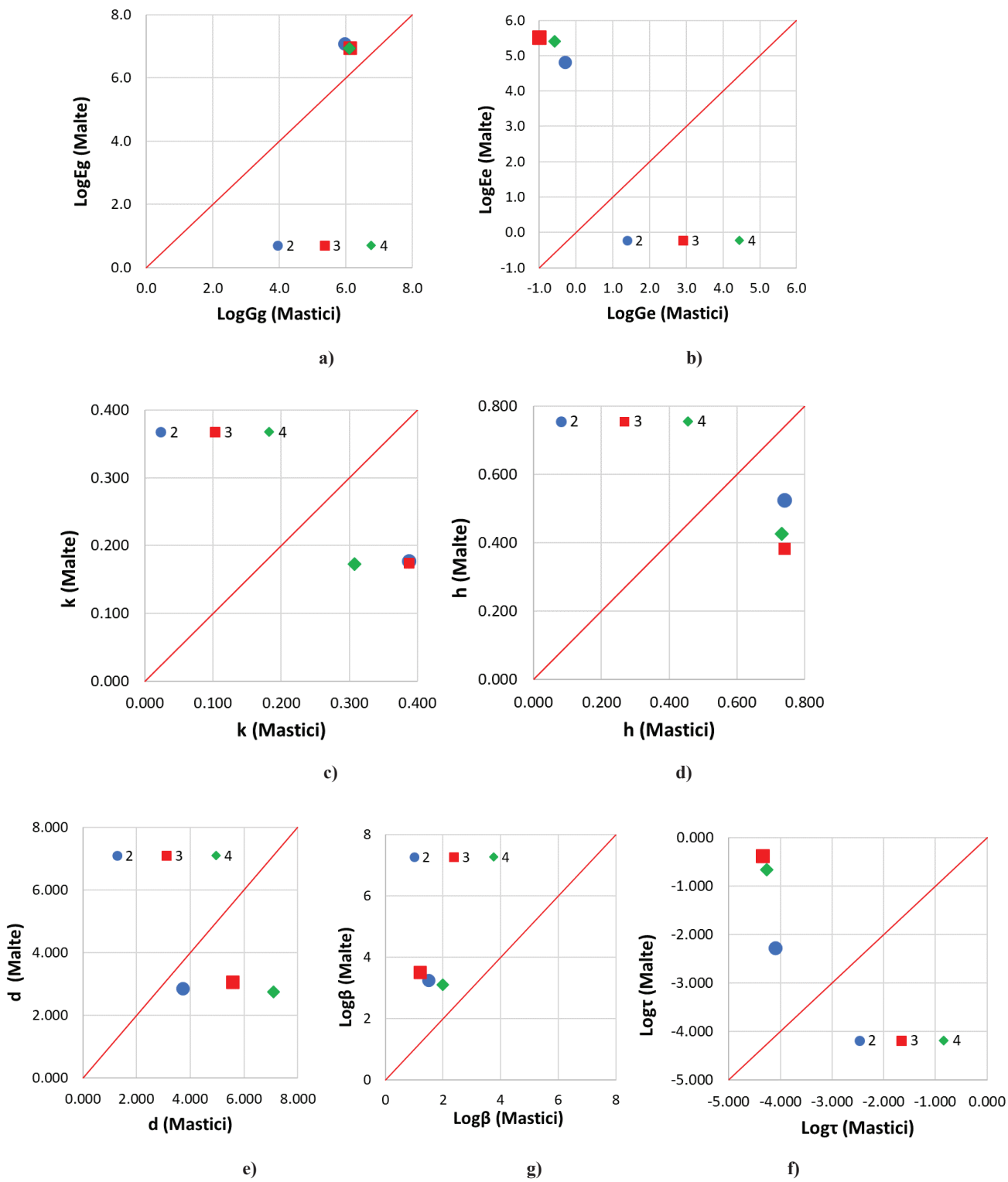


Figura 89. Confronto tra i parametri dei modelli di malte e mastici: a) modulo vetroso; b) modulo di equilibrio; c) k ; d) h ; e) δ ; f) $\text{log}\tau$; g) β .

Conclusioni

Questo lavoro di tesi ha come obiettivo la caratterizzazione reologica dei mastici bituminosi a freddo. Lo studio, che rientra nell'ambito di un progetto di ricerca interlaboratorio promosso dal RILEM, è finalizzato a stabilire i legami tra le proprietà delle emulsioni e dei relativi mastici.

Il programma sperimentale è stato incentrato sullo studio di mastici caratterizzati da concentrazioni di aggiunte minerali pari a 0.16 e 0.33 (in volume) prodotti con due emulsioni bituminose (tradizionale e modificata), due tipologie di filler calcareo (uno d'origine italiana e l'altro tedesca), con filler e cemento o in alternativa solo filler. Il programma sperimentale ha previsto l'impiego di un DSR, per l'analisi delle proprietà reologiche di questi materiali. I risultati sperimentali sono stati modellati utilizzando il modello reologico 2S2P1D-HY. Infine, le proprietà dei mastici sono state confrontate con quelle delle corrispondenti malte a freddo studiate nell'ambito di una ricerca svolta in parallelo e ottenute aggiungendo inclusioni di aggregato fine (sabbia) ai mastici.

Dai risultati del presente lavoro di ricerca è possibile trarre le seguenti conclusioni:

- È stato possibile miscelare e testare mastici la cui concentrazione di aggiunte minerali era pari a 0.16 e 0.33.
- I mastici mostrano una maggiore rigidità rispetto alle emulsioni corrispondenti, confermando così il ruolo di irrigidimento delle aggiunte minerali.
- La tipologia di emulsione adottata influenza le proprietà reologiche dei mastici. In particolare, l'utilizzo dell'emulsione modificata aumenta la rigidità dei mastici alle basse temperature e ne riduce la termodipendenza.
- La concentrazione di aggiunte minerali provoca un cambiamento del comportamento reologico: per i mastici con le concentrazioni 0.16 non si hanno grandi differenze rispetto alle emulsioni anche in presenza di cemento, mentre i mastici con concentrazioni delle aggiunte minerali di 0.33 mostrano un aumento della rigidità più marcato.

- L'effetto del cemento è più evidente sulla risposta alle alte temperature, e si traduce in una rigidità generalmente superiore rispetto a quella dei mastici prodotti con il solo filler. Tuttavia si deve sottolineare che il dosaggio di cemento adottato è molto ridotto. Ulteriori studi sono necessari per valutare l'effetto di concentrazioni superiori di cemento.
- Non si notano particolari differenze nel comportamento reologico dovuto all'utilizzo di due filler, probabilmente a causa del fatto che sono caratterizzati dalla stessa natura mineralogica.
- I mastici e le malte mostrano comportamenti reologici distinti: in particolare i mastici hanno un comportamento più viscoso rispetto alle malte che invece hanno un comportamento più simile a quello di un materiale elastico, probabilmente dovuto ad una maggiore diffusione dei legami cementizi. Inoltre, le malte presentano una maggiore rigidità conferita dall'aggiunta delle inclusioni di sabbia.

In conclusione, la caratterizzazione reologica dei mastici consente di distinguere gli effetti legati all'emulsione. Tuttavia, ulteriori studi sono necessari, in particolare per prendere in considerazione un maggior numero di tipologie di emulsione e di aggiunte minerali con diversa natura mineralogica.

Riferimenti bibliografici

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.

Airey, G. D. (2002). Use of black diagrams to identify inconsistencies in rheological data. *Road Materials and Pavement Design*, 3(4), 403-424.

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*.

Al-Mohammedawi, Ahmed, and Konrad Mollenhauer. "Viscoelastic Response of Bitumen Emulsion Mastic with Various Active Fillers." *Proceedings of the 9th International Conference on Maintenance and Rehabilitation of Pavements—Mairepav9*. Springer, Cham (2020).

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.

Brown, ER, Kandhal, PS, Roberts, FL, Kim, YR, Lee, DY e Kennedy, TW (2009). Hot mix asphalt materials. Design and construction of mixtures. Third edition, *NAPA Research and Education Foundation, Lanham, Maryland* .

Buttlar, W. G., Bozkurt, D., Al-Khateeb, G. G., & Waldhoff, A. S. (1999). Understanding asphalt mastic behavior through micromechanics. *Transportation Research Record*, 1681(1), 157-169.

Cardone, F., Frigio, F., Ferrotti, G., & Canestrari, F. (2015). Influence of mineral fillers on the rheological response of polymer-modified bitumens and mastics. *Journal of traffic and transportation engineering (English edition)*, 2(6), 373-381.

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.

Delaporte, B., Di Benedetto, H., Chaverot, P., & Gauthier, G "Filler and binder influence on the linear viscoelastic behavior of mastics." *Proceedings advanced characterisation of pavement and soil engineering materials* (2007): 3-13.

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.

Dondi, G., et al. "Influence of cement and limestone filler on the rheological properties of mastic in cold bituminous recycled mixtures." *Sustainability, Eco-Efficiency, and Conservation in Transportation Infrastructure Asset Management* 61 (2014).

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.

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.

Fu, J., Yang, Y., Zhang, X., & Wang, F. (2018). Different strain distributions of cement-emulsified 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.

Garcia, Alvaro, Lura, P., Partl, MN, & Jerjen, I. " Influence of cement content and ambient humidity on the performance of asphalt emulsion and cement composites". *Materials and structures* 46,8 (2013): 1275-1289.

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.

Grabowski, W., & Wilanowicz, J. (2008). The structure of mineral fillers and their stiffening properties in filler-bitumen mastics. *Materials and structures*, 41(4), 793-804.

Graziani A., Godenzoni C., Cardone F. & Bocci M. (2016). Effect of curing on the physical and mechanical properties of cold-recycled bituminous mixtures. *Materials & Design*, 95, 358-369.

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.

Kim, Yong-Rak, Dallas N. Little e Injun Song. "Effetto delle cariche minerali sulla resistenza alla fatica e sulle caratteristiche fondamentali del materiale: valutazione meccanicistica". *Record di ricerca sui trasporti* 1832,1 (2003): 1-8.

Lesueur, Didier e Juan Josè Potti. "Cold mix design: a rational approach based on the current understanding of the breakdown of bituminous emulsions". *Road Materials and Pavement Design*, 5.sup1 (2004): 65-87.

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.

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

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.

Pellicciotta Alessia 2021 “Caratterizzazione reologica di malte bituminose a freddo”. Tesi di laurea, Università Politecnica delle Marche

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.

Shashidhar, N., & Romero, P. (1998). Factors affecting the stiffening potential of mineral fillers. *Transportation Research Record*, 1638(1), 94-100.

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, B. Shane, and Y. Richard Kim. "Experimental investigation into the multiscale behaviour of asphalt concrete." *International Journal of Pavement Engineering* 12.4 (2011): 357-370.

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. (2015b). "Multiscale modeling approach for asphalt concrete and its implications on oxidative aging". In *Advances in Asphalt Materials: Road and Pavement Construction* (pp. 273-302),

UNI EN 1097-4: Prove per determinare le proprietà meccaniche e fisiche degli aggregati Parte 4: 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.

UNI EN 13043 “Aggregati per miscele bituminose e trattamenti superficiali per strade, aeroporti e altre aree soggette a traffico”.

Western Research Institute, “Asphalt research consortium: quarterly technical progress report October 31- December 31, 2009”, Federal Highway Administration, 2010.

Appendice A - Grafici di confronto

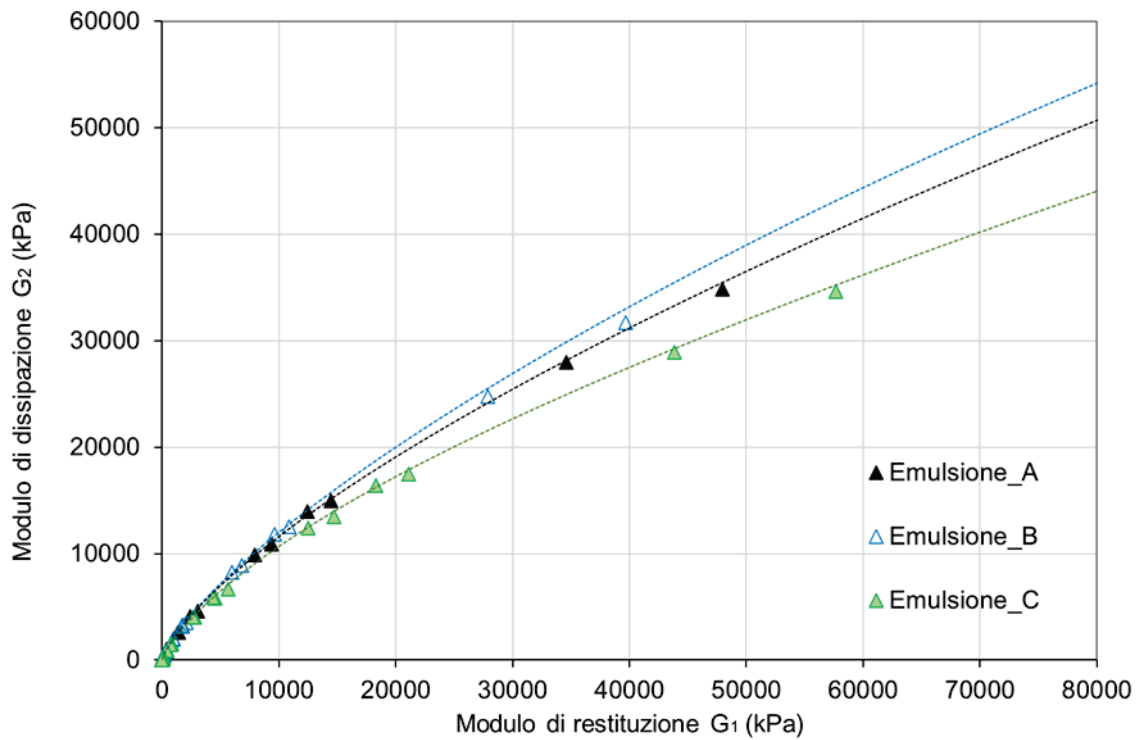
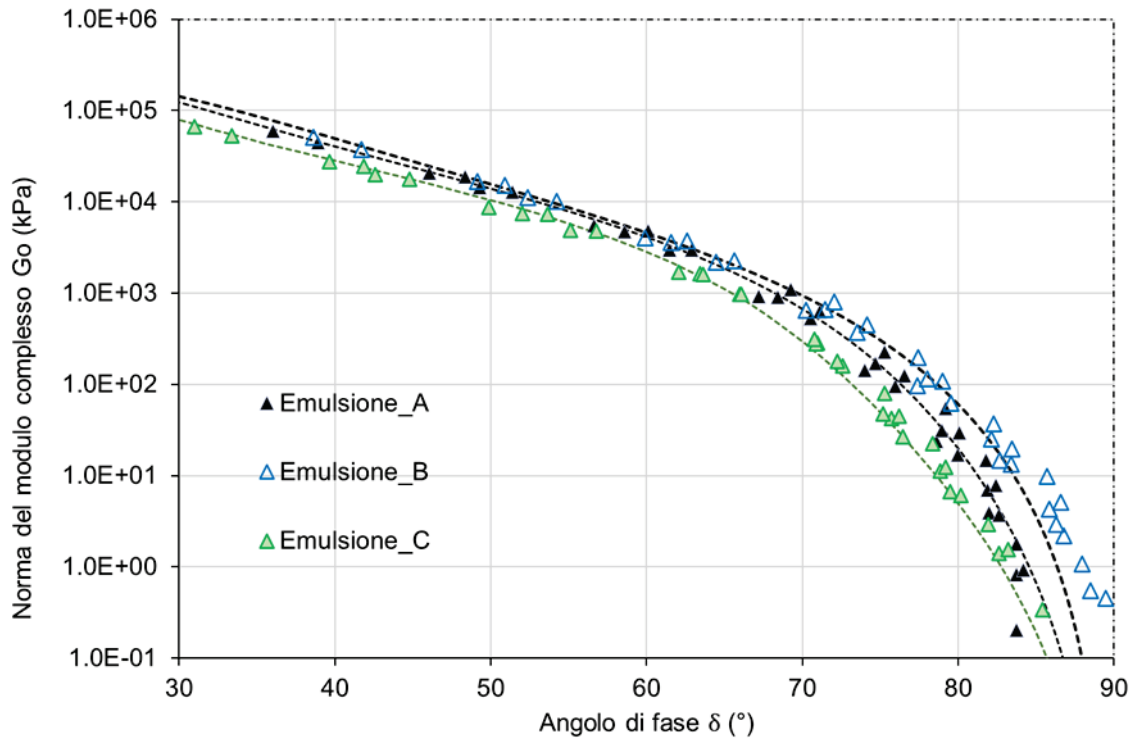
Nella seguente sezione sono riportati i grafici di confronto di tutti i mastici presi in esame nel presente lavoro di tesi con i punti sperimentali e i relativi modelli, riportandone il diagramma del Black Space, del Cole-Cole e delle Curve Maestre.

In particolare, sono comparate graficamente (Figura 90) anzitutto le tre tipologie di emulsioni descritte al Capitolo 3.

Viene riportato un confronto del Mastice3_0.33 testato a diversi tempi di maturazione (Figura 91) e infine sono riportati tutti i grafici relativi a:

- l'effetto delle due concentrazioni per ciascun mastice (Mastice2, Mastice2F, Mastice3, Mastice3F e Mastice4) (Figura 92, Figura 93, Figura 94, Figura 95 e Figura 96);
- l'effetto delle emulsioni su mastici aventi lo stesso tipo di filler (Mastice3 con Mastice4) (Figura 97);
- l'effetto del tipo di filler su mastici aventi lo stesso tipo di emulsione (Mastice2 con Mastice3 e Mastice2F con Mastice3F) (Figura 98 e Figura 99);
- l'effetto del cemento (Mastice2 con filler e cemento sarà confrontato con il Mastice 2F con solo filler e il Mastice3 con il Mastice3F) (Figura 100 e **Error! Not a valid bookmark self-reference.**).

A1 Confronto tra emulsioni



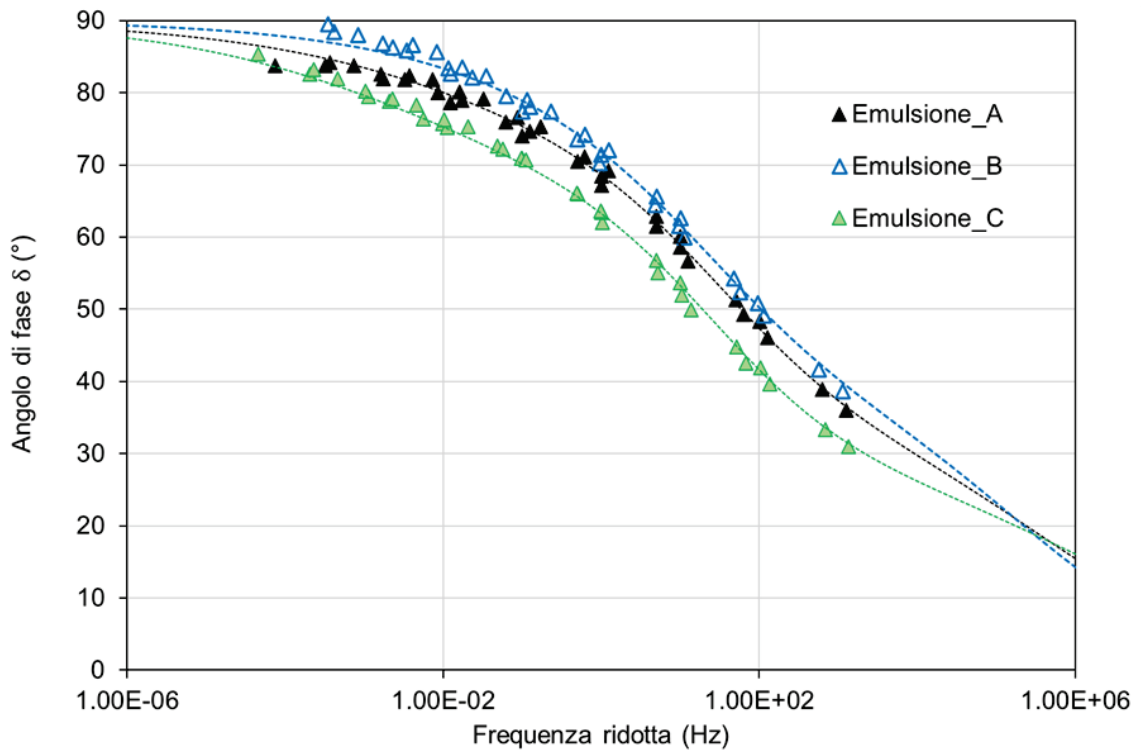
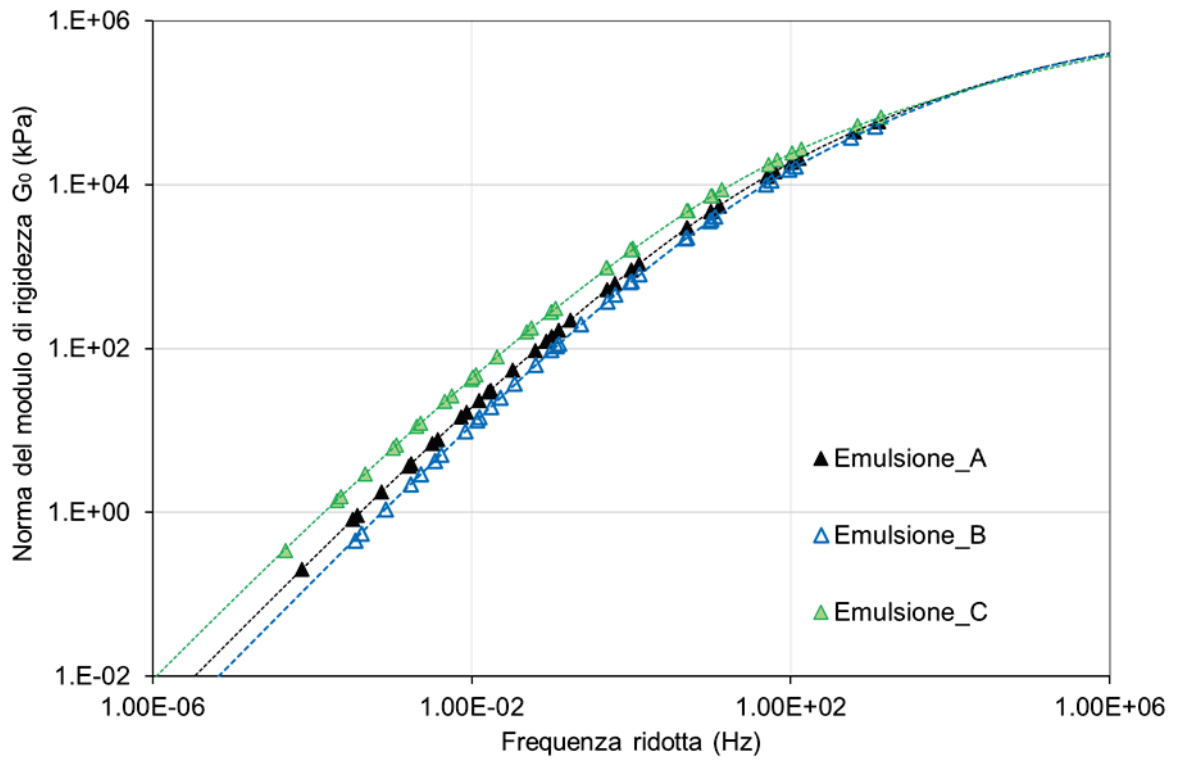
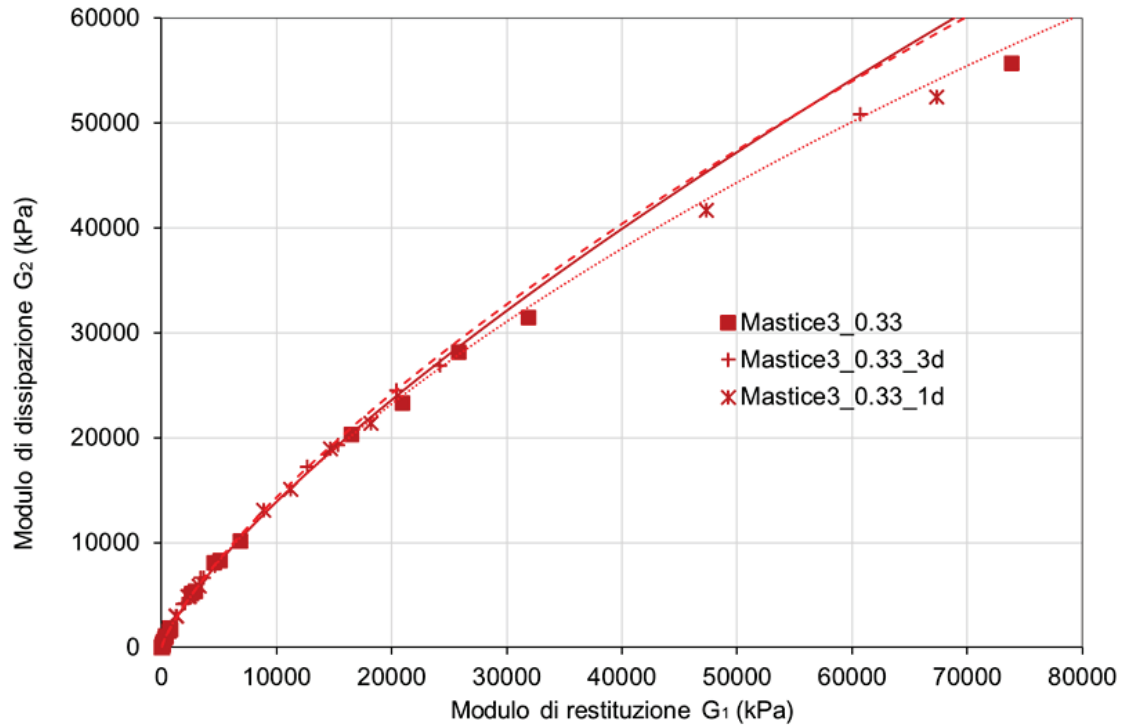
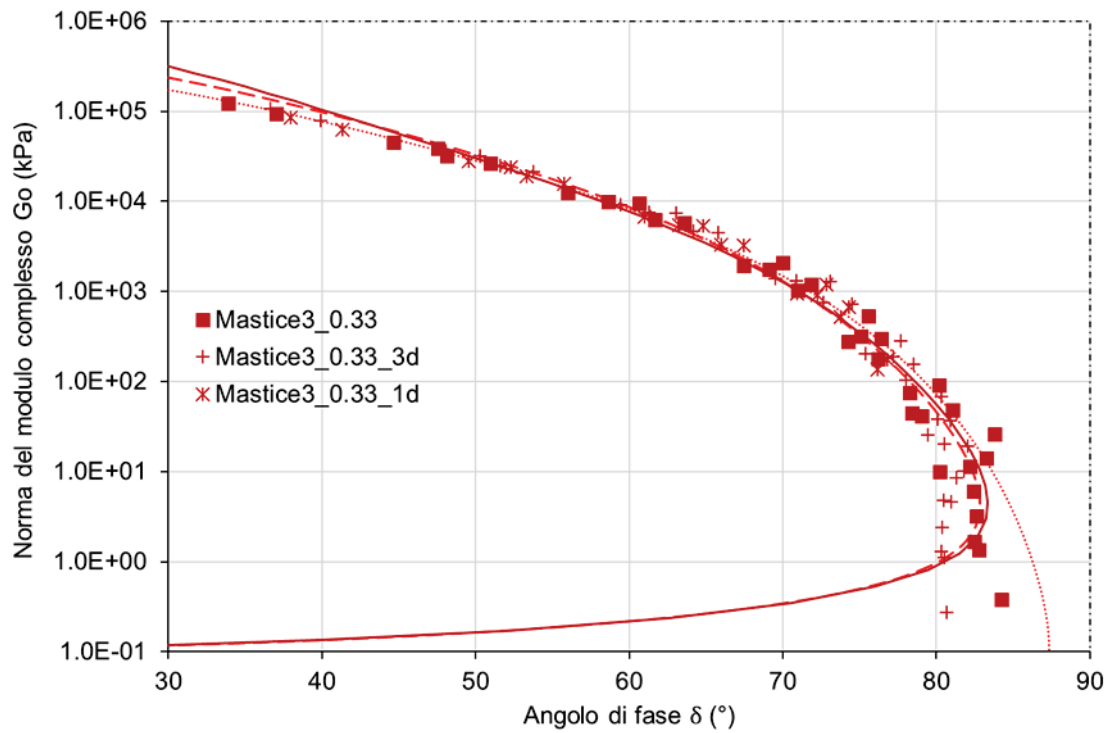


Figura 90 Confronto delle emulsioni su Black Space, Cole-Cole e curve maestre.

A2 Confronto tra diversi tempi di maturazione



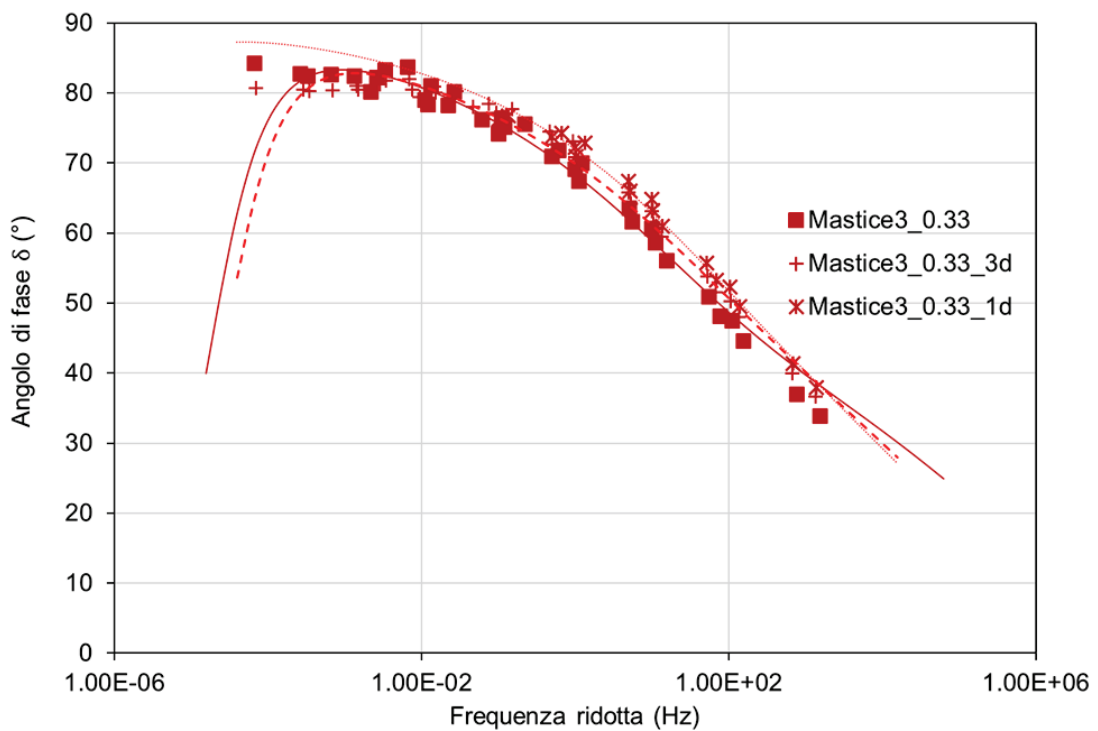
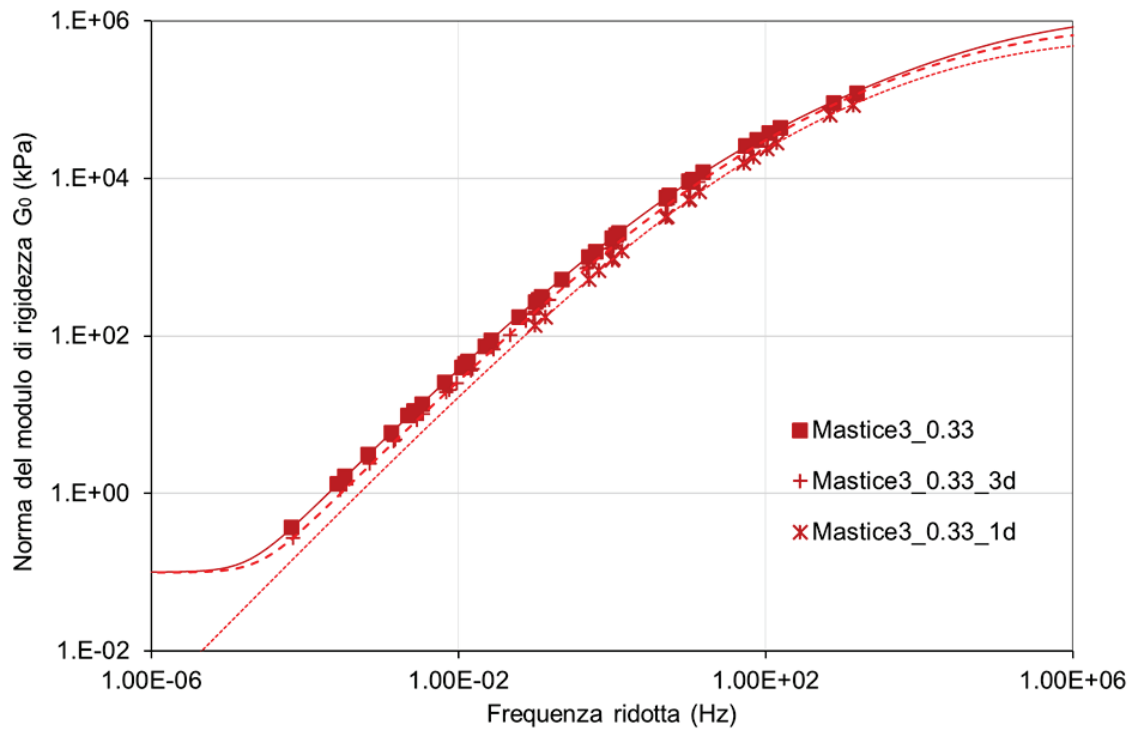
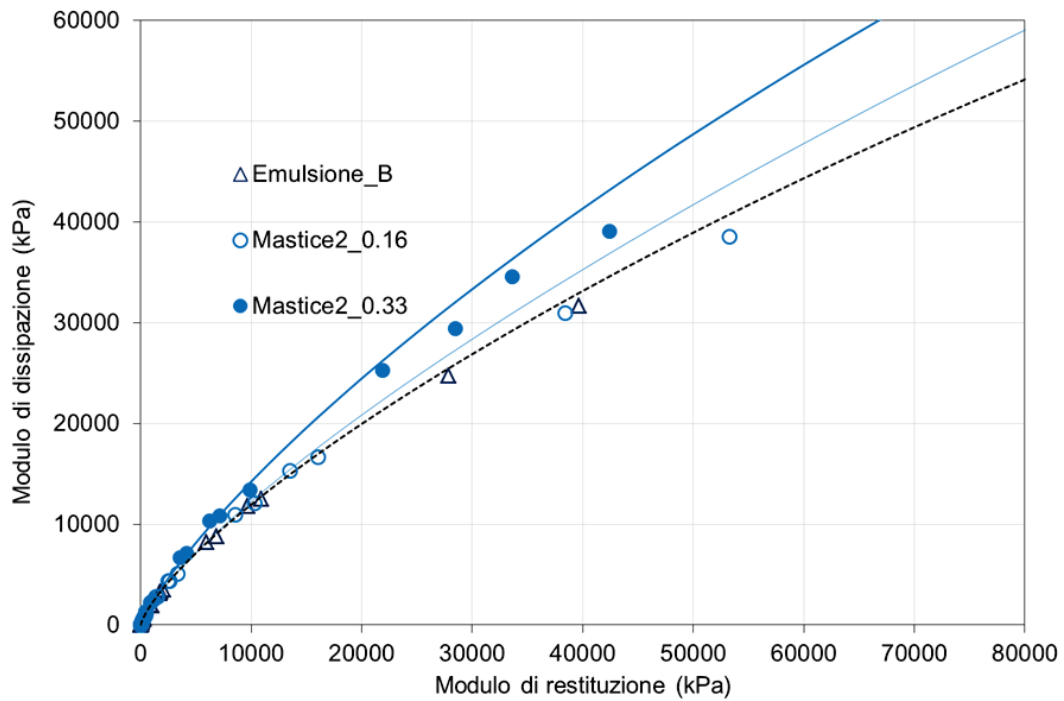
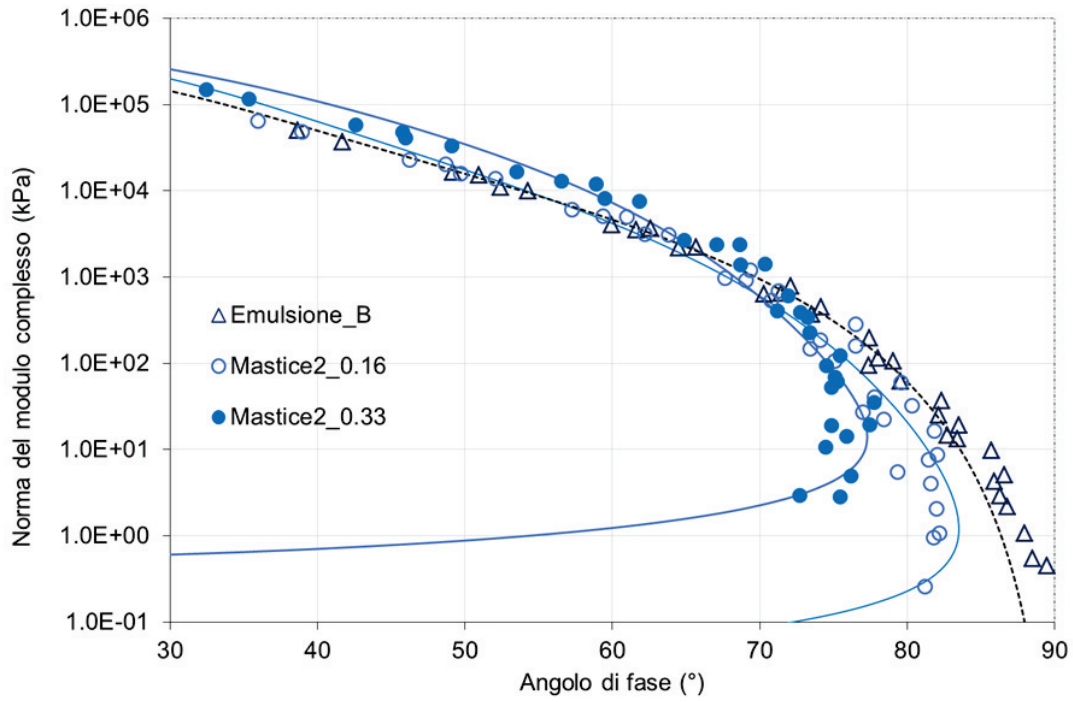


Figura 91 Confronto dei diversi tempi di maturazione su Black Space, Cole-Cole e curve maestre.

A3 Effetto delle concentrazioni

A.3.1 Mastice 2



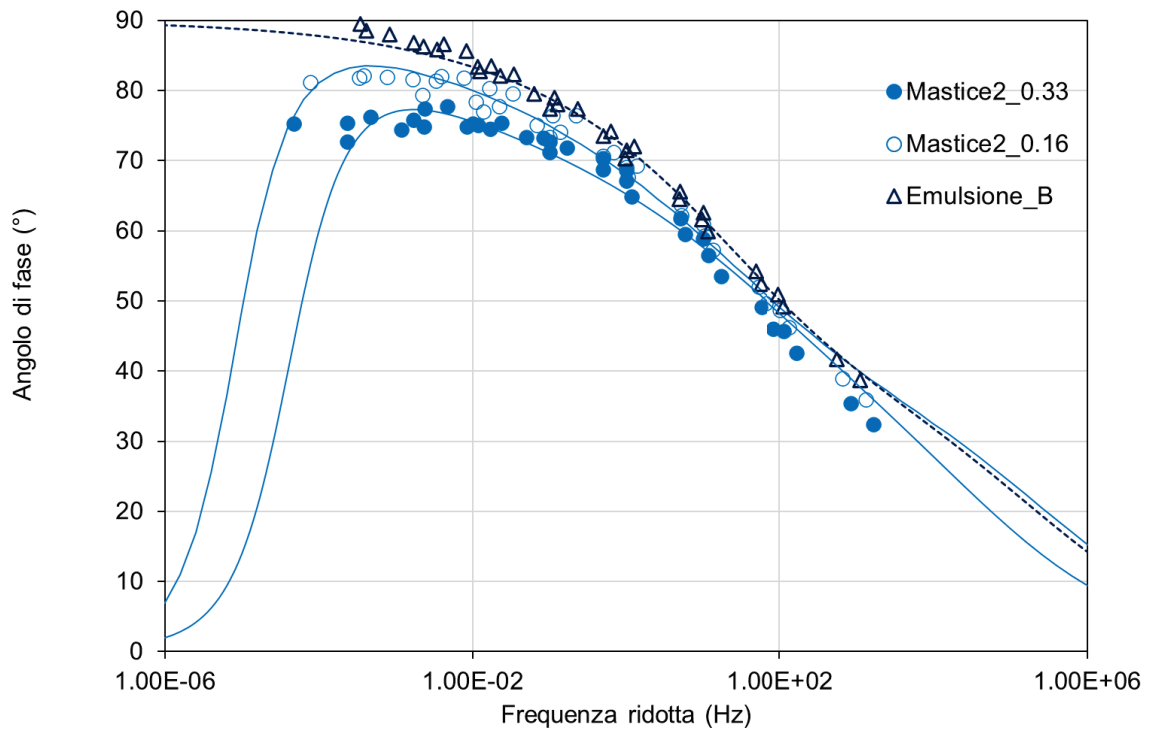
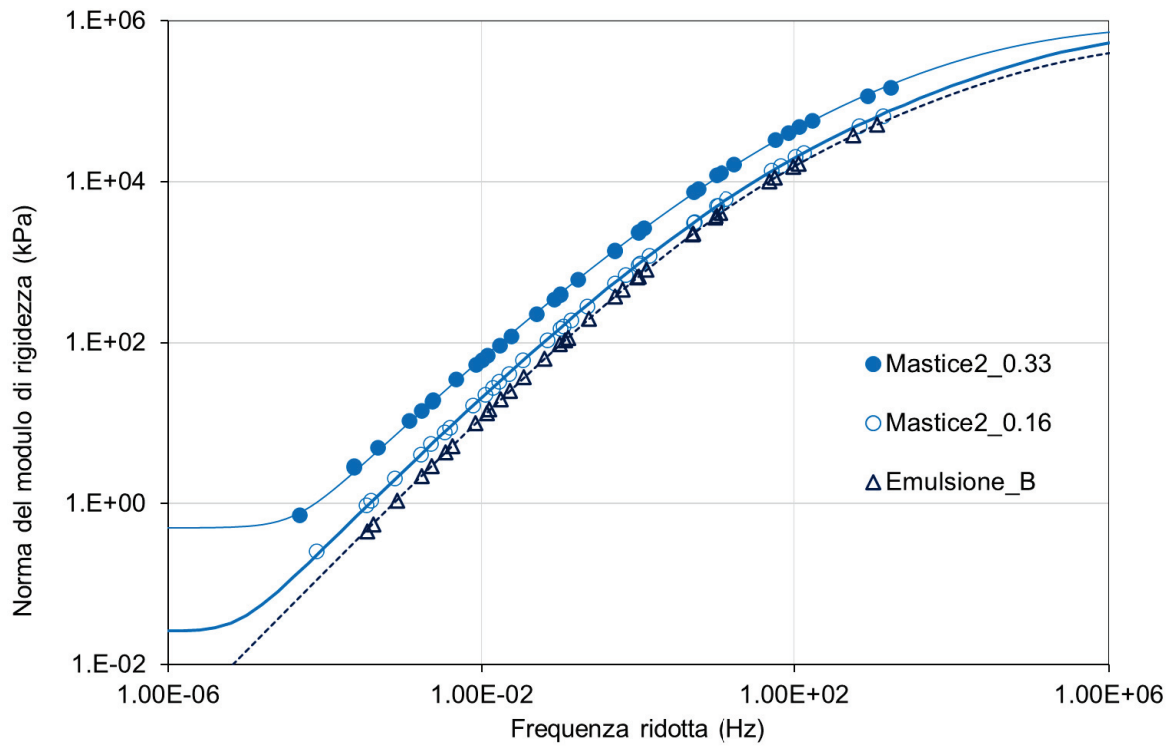
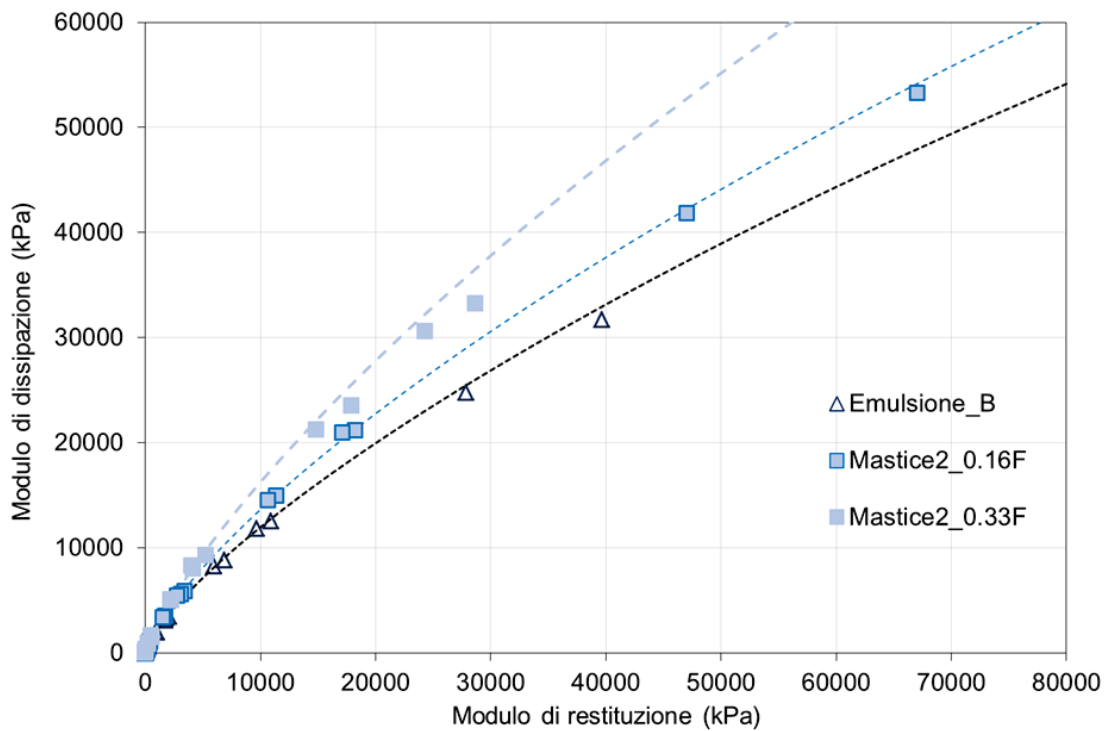
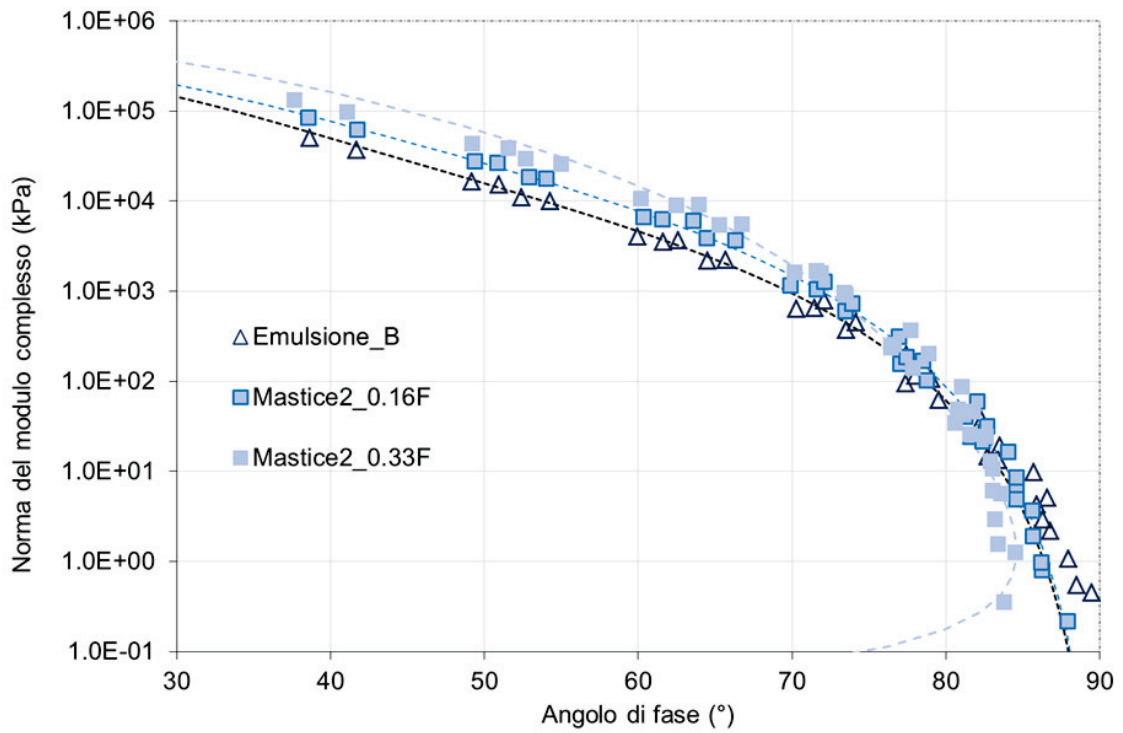


Figura 92 Effetto delle concentrazioni del Mastice 2 su Black Space, Cole-Cole e curve maestre.

A.3.2 Mastice 2F



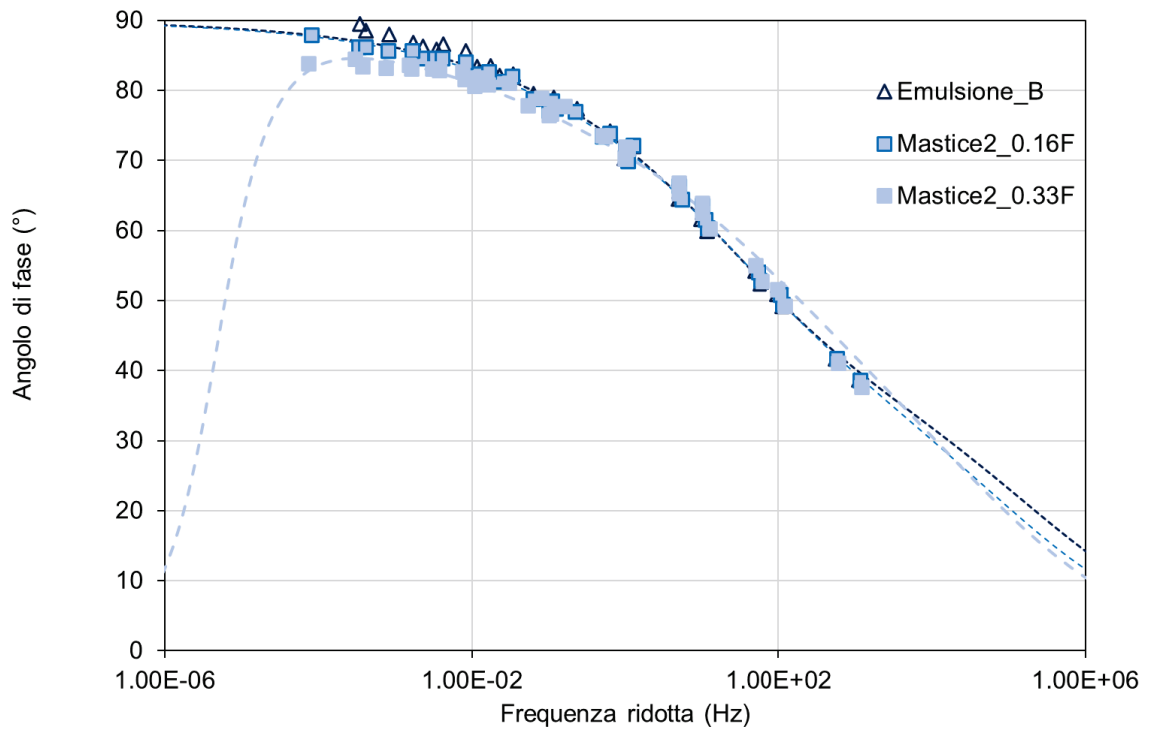
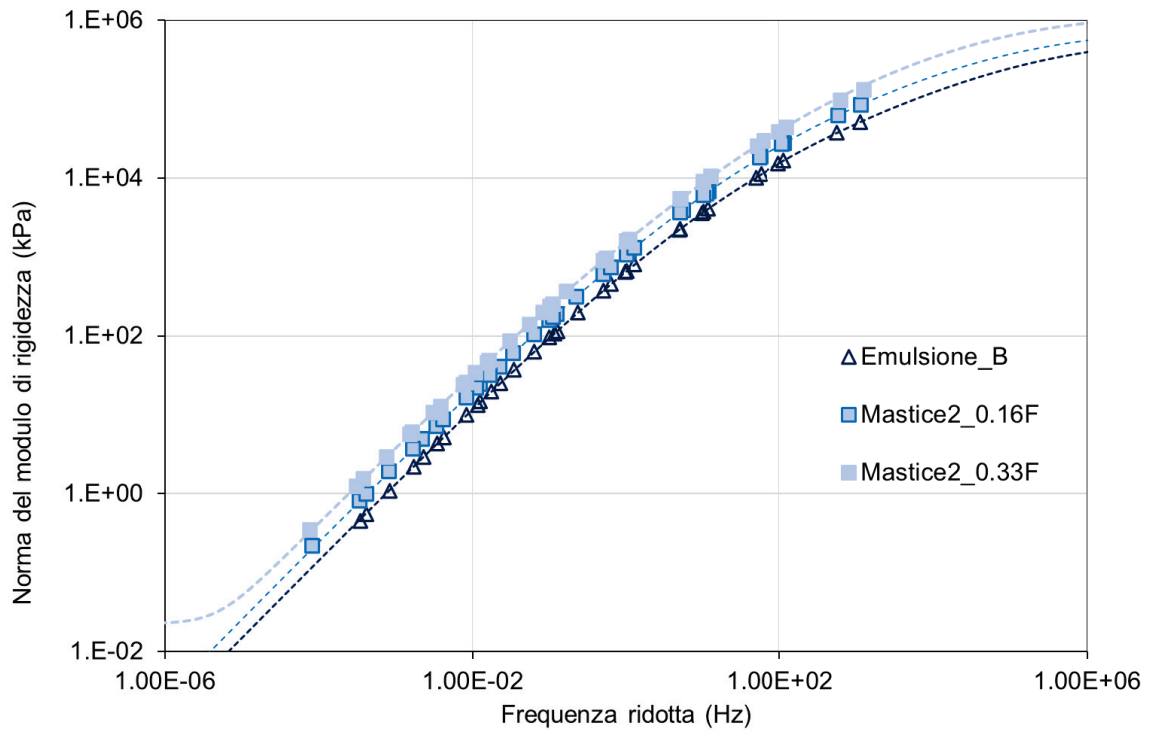
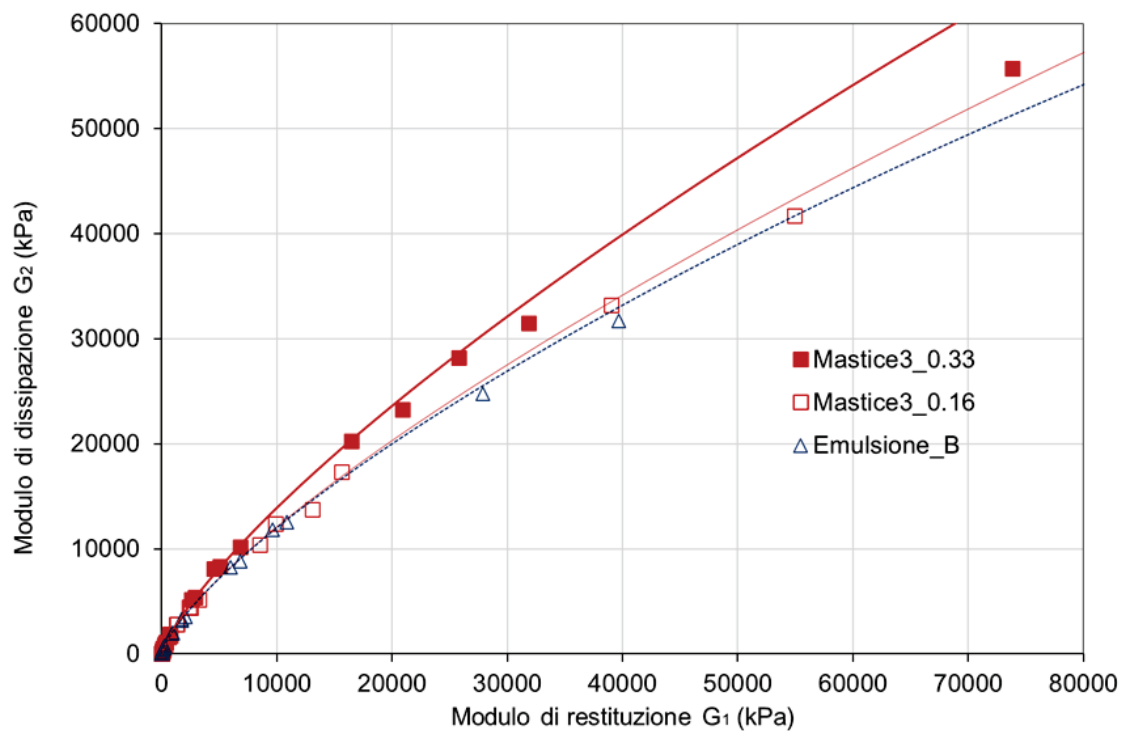
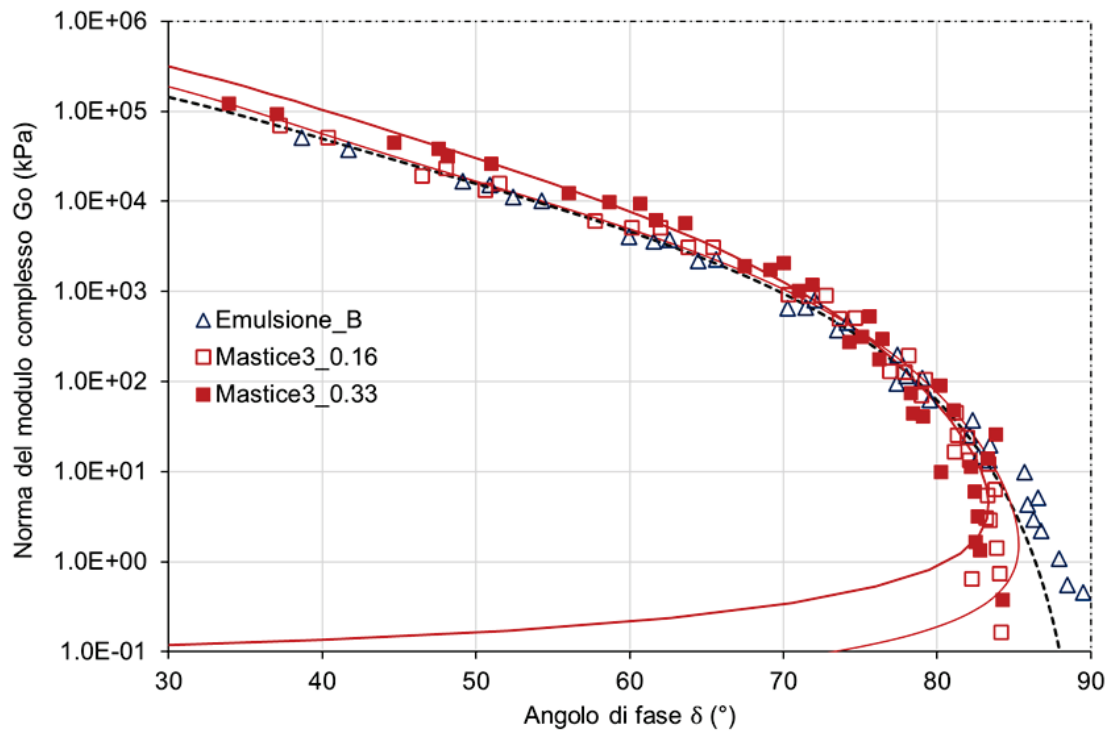


Figura 93 Effetto delle concentrazioni del Mastice 2F su Black Space, Cole-Cole e curve maestre.

A.3.3 Mastice 3



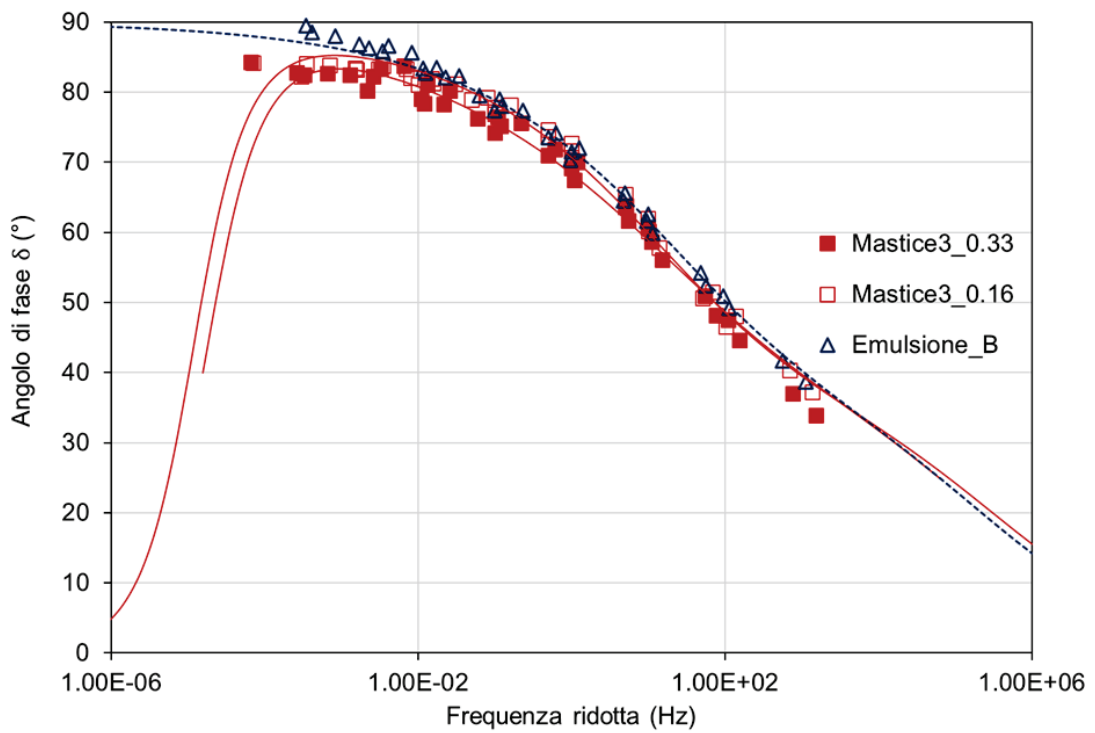
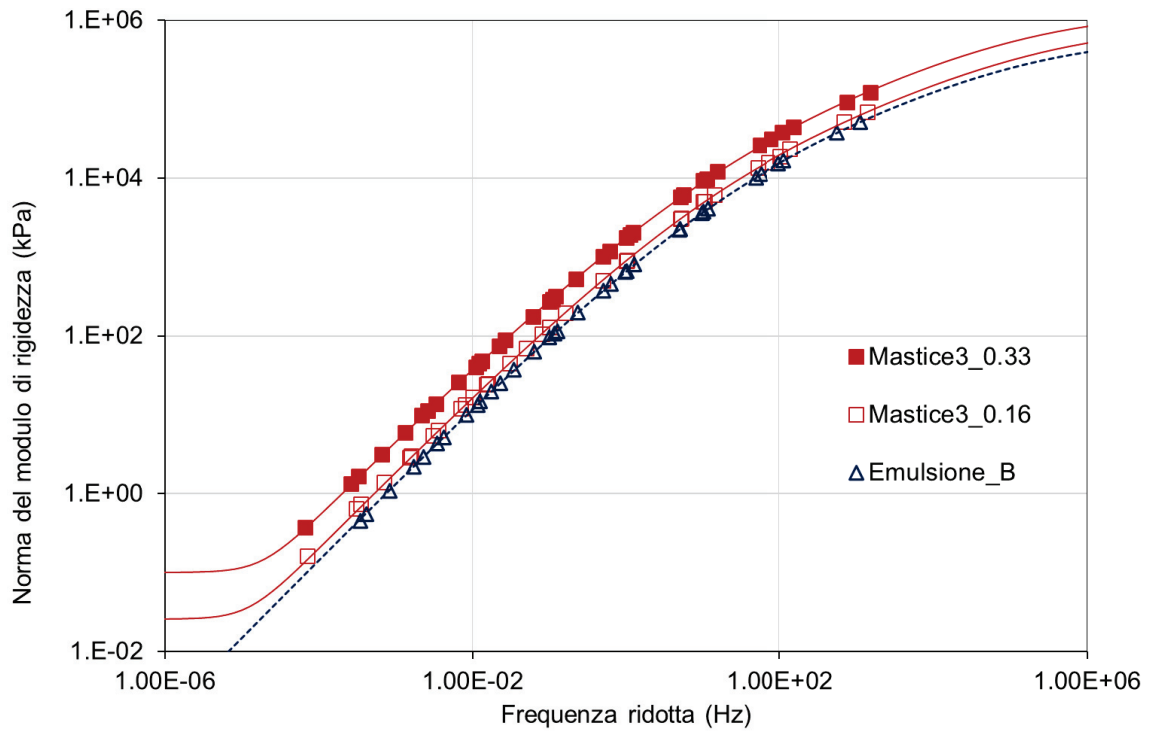
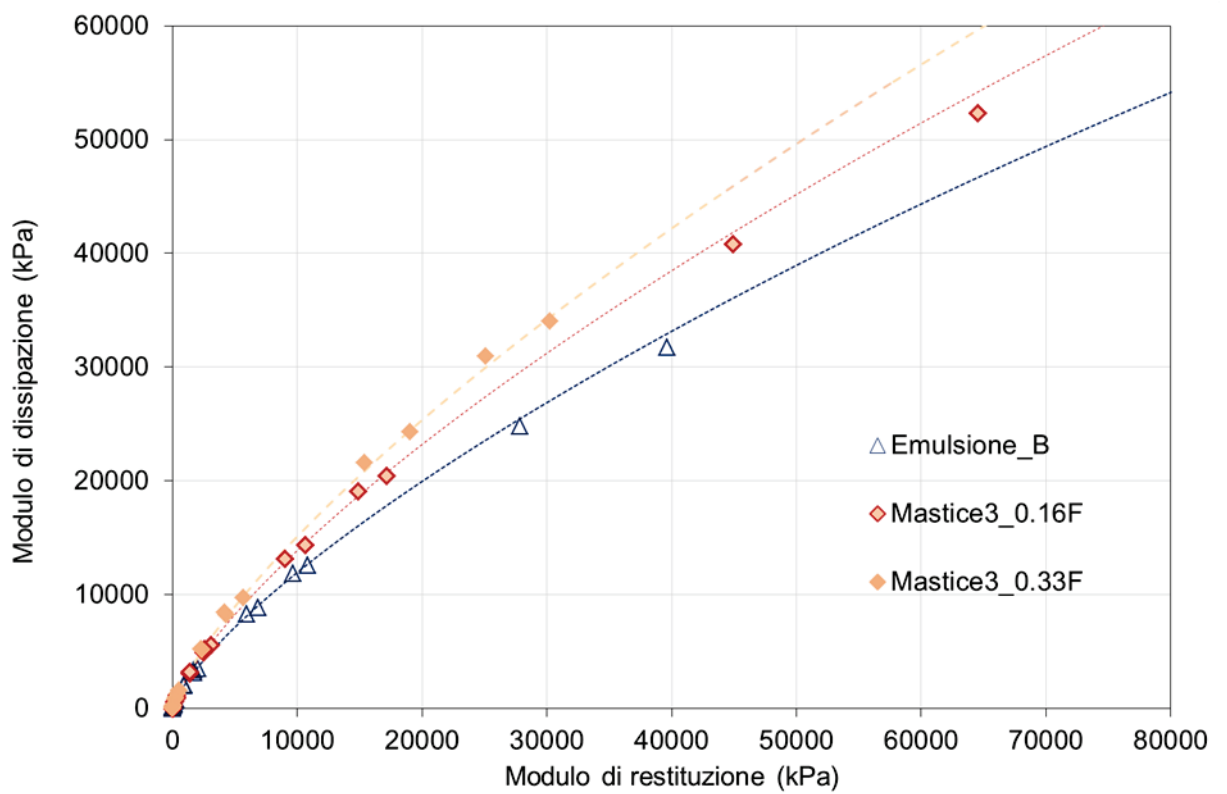
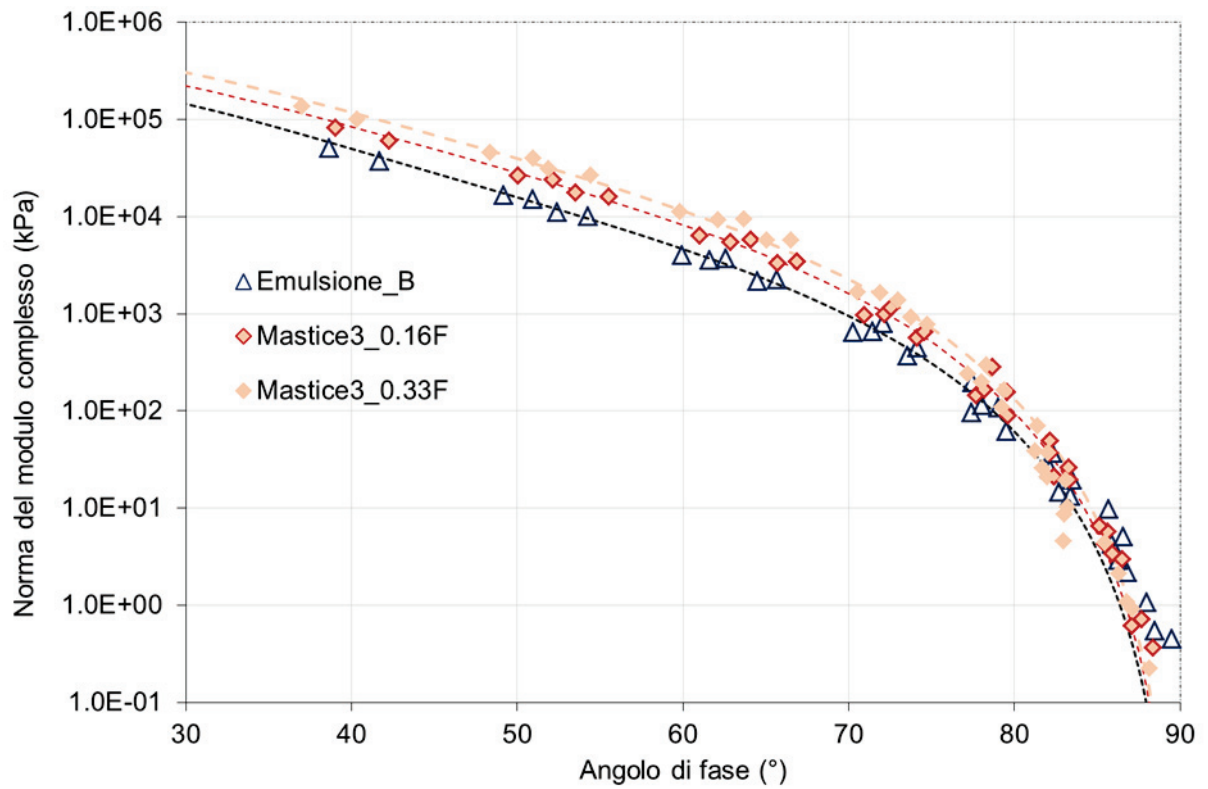


Figura 94 Effetto delle concentrazioni del Mastice 3 su Black Space, Cole-Cole e curve maestre.

A.3.4 Mastice 3F



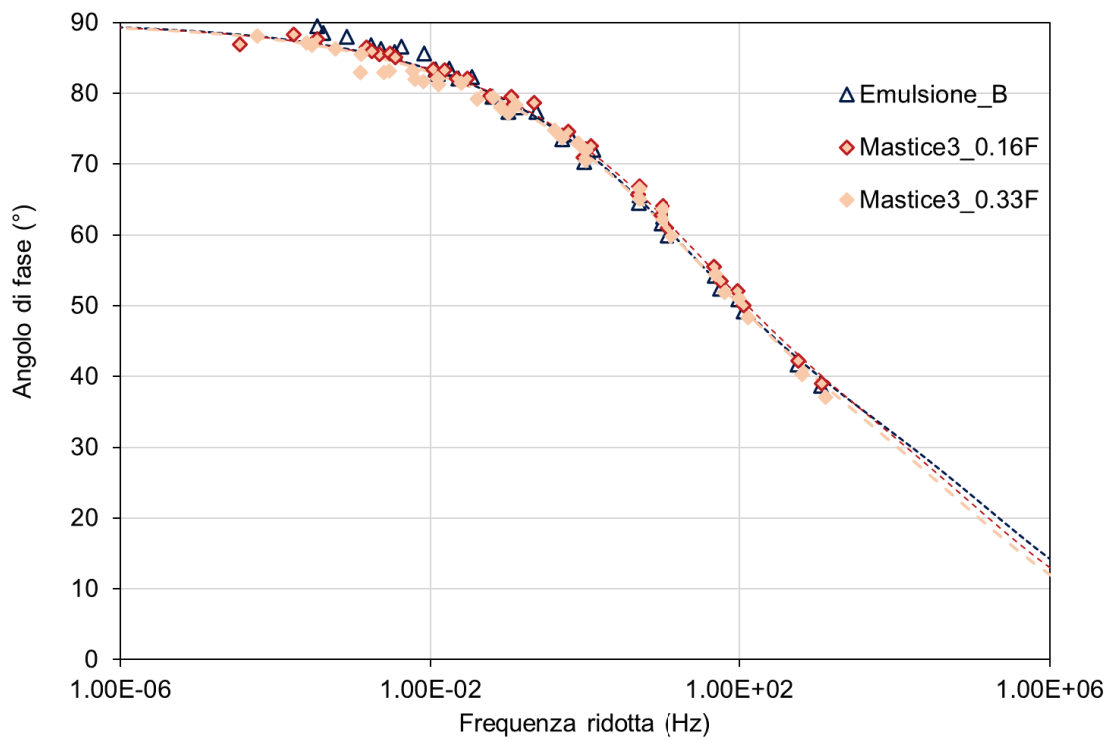
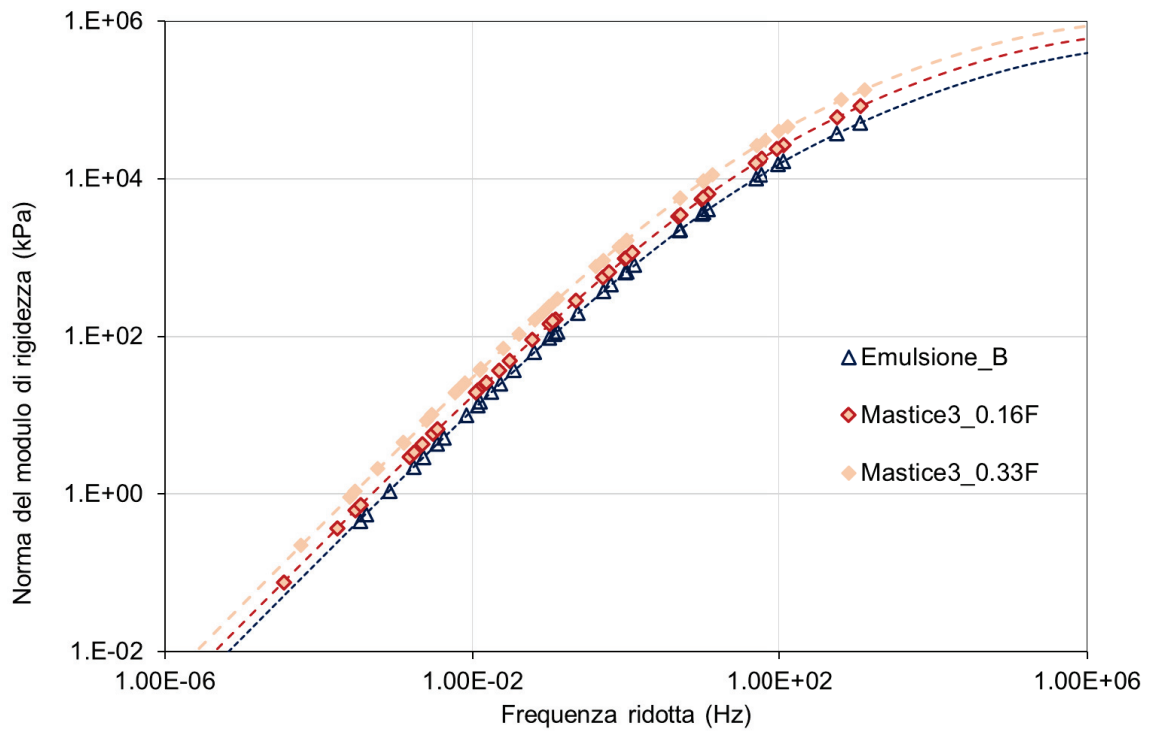
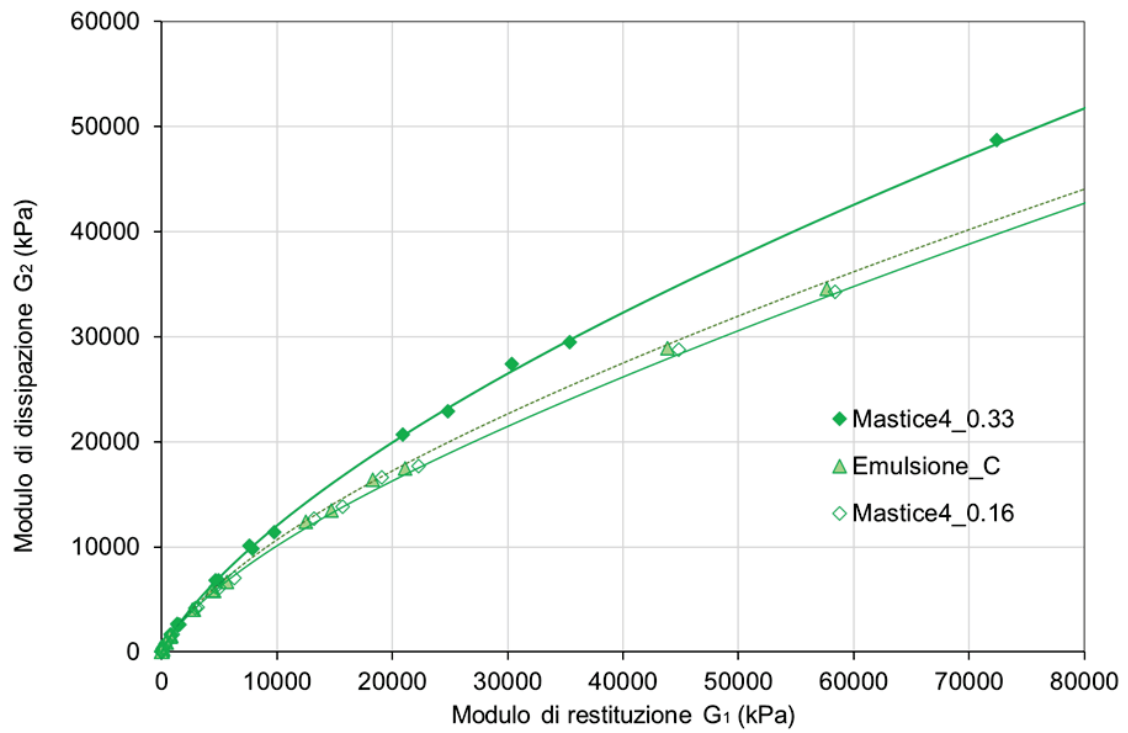
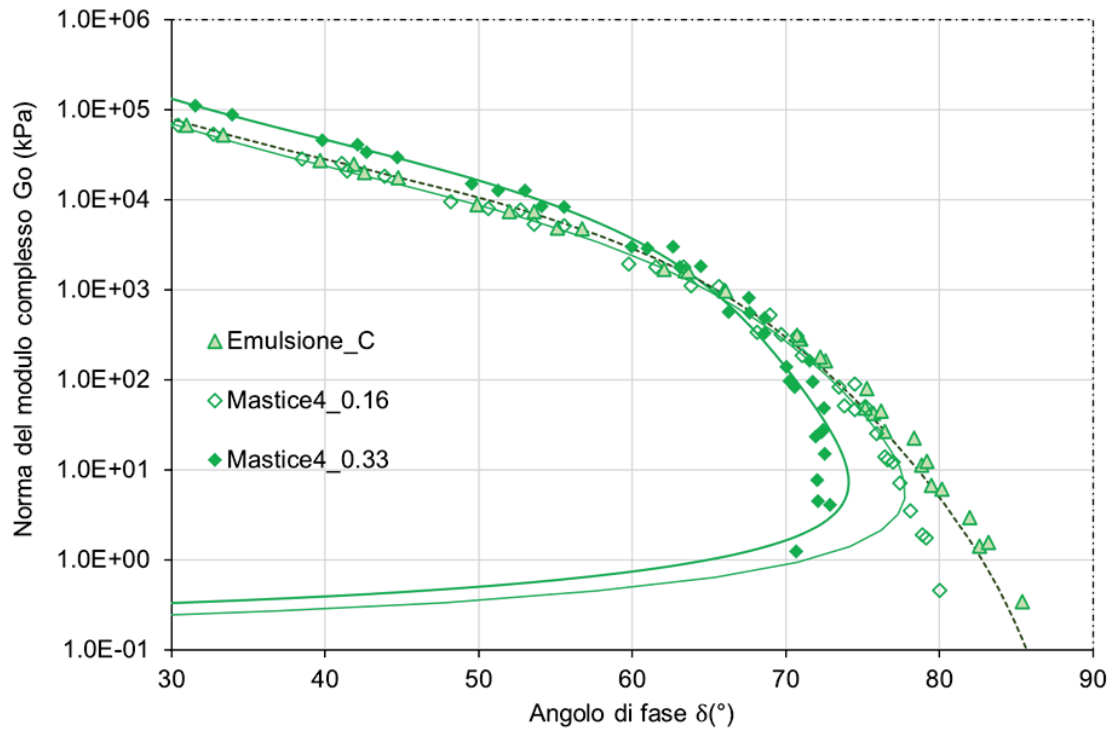


Figura 95 Effetto delle concentrazioni del Mastice 3F su Black Space, Cole-Cole e curve maestre.

A.3.5 Mastice 4



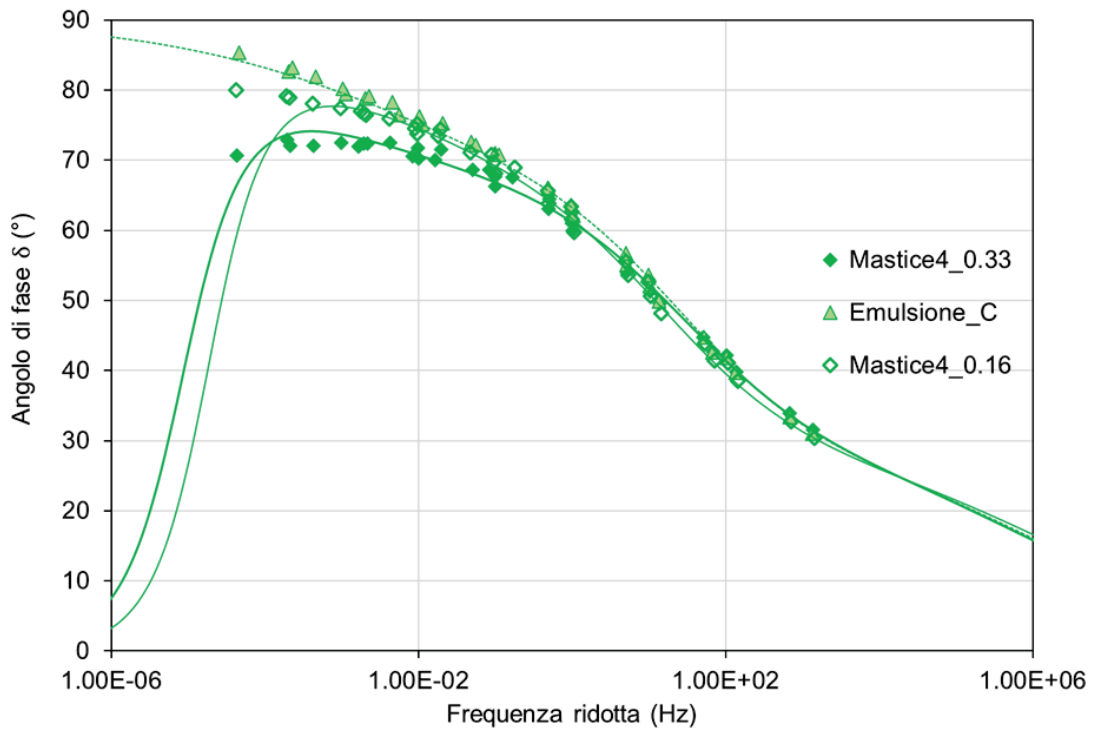
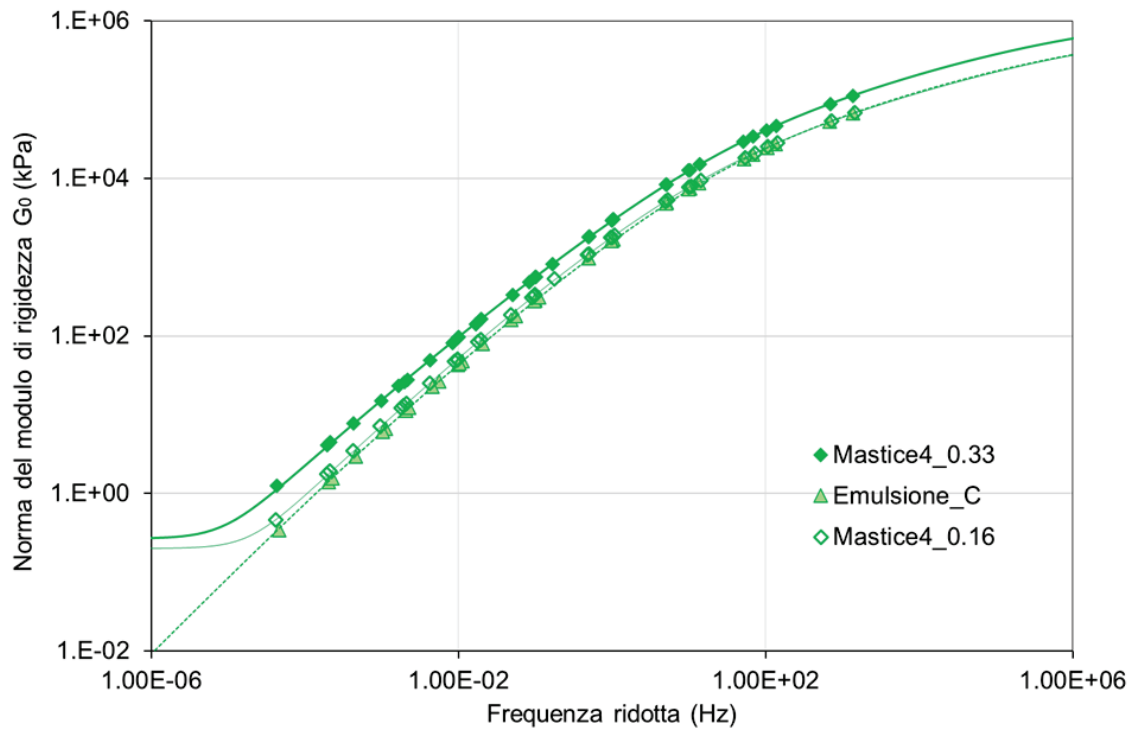
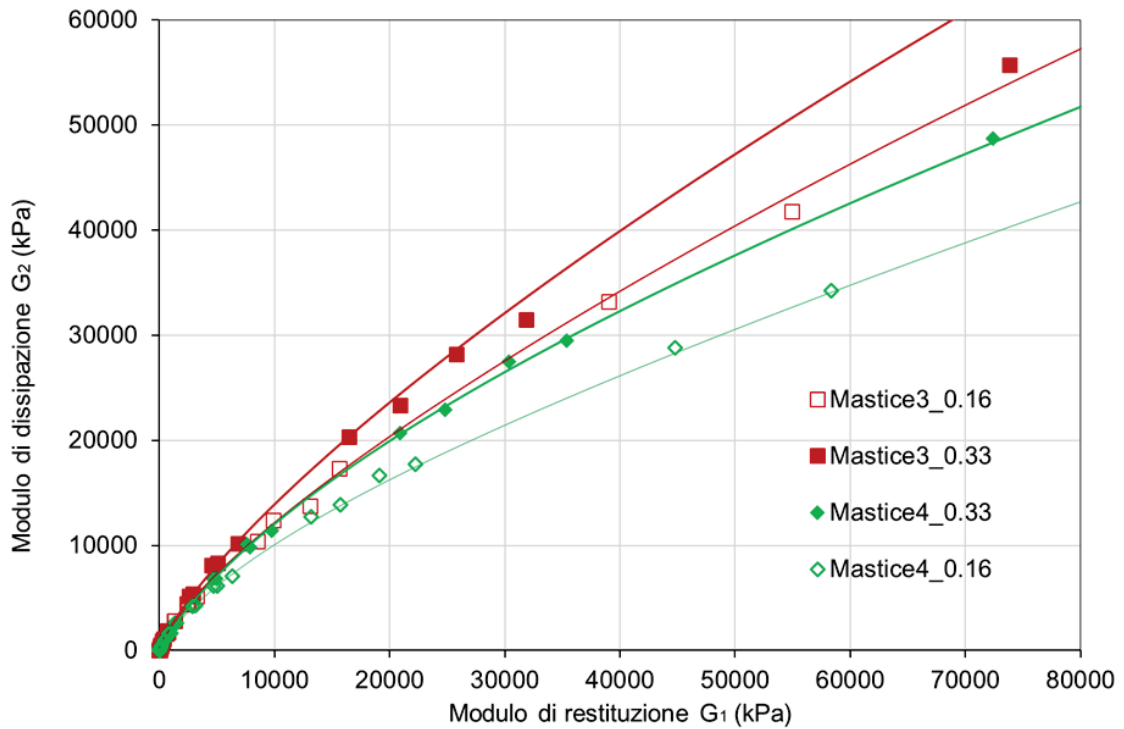
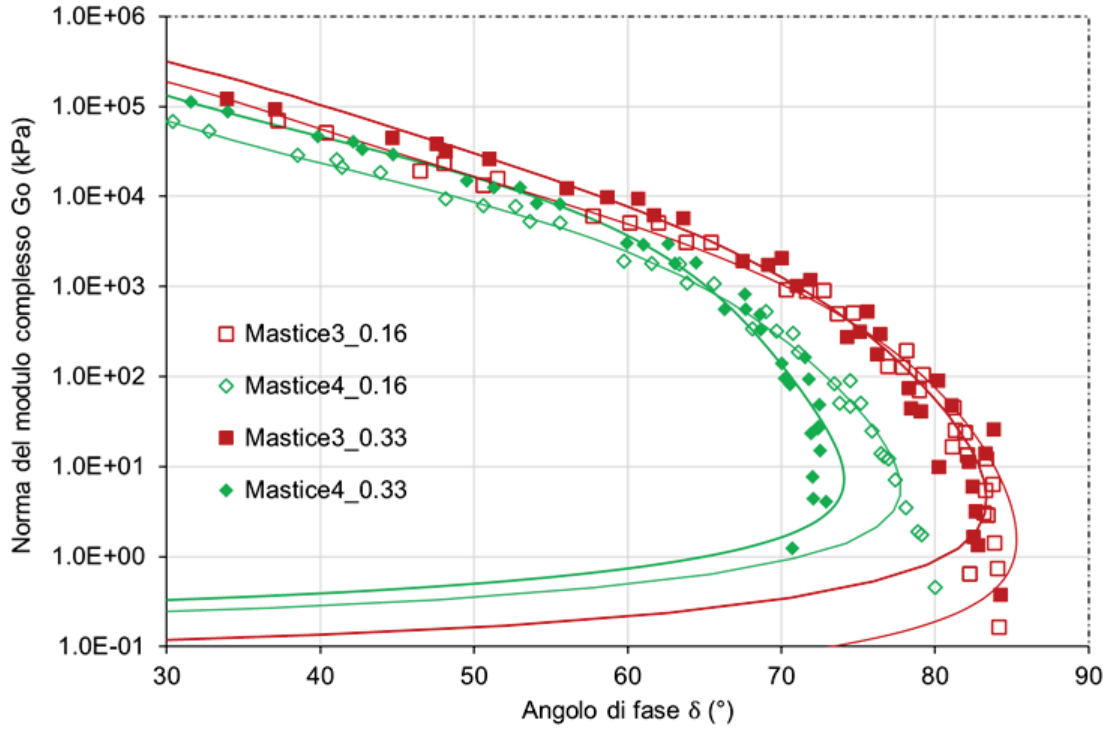


Figura 96 Effetto delle concentrazioni del Mastice 4 su Black Space, Cole-Cole e curve maestre.

A4 Effetto del tipo di emulsione (a parità di filler)

A.4.1 Mastice 3 vs Mastice 4



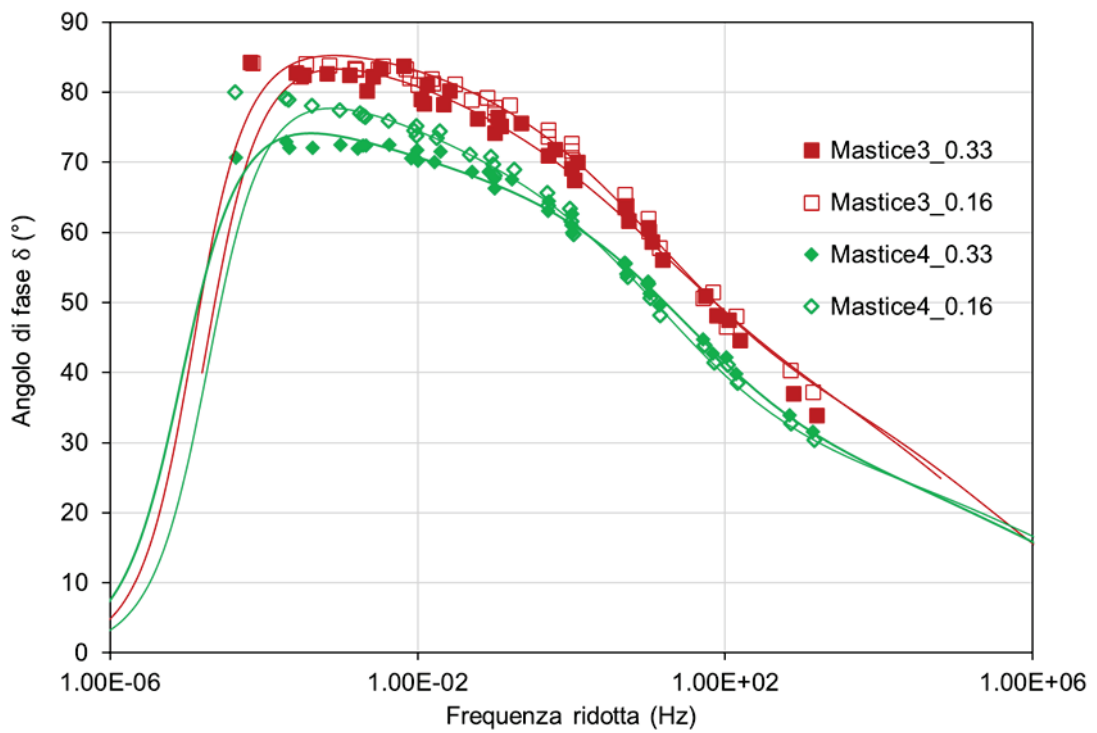
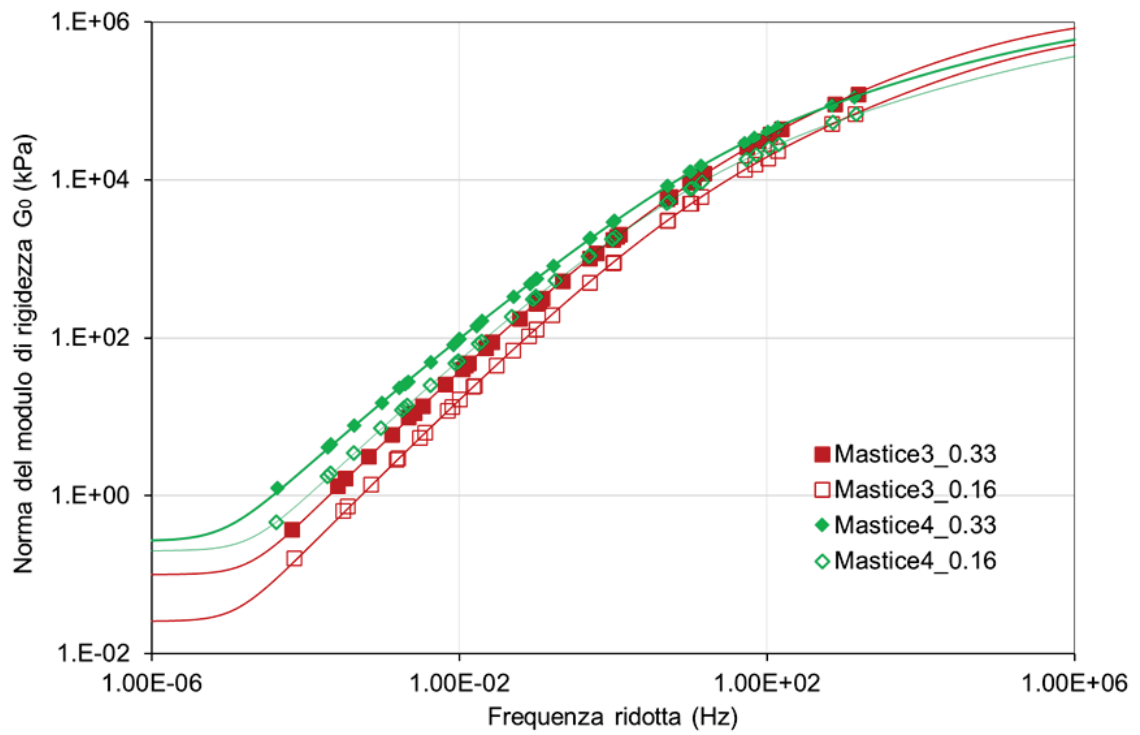
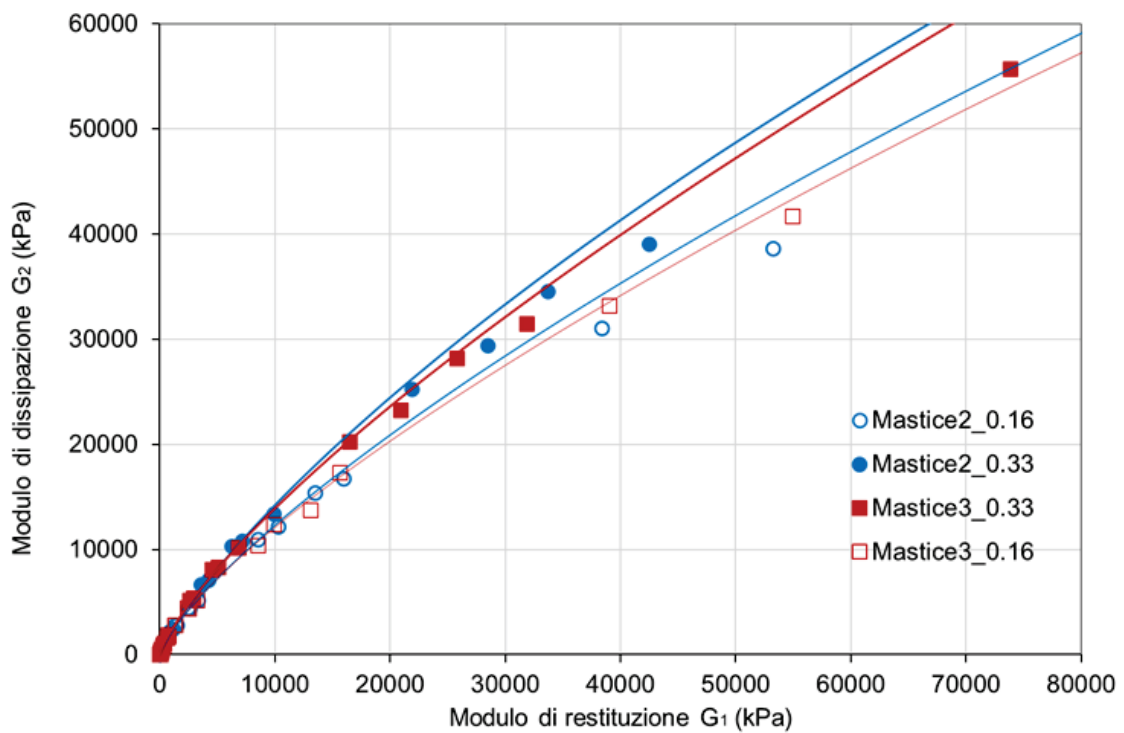
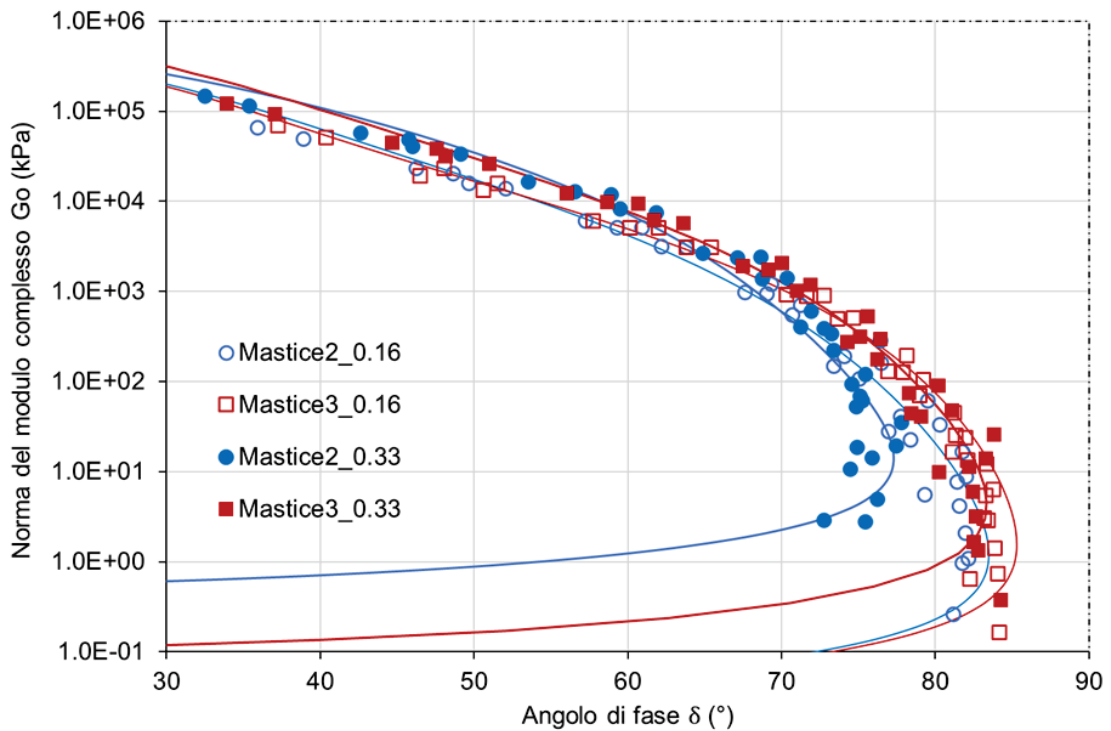


Figura 97 Confronto del tipo di emulsione nei mastici 3 e 4 su Black Space, Cole-Cole e curve maestre.

A5 Effetto del tipo di filler (a parità di emulsione)

A.5.1 Mastice 2 vs Mastice 3



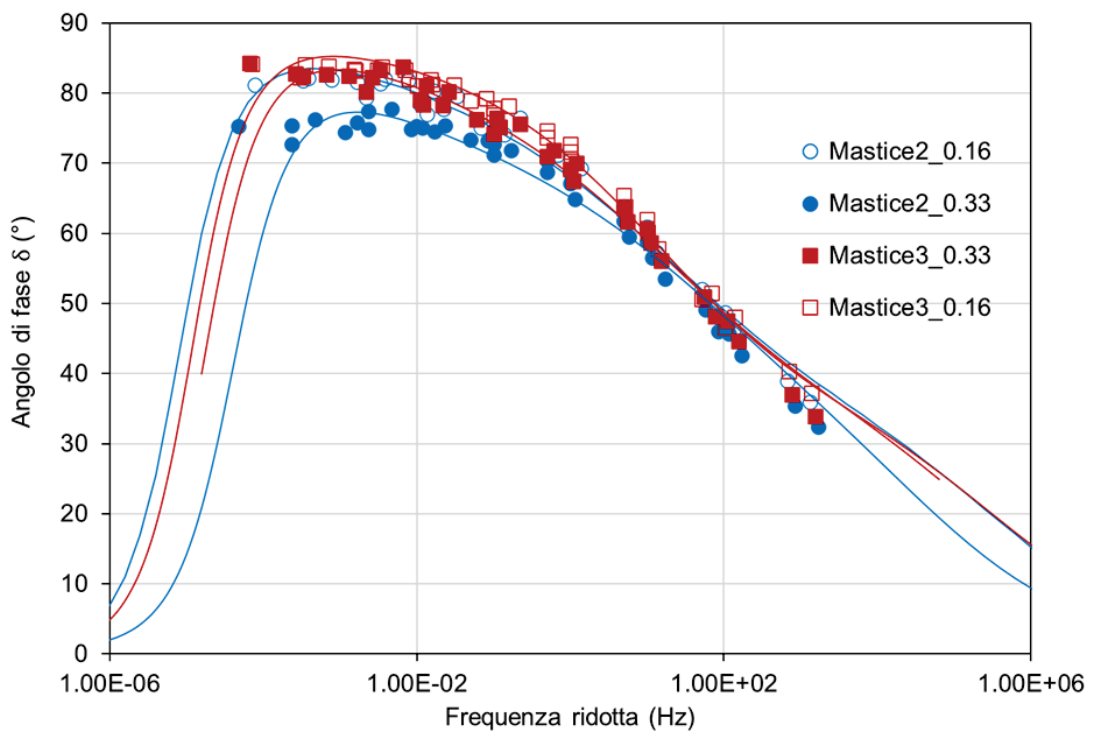
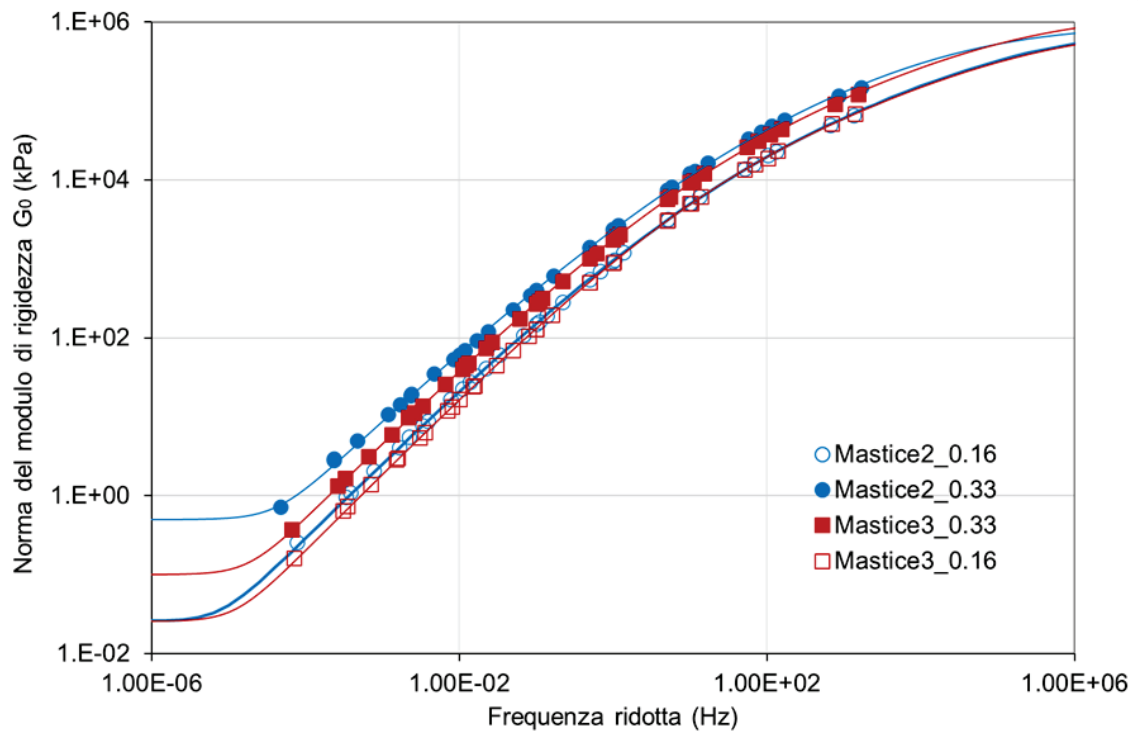
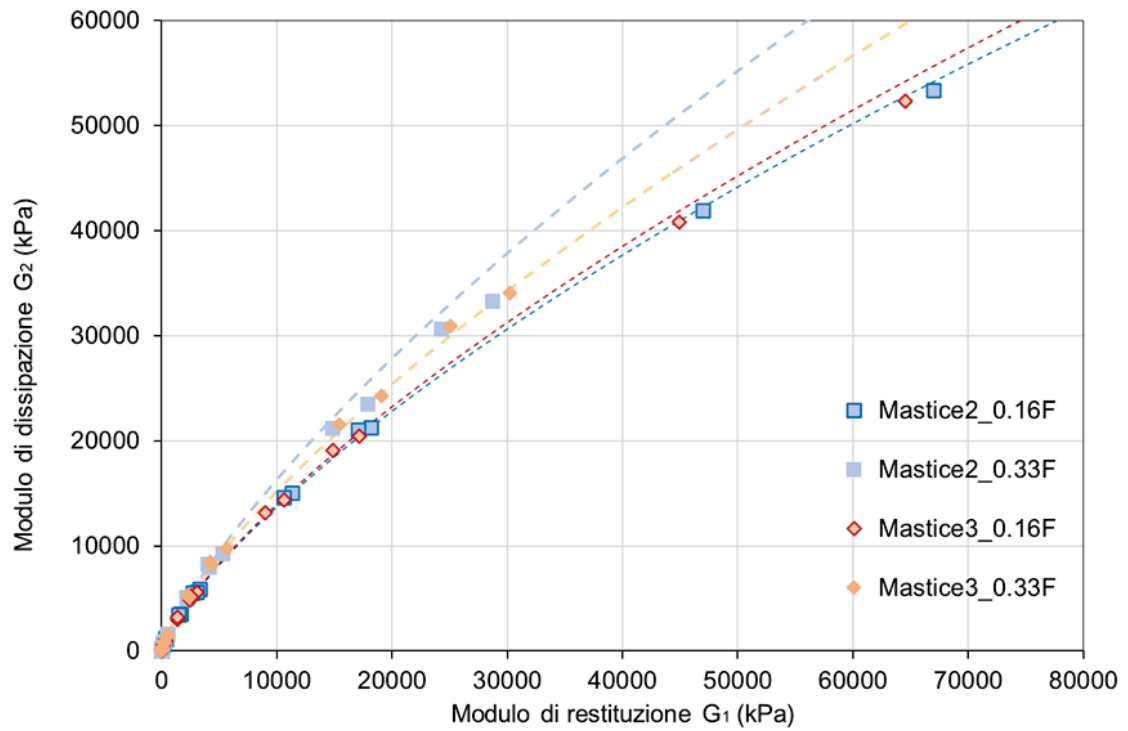
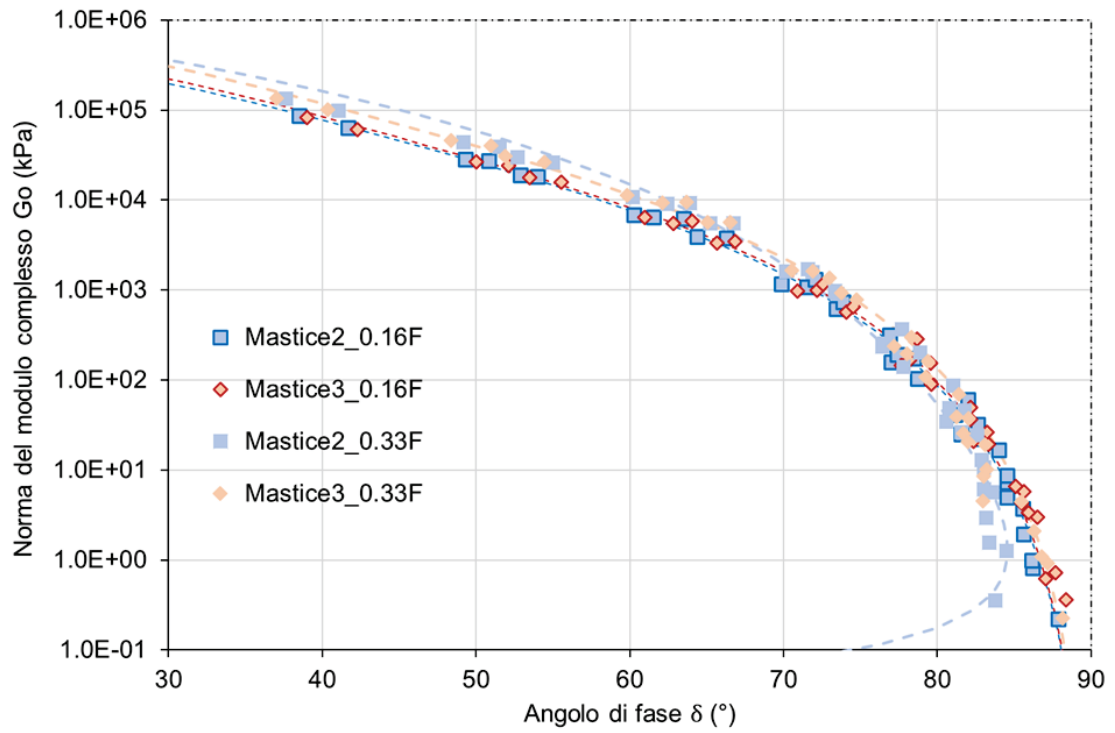


Figura 98 Confronto del tipo di filler nei mastici 2 e 3 su Black Space, Cole-Cole e curve maestre.

A.5.2 Mastice 2F vs Mastice 3F



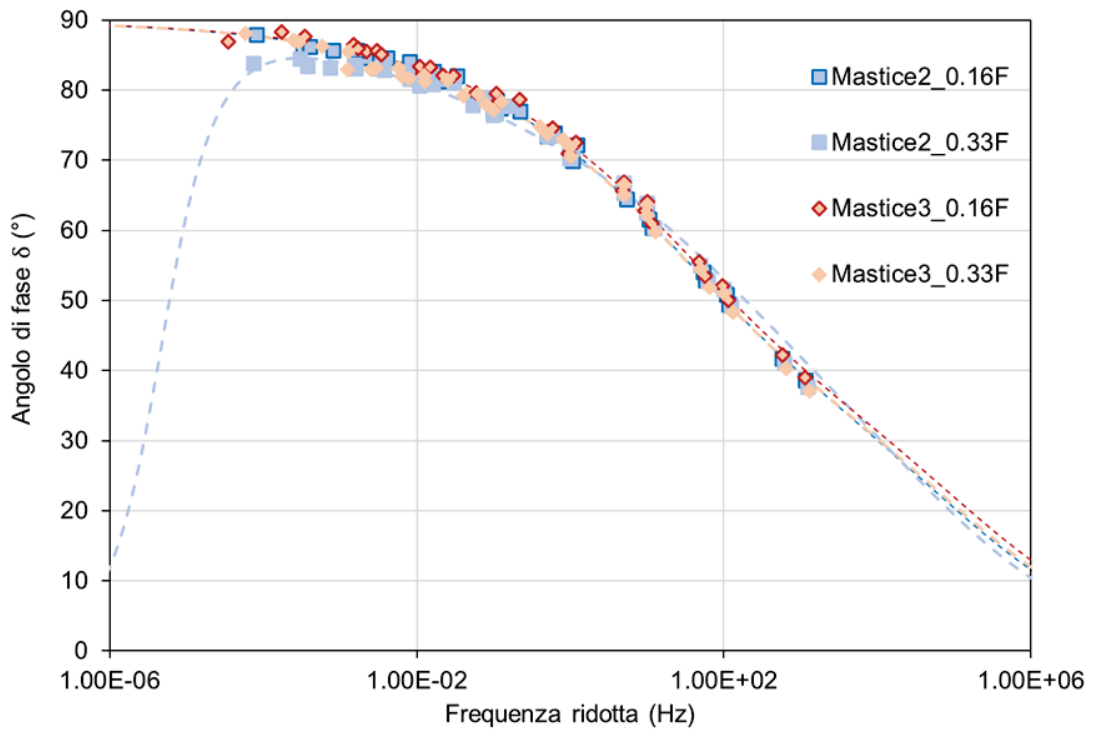
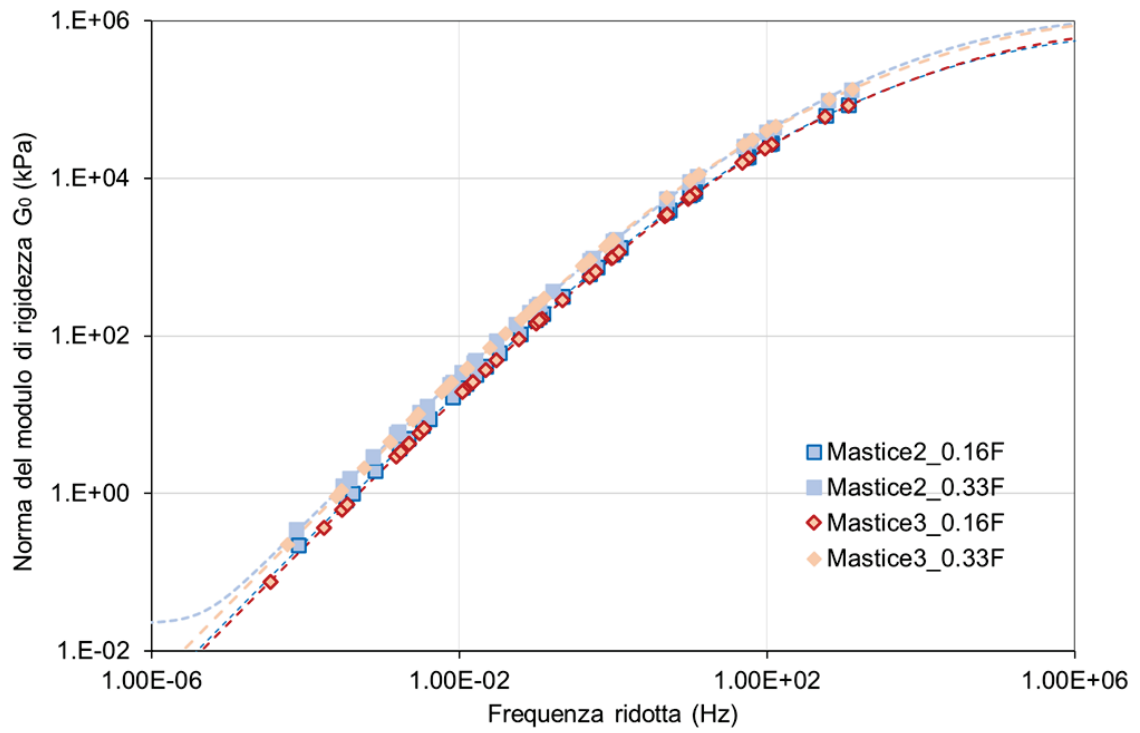
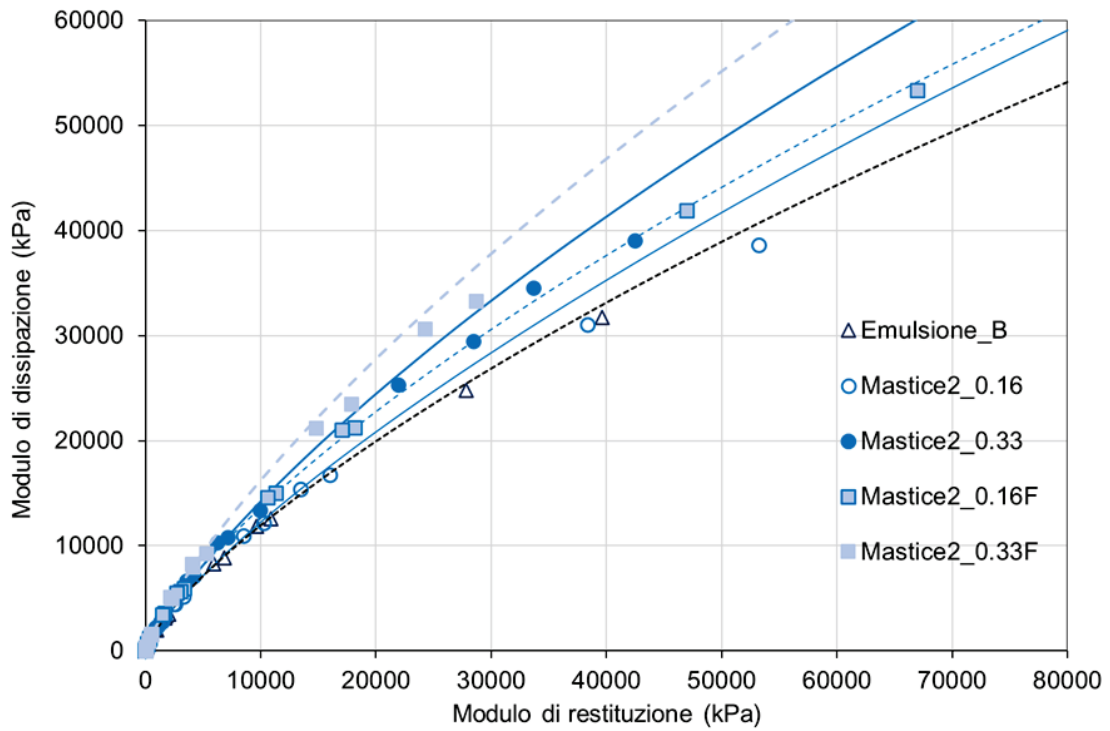
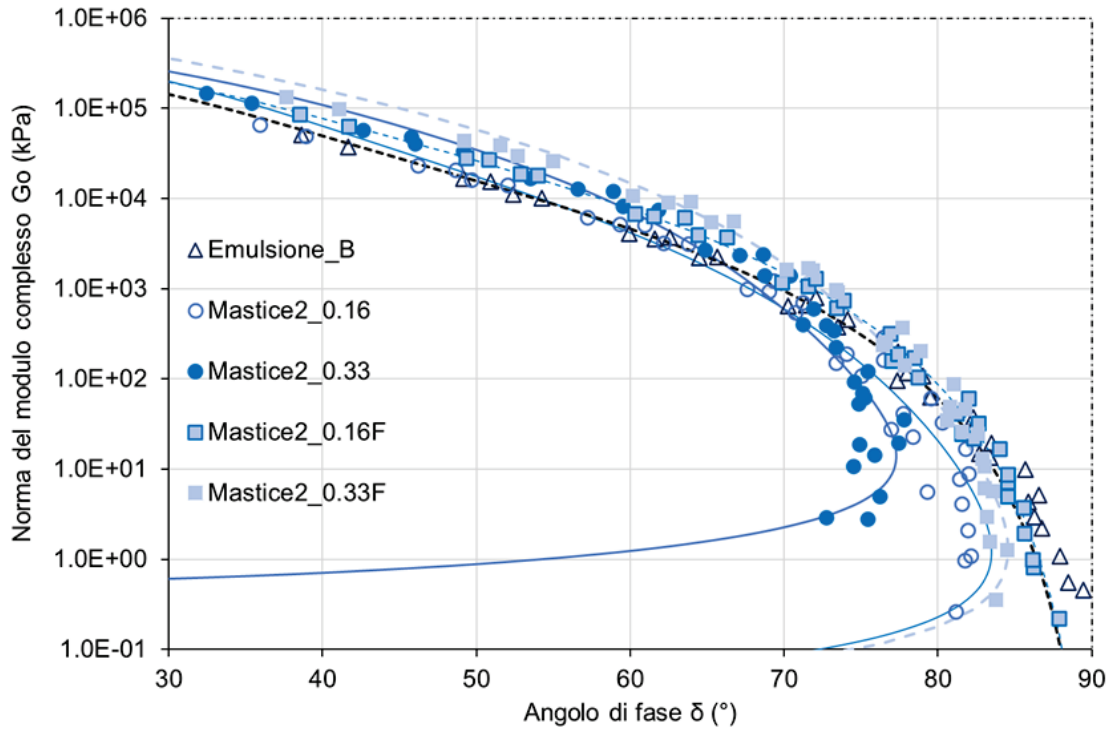


Figura 99 Confronto del tipo di filler nei mastici 2F e 3F su Black Space, Cole-Cole e curve maestre.

A6 Effetto del cemento

A.6.1 Mastice 2 vs Mastice 2F



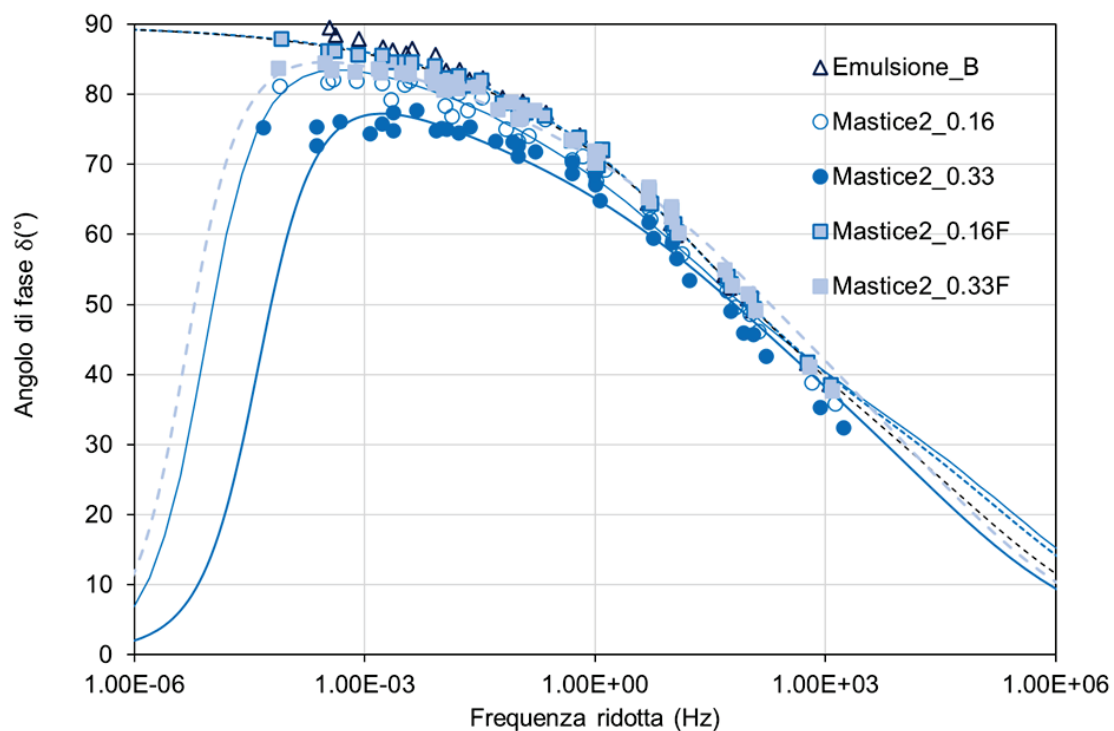
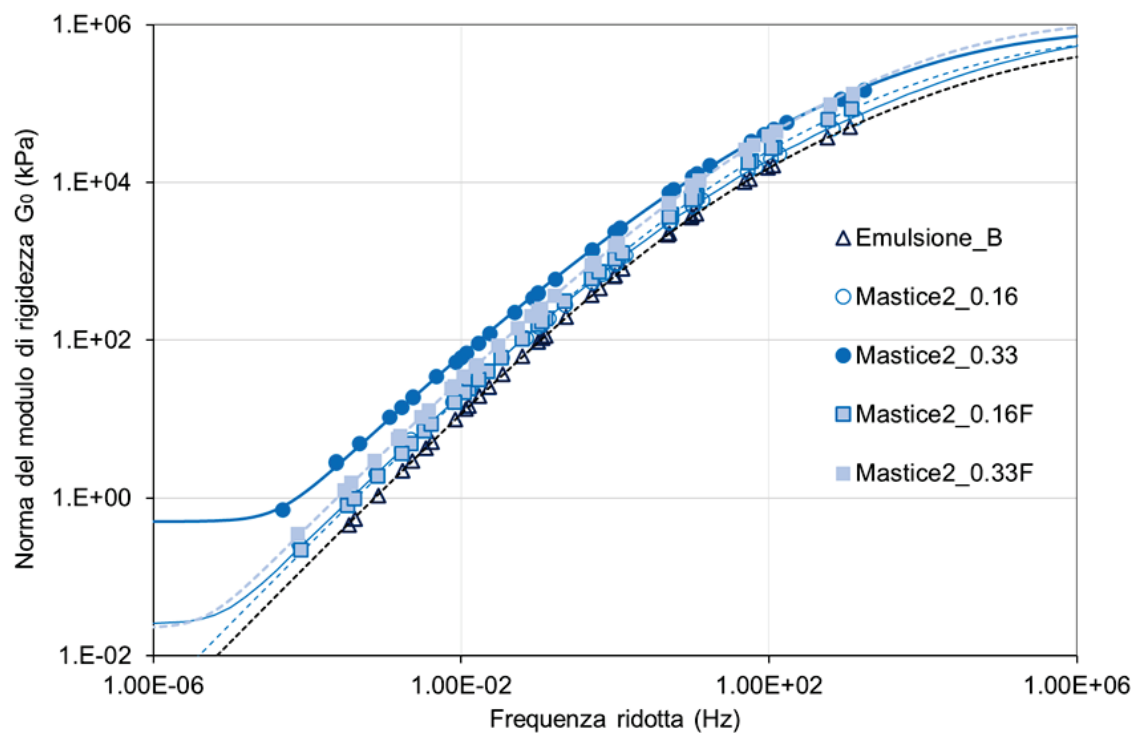
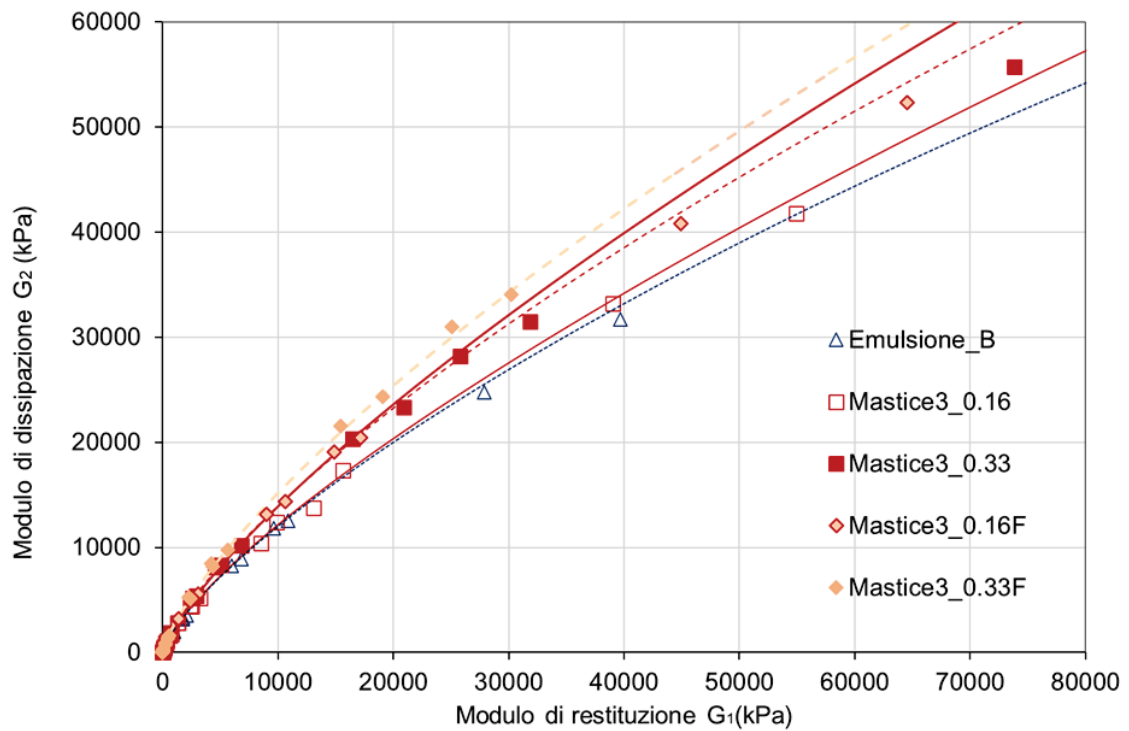
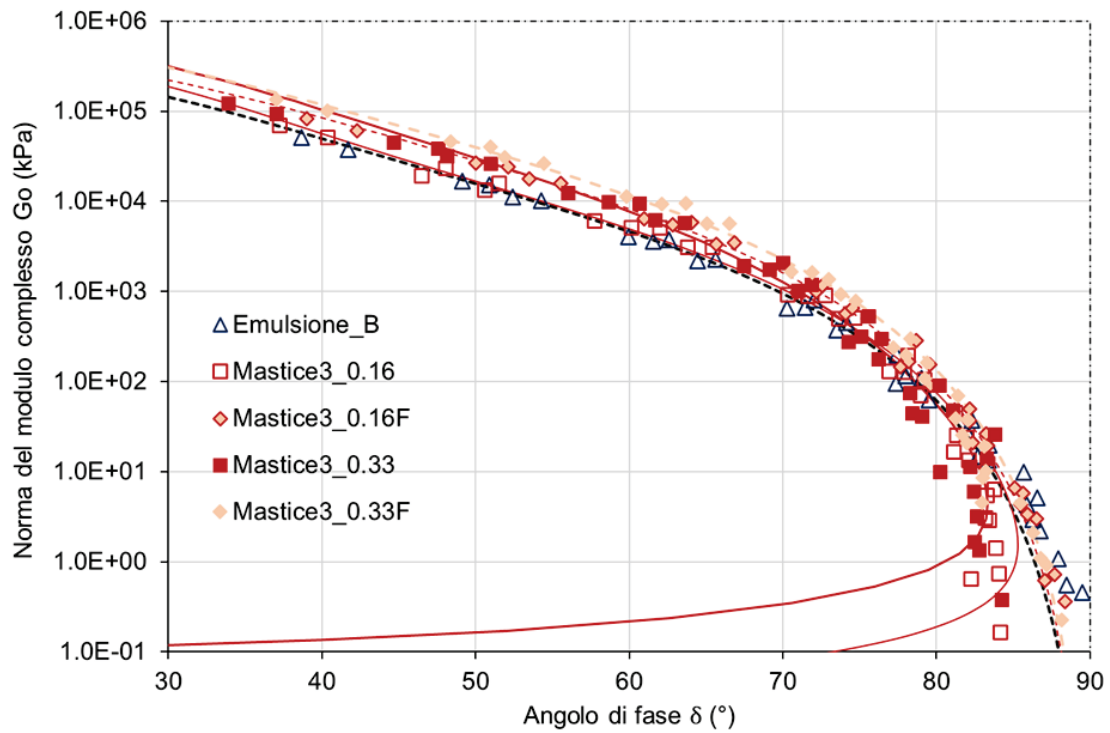


Figura 100 Effetto del cemento nel confronto dei Mastici 2 e 2F su Black Space, Cole-Cole e curve maestre.

A.6.2 Mastice 3 vs Mastice 3F



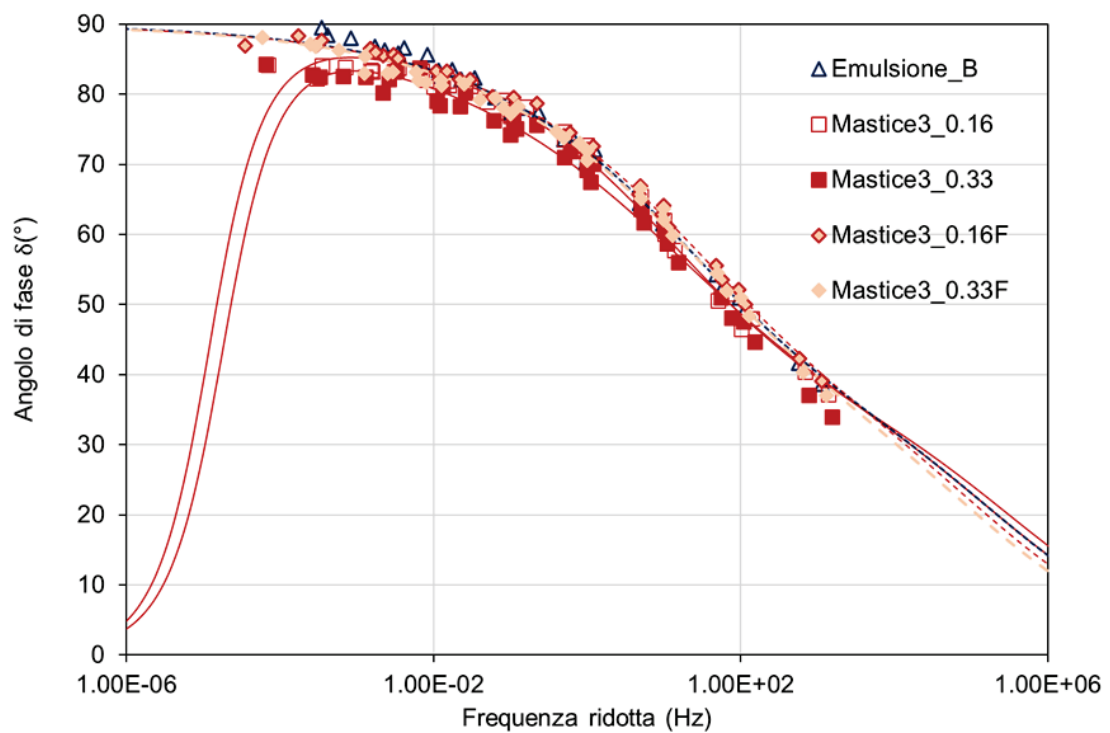
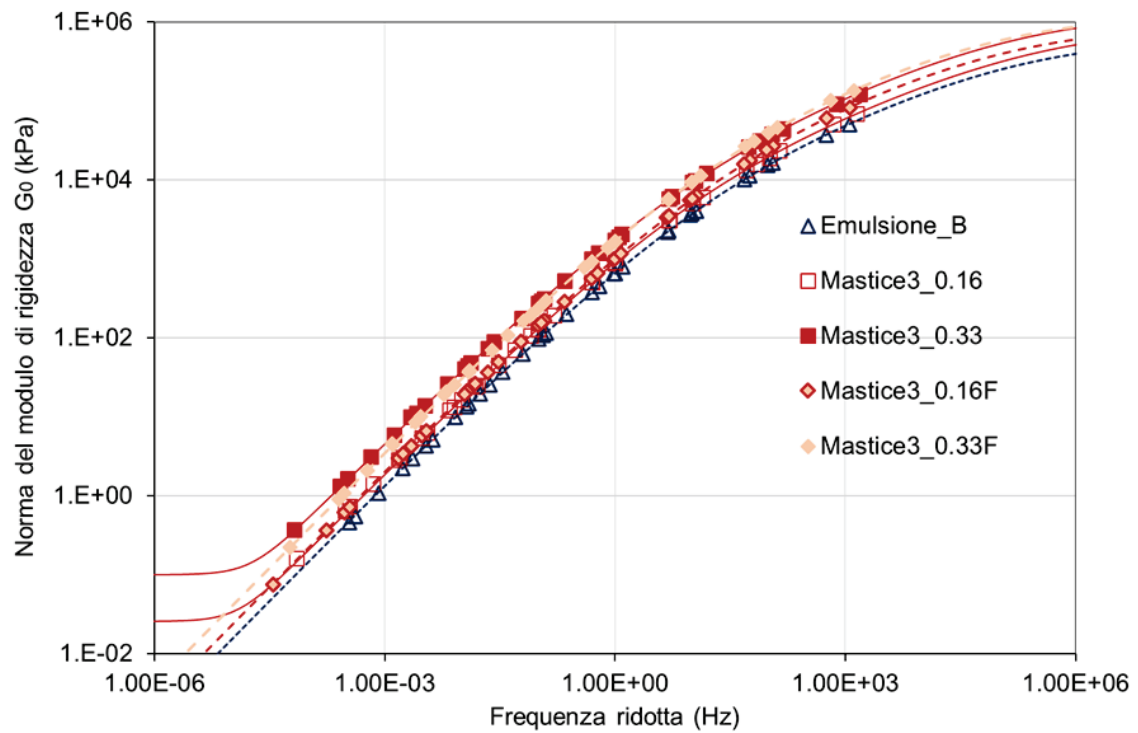


Figura 101 Effetto del cemento nel confronto dei Mastici 3 e 3F su Black Space, Cole-Cole e curve maestre.