

ALMA MATER STUDIORUM - UNIVERSITÀ DI BOLOGNA

FACOLTÀ DI INGEGNERIA

Corso di Laurea in Ingegneria Civile

DICAM

Dipartimento di Ingegneria Civile, Ambientale e dei Materiali

TESI DI LAUREA

in Costruzione di Strade, Ferrovie ed Aeroporti LS

**STUDIO DELLE PROPRIETÀ REOLOGICHE
DI LEGANTI BITUMINOSI MODIFICATI AD
“ALTA LAVORABILITÀ” MEDIANTE
DYNAMIC SHEAR RHEOMETER**

Tesi di Laurea di:

LUCA MARTELLI

Relatore:

Chiar.mo Prof. Ing. GIULIO DONDI

Correlatori:

Dott. Ing. FRANCESCO PETRETTO

Dott. Ing. MATTEO PETTINARI

Anno Accademico 2009/2010

Sessione III

INDICE

| | | |
|---|-------------|----|
| Introduzione | <i>pag.</i> | 1 |
| Capitolo 1: La reologia del bitume | | |
| 1.1 INTRODUZIONE | <i>pag.</i> | 5 |
| 1.2 PRINCIPI REOLOGICI DEI BITUMI | <i>pag.</i> | 6 |
| 1.3 EQUAZIONI COSTITUTIVE | <i>pag.</i> | 7 |
| 1.3.1 Modelli viscoelastici | <i>pag.</i> | 8 |
| 1.3.2 Modelli viscoelastici lineari | <i>pag.</i> | 11 |
| 1.3.2.1 Modello viscoelastico lineare di Maxwell | <i>pag.</i> | 11 |
| 1.3.2.2 Modello viscoelastico lineare di Kelvin-Voight | <i>pag.</i> | 12 |
| 1.3.3 Il numero di Deborah | <i>pag.</i> | 13 |
| 1.3.4 Il modello di Burger | <i>pag.</i> | 15 |
| 1.4.3 Le prove in regime oscillatorio | <i>pag.</i> | 17 |
| 1.4 RAPPRESENTAZIONE DEI DATI NELLE PROVE IN REGIME OSCILLATORIO LINEARE | <i>pag.</i> | 21 |
| 1.4.1 Principio di sovrapposizione tempo-temperatura (TTS) | <i>pag.</i> | 21 |
| 1.4.2 Master Curve | <i>pag.</i> | 24 |
| 1.4.3 Piano di Black | <i>pag.</i> | 28 |
| 1.4.4 Piano di Cole-Cole | <i>pag.</i> | 28 |
| 1.5 ZERO-SHEAR VISCOSITY | <i>pag.</i> | 30 |
| Capitolo 2: Il bitume | | |
| 2.1 INTRODUZIONE | <i>pag.</i> | 35 |
| 2.2 IL BITUME E LE SUE CARATTERISTICHE | <i>pag.</i> | 36 |
| 2.3 PROCESSI PRODUTTIVI DEI BITUMI TRADIZIONALI | <i>pag.</i> | 38 |
| 2.3.1 La distillazione frazionata | <i>pag.</i> | 39 |
| 2.3.2 Trattamento termico dei residui | <i>pag.</i> | 41 |

| | | | |
|-------|--|-------------|----|
| 2.3.3 | Produzione per sintesi o ricostruzione | <i>pag.</i> | 42 |
| 2.3.4 | L'ossidazione | <i>pag.</i> | 44 |
| 2.4 | COSTITUZIONE CHIMICA | <i>pag.</i> | 45 |
| 2.4.1 | Composizione elementare e classi dei composti | <i>pag.</i> | 45 |
| 2.4.2 | Metodi di frazionamento | <i>pag.</i> | 48 |
| 2.4.3 | Paraffine | <i>pag.</i> | 54 |
| 2.4.4 | Proprietà e funzioni dei componenti del bitume | <i>pag.</i> | 55 |
| 2.4.5 | Struttura e comportamento del bitume | <i>pag.</i> | 56 |
| 2.5 | L'INVECCHIAMENTO DEL BITUME | <i>pag.</i> | 59 |

Capitolo 3: Materiali

| | | | |
|---------|---|-------------|----|
| 3.1 | INTRODUZIONE | <i>pag.</i> | 65 |
| 3.2 | BITUMI MODIFICATI | <i>pag.</i> | 65 |
| 3.2.1 | Polimeri impiegati per la modifica dei bitumi | <i>pag.</i> | 68 |
| 3.2.1.1 | Stirene-Butadiene-Stirene (SBS) | <i>pag.</i> | 70 |
| 3.3 | CONGLOMERATI BITUMINOSI CON BITUMI MODIFICATI | <i>pag.</i> | 75 |
| 3.3.1 | Warm Mix Asphalt | <i>pag.</i> | 75 |
| 3.3.2 | Rubber Asphalt | <i>pag.</i> | 80 |
| 3.4 | LE CERE | <i>pag.</i> | 83 |
| 3.4.1 | Sasobit | <i>pag.</i> | 85 |
| 3.5 | MATERIALI TESTATI | <i>pag.</i> | 86 |
| 3.5.1 | Bitume tradizionale 70/100 dmm | <i>pag.</i> | 86 |
| 3.5.2 | Drenoval Hard M | <i>pag.</i> | 87 |
| 3.5.3 | Lowval | <i>pag.</i> | 89 |
| 3.5.4 | Lowval HM 40 | <i>pag.</i> | 90 |

Capitolo 4: Configurazione dei test per l'indagine sperimentale

| | | | |
|-------|--------------------|-------------|----|
| 4.1 | INTRODUZIONE | <i>pag.</i> | 93 |
| 4.2 | PROVE TRADIZIONALI | <i>pag.</i> | 95 |
| 4.2.1 | Densità | <i>pag.</i> | 95 |

| | | | |
|-------|-------------------------------------|-------------|-----|
| 4.2.2 | Penetrazione | <i>pag.</i> | 96 |
| 4.2.3 | Punto di Rammollimento | <i>pag.</i> | 98 |
| 4.2.4 | Punto di Rottura Fraass | <i>pag.</i> | 100 |
| 4.2.5 | Duttilità | <i>pag.</i> | 101 |
| 4.2.6 | Viscosità | <i>pag.</i> | 102 |
| 4.3 | PROVE REOLOGICHE | <i>pag.</i> | 103 |
| 4.3.1 | Dynamic Shear Rheometer (DSR) | <i>pag.</i> | 103 |
| 4.3.2 | Bending Beam Rheometer (BBR) | <i>pag.</i> | 107 |
| 4.3.3 | Rotational Viscometer (RV) | <i>pag.</i> | 110 |
| 4.3.4 | Direct Tension Test (DTT) | <i>pag.</i> | 111 |
| 4.3.5 | Rolling Thin Film Oven Test (RTFOT) | <i>pag.</i> | 113 |
| 4.3.6 | Pressure Ageing Vessel (PAV) | <i>pag.</i> | 117 |
| 4.4 | PERFORMANCE GRADE | <i>pag.</i> | 118 |
| 4.5 | IL REOMETRO RT10 | <i>pag.</i> | 122 |

Capitolo 5: Analisi dei risultati

| | | | |
|---------|-----------------------------------|-------------|-----|
| 5.1 | INTRODUZIONE | <i>pag.</i> | 129 |
| 5.2 | PREPARAZIONE DEI LEGANTI | <i>pag.</i> | 129 |
| 5.3 | INVECCHIAMENTO DEL BITUME | <i>pag.</i> | 132 |
| 5.4 | PREPARAZIONE DEI PROVINI | <i>pag.</i> | 133 |
| 5.5 | PROVE CON DYNAMIC SHEAR RHEOMETER | <i>pag.</i> | 134 |
| 5.5.1 | Procedura di prova | <i>pag.</i> | 134 |
| 5.5.1.1 | Calibrazione dello strumento | <i>pag.</i> | 135 |
| 5.5.1.2 | Termostatazione del provino | <i>pag.</i> | 136 |
| 5.5.1.3 | Misurazione in frequency sweep | <i>pag.</i> | 139 |
| 5.5.1.4 | Misurazione in stress sweep | <i>pag.</i> | 140 |
| 5.6 | MASTER CURVE | <i>pag.</i> | 142 |
| 5.6.1 | Shift Factors | <i>pag.</i> | 142 |
| 5.6.2 | Master Curve pre RTFOT | <i>pag.</i> | 144 |
| 5.6.3 | Master Curve post RTFOT | <i>pag.</i> | 150 |
| 5.6.4 | Master Curve Lowval vs Hard M | <i>pag.</i> | 156 |

| | |
|--|-----------------|
| 5.7 ZERO-SHEAR VISCOSITY | <i>pag.</i> 157 |
| 5.7.1 Viscosità per prove in regime oscillatorio sinusoidale | <i>pag.</i> 160 |
| 5.7.2 Risultati sperimentali: Zero-Shear Viscosity | <i>pag.</i> 163 |
| | |
| Capitolo 6: Conclusioni | |
| 6.1 CONCLUSIONI | <i>pag.</i> 173 |
| | |
| Allegato A | <i>pag.</i> 179 |
| | |
| Allegato B | <i>pag.</i> 185 |
| | |
| Bibliografia | <i>pag.</i> 193 |
| | |
| Ringraziamenti | <i>pag.</i> 197 |

Parole chiave:

Bitumi ad "alta lavorabilità"

Reologia

Dynamic Shear Rheometer

Master Curve

Zero-Shear Viscosity

INTRODUZIONE

Oggi giorno le sovrastrutture stradali sono sottoposte all'azione continua ed ammalorativa esercitata dal traffico e dall'ambiente, ciò si riflette a lungo termine, e saltuariamente anche nel breve, a frequenti manifestazioni di fenomeni di deformazione permanente, frattura e danneggiamento delle pavimentazioni flessibili. Il comportamento delle sovrastrutture stradali è influenzato dalla distribuzione granulometrica, dalle caratteristiche degli aggregati, dalle condizioni di mix design e in particolar modo dalle proprietà del legante. Proprio per questo motivo lo studio reologico dei bitumi è da tempo oggetto di ricerca e studio da parte della comunità scientifica dell'ingegneria stradale. Con il termine reologia si intende la scienza che studia le relazioni sforzo-deformazione nei corpi, permettendo così di prevedere, ai fini pratici, il comportamento del materiale sotto determinate condizioni di utilizzo.

In questo contesto i bitumi modificati trovano largo impiego in quanto possono apportare significati miglioramenti delle caratteristiche meccaniche e di durabilità delle pavimentazioni. È pertanto indispensabile che l'impiego dei leganti modificati sia preceduto da un'analisi appropriata delle proprietà reologiche che ne permetta una adeguata classificazione in relazione con il tipo di utilizzazione prevista. Grazie ai test di tipo reologico è possibile analizzare i leganti secondo la teoria della viscoelasticità che simula le reali condizioni di carico in esercizio del bitume, cosa che le prove di caratterizzazione convenzionali non sono in grado di soddisfare. In quanto è noto che il bitume varia la propria risposta alle sollecitazioni a seconda della temperatura di esercizio, passando da un comportamento elastico alle basse temperature o per elevate velocità di applicazione del carico ad un comportamento viscoplastico alle alte temperature o per basse velocità.

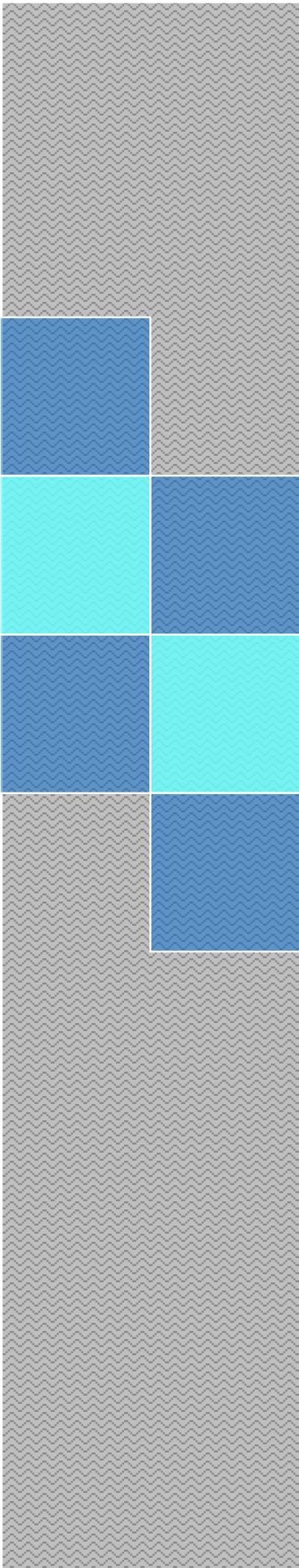
Nel presente elaborato sono esposti i risultati dell'indagine sperimentale riguardante la caratterizzazione delle proprietà reologiche di quattro bitumi sia additivati con polimeri che tal quali. I materiali analizzati sono stati un bitume tradizionale con grado di penetrazione 70/100 dmm, un Drenoval Hard M con il 5,5% di modifica con polimeri SBS e due aventi lo stesso tipo di modifica, 4,5%

di polimero SBS e 2% di additivo, ma diverso grado di penetrazione del bitume iniziale. La caratterizzazione reologica dei leganti è stata effettuata con il reometro rotazionale Haake RT10 in dotazione al laboratorio centrale di analisi della società Valli Zabban S.p.A. con sede a Bologna.

In dettaglio sono stati affrontati i seguenti argomenti: nel primo capitolo vengono descritte le equazioni costitutive con cui possono essere studiati i leganti e le rappresentazioni dei dati ottenute dalle prove in regime oscillatorio. Successivamente vengono esposte le caratteristiche e la costituzione chimica del bitume. Nel terzo capitolo vengono presi in esame i conglomerati bituminosi realizzati con i bitumi modificati e i materiali utilizzati per lo svolgimento della ricerca. In seguito vengono illustrate le apparecchiature e le prove tradizionali e reologiche di laboratorio ponendo maggior attenzione ai test con Dynamic Shear Rheometer (DSR) e Rolling Thin Film Oven Test (RTFOT) utilizzati nella tesi. Infine sono presentati i risultati delle prove e la loro interpretazione in termini di caratteristiche prestazionali.

Capitolo 1

La reologia del bitume



1.1 INTRODUZIONE

Il termine “reologia” fu coniato nel 1929 negli USA dal Professor E.C.Bingham il quale per primo impiegò questa parola dalla chiara semantica greca per descrivere il comportamento meccanico di materiali che non obbedivano alle classiche leggi della viscosità e dell’elasticità introdotte da Newton e Hooke nel diciottesimo secolo. Nel diciannovesimo secolo, studiando le deformazioni ed il fluire di taluni materiali, alcuni scienziati si resero conto che questi erano in grado di esibire nel contempo sia le proprietà tipiche dei liquidi, sia quelle dei solidi, in ragione delle condizioni di prova cui erano sottoposti. Con lo sviluppo nel ventesimo secolo di un’ampia varietà di materiali sintetici, si è manifestata agli studiosi l’opportunità di dare vita ad una nuova branca della Fisica che si occupasse di definire il comportamento fisico di tali materiali.

La reologia è quindi la scienza che studia le relazioni sforzo-deformazione nei corpi, permettendo così di prevedere, ai fini pratici, il comportamento di un materiale sotto determinate condizioni di utilizzo. Qualsiasi prodotto, compresi quelli dei quali facciamo quotidianamente uso, deve presentare caratteristiche adeguate a tutte le fasi del processo produttivo attraverso il quale giunge al consumatore e deve avere una durata nel tempo accettabile per l’uso al quale è destinato. Basta pensare ad un lubrificante per motori: deve essere abbastanza fluido da poter essere aspirato dalla pompa, ma non tanto da lasciare scoperta la superficie dei pistoni, mantenendo inoltre inalterate le sue caratteristiche per lungo tempo.

Un bitume per pavimentazione stradale deve poter essere facilmente miscelato al materiale litoide per ottenere una miscela adatta alla stesa, ma allo stesso tempo deve poter resistere alle sollecitazioni del traffico stradale senza deteriorarsi. Nell’industria alimentare, cosmetica o farmaceutica, si presentano problemi reologici non trascurabili: per esempio una crema o una pomata deve poter essere spalmata facilmente ma non deve essere tanto liquida da colare. Come si può capire da questi esempi il campo di applicazione degli studi reologici è vastissimo, poiché ogni materiale, soggetto a sforzi di varia natura, risponde con un comportamento diverso.

1.2 PRINCIPI REOLOGICI DEI BITUMI

Rigorosamente, a livello teorico, tutti i materiali presentano una risposta di tipo viscoelastico alle sollecitazioni imposte. Nei polimeri, sopra la temperatura di transizione vetrosa T_g , tale comportamento è dominante; i bitumi, specialmente quelli modificati sono assimilabili, in termini di proprietà reologiche, a polimeri di basso peso molecolare: sono viscoelastici (con carattere prevalentemente solido) a temperatura ambiente e viscosi (cioè a carattere prevalentemente liquido) ad alta temperatura.

Si può fornire la descrizione del comportamento dei leganti bituminosi secondo la rappresentazione di F.Olard per la quale, a seconda dell'ampiezza della deformazione e della temperatura di prova per una data frequenza, si possono verificare diversi domini reologici per uno stesso materiale. La rappresentazione, seppur di carattere qualitativo, è utile per individuare le varie nature del comportamento del bitume con riferimento alle condizioni di impiego in cui esso si trova.

Dal grafico della figura 1.1 si possono identificare i seguenti elementi:

- I domini fragili e duttili per i quali è possibile misurare i valori delle tensioni a rottura σ_p
- La rottura fragile, caratterizzata dalla Tenacità di Frattura K_c
- Il campo lineare elastico, caratterizzato dai moduli E e G
- Il dominio viscoelastico, caratterizzato dai moduli complessi E^* e G^*
- Il campo puramente viscoso (Newtoniano), caratterizzato dalla viscosità dinamica η
- Il campo non lineare, caratterizzato da deformazioni significative

In questo capitolo sono illustrate le proprietà viscoelastiche dei materiali ed i metodi sperimentali con i quali tali proprietà possono essere determinate. In particolare si fa riferimento all'analisi dinamica in regime oscillatorio, utilizzata nel corso di questa tesi per studiare le proprietà meccaniche dei bitumi modificati.

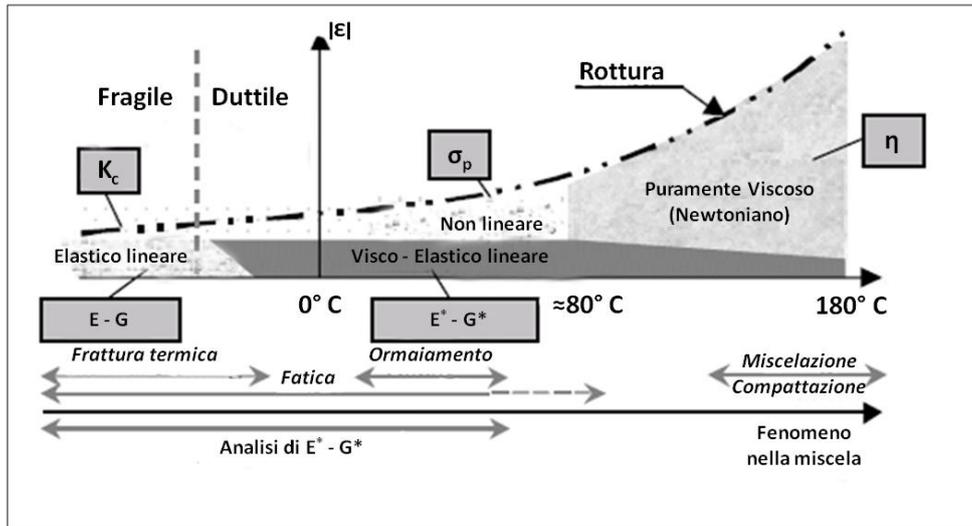


Fig.1.1 – Comportamenti tipici osservati sui bitumi al variare della temperatura e delle deformazioni specifiche

1.3 EQUAZIONI COSTITUTIVE

L'analisi della risposta meccanica, che nei corpi ideali o reali consegue all'applicazione di una forza, identifica l'esistenza di due sistemi meccanici fondamentali:

- Il solido elastico
- Il fluido viscoso

Il primo caso rappresenta una condizione in cui, nel corpo soggetto a carico, non è identificabile uno scorrimento indefinito ma al contrario è chiara ed univoca la configurazione deformativa associata a quella precisa condizione di carico.

Il secondo caso invece identifica un materiale che, caricato, lentamente o velocemente scorre e che conseguentemente non ammette uno stato deformato definito ma al contrario è soggetto ad un moto deformativo per descrivere il quale non è possibile prescindere dall'identificazione del ruolo del tempo. Tali concezioni sono raramente riscontrabili in fenomeni reali e pertanto sono riconducibili esclusivamente a comportamenti ideali. Qualora l'analisi richieda rispetto di condizioni reali e rigore scientifico nella trattazione, si giungerà pertanto sempre alla definizione di relazioni fra sforzi e deformazioni

complesse e parzialmente dipendenti dal tempo, nelle quali contributi elastici e viscosi coesistono e secondo le quali si definisce l'esistenza di corpi, solidi e liquidi, viscoelastici.

1.3.1 Modelli viscoelastici

Il bitume, se fosse un solido perfettamente elastico, sarebbe rappresentabile con la cosiddetta molla di Hooke (modello di elasticità lineare), in cui la tensione applicata è direttamente proporzionale alla deformazione secondo una costante elastica.

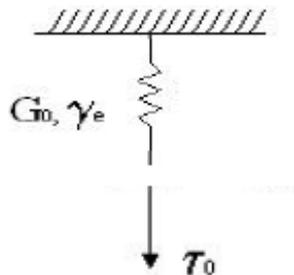


Fig.1.2 – Solido elastico lineare, modello meccanico equivalente

Le notazioni della figura 1.2 si riferiscono ad azioni di taglio per cui τ_0 è la tensione applicata γ_e è la deformazione e G_0 è la costante elastica della molla, ovvero il modulo di rigidezza a taglio del materiale.

Per il solido lineare elastico, la legge generalizzata di Hooke restituisce l'equazione costitutiva:

$$\sigma_{ij} = K_{ijhk} \cdot \varepsilon_{hk} \quad (\text{eq.1.1})$$

Con:

σ_{ij} = tensore degli sforzi

ε_{hk} = il tensore delle deformazioni

K_{ijhk} è la matrice delle rigidezze

In questo caso una sollecitazione imposta provoca una deformazione che si sviluppa in modo istantaneo ed indipendente dal tempo.

Al cessare della tensione tutta la deformazione sarà recuperata sempre in modo istantaneo, e ciò significa che l'energia spesa per ottenere la deformazione viene totalmente restituita.

L'energia di deformazione ed il lavoro speso per la deformazione dipendono solo dagli stati iniziale e finale e definiscono l'esistenza di un differenziale esatto e di un corrispondente potenziale elastico diretto Φ tale che [1]:

$$\sigma_x = \frac{\partial \phi}{\partial \varepsilon_x} \quad (\text{eq.1.2})$$

Nelle applicazioni ingegneristiche, diversi materiali possono essere trattati come solidi elastici quando la configurazione deformata evolve nel dominio dei piccoli spostamenti. In questo caso si associa all'elasticità anche l'ipotesi di linearità, ed il legame sforzi-deformazioni nel caso uni-assiale è rappresentato da una retta nel piano σ - ε , il cui coefficiente angolare è la costante elastica E .

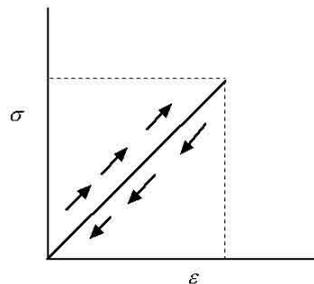


Fig.1.3 – Rappresentazione del piano σ - ε del legame costitutivo lineare elastico

La figura 1.3 mostra il percorso delle deformazioni durante un ciclo di carico e scarico, illustrando come le deformazioni vengono interamente recuperate al momento della rimozione delle forze applicate.

Per il caso di solido perfettamente elastico le equazioni tensione-deformazione sono le seguenti:

$$\sigma = E \cdot \varepsilon \quad (\text{eq.1.3})$$

$$\tau = G \cdot \gamma \quad (\text{eq.1.4})$$

Il bitume, se fosse un fluido perfettamente viscoso, sarebbe rappresentabile con lo smorzatore viscoso di Newton (modello di viscosità lineare), in cui la tensione è direttamente proporzionale alla velocità di deformazione secondo un coefficiente detto di viscosità dinamica, che rappresenta la resistenza opposta da un materiale ad un gradiente di deformazione, e dipende dalla struttura fisico-chimica del materiale, dalla temperatura, dalla pressione, dal gradiente di velocità, dal tempo e dalla tensione elettrica.

In figura 1.4 si illustra il modello meccanico equivalente del fluido viscoso dove η_0 è il coefficiente di viscosità del dissipatore.

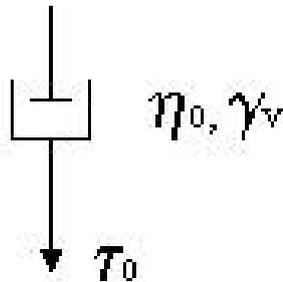


Fig.1.4 – Liquido viscoso, modello meccanico equivalente

Al cessare della tensione la deformazione non verrà recuperata in modo alcuno, ovvero l'energia spesa per ottenere la deformazione viene completamente dissipata. L'equazione tensione-deformazione è la seguente:

$$\tau = \eta \cdot \frac{dV}{dy} = \eta \cdot \frac{d\gamma}{dt} = \eta \cdot \dot{\gamma} \quad (\text{eq.1.5})$$

Con:

τ = sforzo tangenziale applicato

V = velocità con cui il corpo (fluido) si deforma sotto l'azione della tensione τ

y = direzione del gradiente di velocità

γ = deformazione angolare

η = viscosità, la quale rappresenta il coefficiente di proporzionalità fra carico e velocità di deformazione (scorrimento)

Nel caso del fluido viscoso, il fattore principale non è la sollecitazione, che contribuisce alla deformazione determinandone la velocità di evoluzione, ma il tempo, che invece regola l'entità stessa delle deformazioni e ne definisce lo stato finale. Sollecitazioni anche di piccolissima entità possono portare a stati deformativi rilevanti in virtù del tempo di applicazione. Al contrario sollecitazioni di straordinaria entità possono, se applicate in modo istantaneo, non produrre alcun effetto e lasciare inalterato il materiale. Non appena il tempo di applicazione diviene diverso da zero, le deformazioni che avvengono nel corpo viscoso sono deformazioni conseguenti a stati di scorrimento interno di natura dissipativi e perciò non reversibili.

L'energia di deformazione derivante dal lavoro speso dalle forze per deformare il corpo deve essere considerata come un'energia dissipata, non più disponibile al termine dell'applicazione del carico. Come conseguenza di tale assunzione si assume che la configurazione deformata, in cui il fluido viscoso perviene in seguito al carico, deve considerarsi come una configurazione permanente mentre la configurazione iniziale, che il corpo presentava prima dell'applicazione della forza, deve considerarsi non recuperabile.

1.3.2 Modelli viscoelastici lineari

1.3.2.1 Modello viscoelastico lineare di Maxwell

Nel caso del corpo di Maxwell, molla e dissipatore sono collegati in serie, ciò equivale a dire che la tensione è la stessa nei due elementi e che lo spostamento totale del modello (deformazione del corpo) risulta dalla somma dei relativi spostamenti (figura 1.5). In questo modello l'energia spesa per ottenere la deformazione viene in parte restituita (dalla molla) ed in parte dissipata (dallo smorzatore). Le equazioni che reggono il problema sono:

$$\tau = \tau_V = \tau_e \quad (\text{eq.1.6})$$

$$\gamma = \gamma_V + \gamma_e \quad (\text{eq.1.7})$$

Ora derivando rispetto al tempo l'eq.1.7 si ottiene la soluzione del modello di Maxwell:

$$\frac{d\gamma}{dt} = \frac{\dot{\tau}(t)}{G} + \frac{\tau(t)}{\eta} \quad (\text{eq.1.8})$$

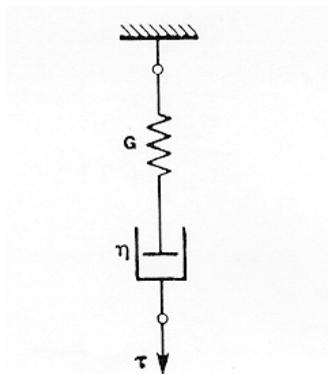


Fig.1.5 – Modello di Maxwell

Applicando un carico, per effetto della molla si nota una deformazione elastica istantanea e poi una deformazione plastica proporzionale al tempo di applicazione del carico, però al cessare della sollecitazione si ha solo il ritorno elastico della molla.

1.3.2.2 Modello viscoelastico lineare di Kelvin-Voight

Nel caso del corpo di Kelvin-Voight, molla e dissipatore sono collegati in parallelo, ciò vuol dire che lo spostamento dei due elementi è uguale mentre lo stato tensionale del corpo deriva dalla somma delle tensioni applicate a molla e dissipatore (figura 1.6).

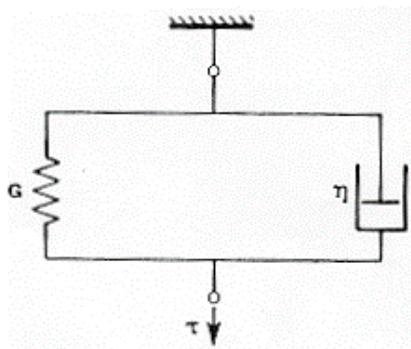


Fig.1.6 – Modello di Kelvin-Voight

In questo caso la deformazione è completamente restituita, mentre l'energia spesa per deformare il corpo, in parte è restituita ed in parte è dissipata.

Le equazioni che reggono il problema sono:

$$\gamma = \gamma_V = \gamma_e \quad (\text{eq.1.9})$$

$$\tau = G \cdot \gamma + \eta \cdot \dot{\gamma} \quad (\text{eq.1.10})$$

Derivando la (1.10) rispetto il tempo si ricava la soluzione del problema:

$$\gamma(t) = \frac{\tau_0}{G} \left(1 - e^{-\frac{G}{\eta}t} \right) \quad (\text{eq.1.11})$$

Applicando il carico si riscontra solamente la deformazione elastica ritardata, la quale viene completamente restituita, perciò questo modello che supera le mancanze del precedente non ne conserva le caratteristiche, quindi risulta non adatto a descrivere il creep del bitume.

1.3.3 Il numero di Deborah

Le idee di solido e liquido sono direttamente correlate ai concetti di elasticità e viscosità, concetti che spesso convivono in uno stesso materiale o si manifestano alternativamente a seconda delle condizioni esterne. Durata, entità e modo di carico così come temperatura ed altre condizioni fisiche influenzano i parametri meccanici anche in modo determinante rendendo inadeguata una univoca definizione di solido e liquido che, in linea di principio, non esiste [2]. Ciononostante, ragionando in termini di condizioni esterne di stress e temperatura fissate, ci si può riferire ad una scala reologica dei tempi ed allora è possibile affermare che ogni materiale scorre e mostra caratteristiche viscosive a condizione che il carico permanga per un tempo sufficientemente lungo. La definizione di solido e liquido viene allora rimandata alla definizione del numero di Deborah introdotto da Reiner:

$$D_e = \frac{\tau}{T} \quad (\text{eq 1.12})$$

Con:

T = tempo caratteristico del processo di deformazione

τ = tempo caratteristico del materiale

Il tempo τ è infinito per il solido elastico di Hooke e vale zero per il fluido viscoso di Newton. Per tutti i casi reali, τ è un valore finito e positivo, da cui discende che l'assegnazione ad un dato materiale del comportamento di solido o di liquido dipende dal suo tempo caratteristico e da quello del processo di deformazione T .

In generale si assegna l'idea di solido alle situazioni in cui il numero di Deborah assume valori elevati, al contrario un numero di Deborah ridotto identifica un materiale che in quella determinata condizione può considerarsi liquido. I materiali viscoelastici come i bitumi si comportano come solidi elastici quando soggetti a deformazioni e tensioni che si sviluppano in tempi assolutamente brevi, al contrario riflettono caratteristiche essenzialmente viscose quando il processo di deformazione è lungo. I solidi viscoelastici possono essere considerati quei materiali che nella prefissata scala temporale, soggetti ad un determinato livello di stress, non variano in modo continuo la sua forma, ovvero ad un livello di tensione corrisponde una fissata deformazione finale, che può essere o meno raggiunta in modo istantaneo. Un liquido viscoelastico invece varia in modo continuo la sua forma quando soggetto a carico, indipendentemente da quanto ridotta è l'entità della tensione applicata [2].

Il corpo viscoelastico di Maxwell rappresenta allora un liquido viscoelastico in quanto la deformazione, in condizioni di carico costante, incrementa in modo continuo in funzione del tempo e ad un fissato livello di stress non corrisponde un valore finito di deformazione.

Il corpo di Kelvin-Voight è invece un solido viscoelastico perché qualunque sia la combinazione dei parametri meccanici che lo definiscono e qualunque sia la tensione applicata esiste sempre un ben definito livello di deformazione finale corrispondente che presto o tardi viene raggiunto e che non può essere superato.

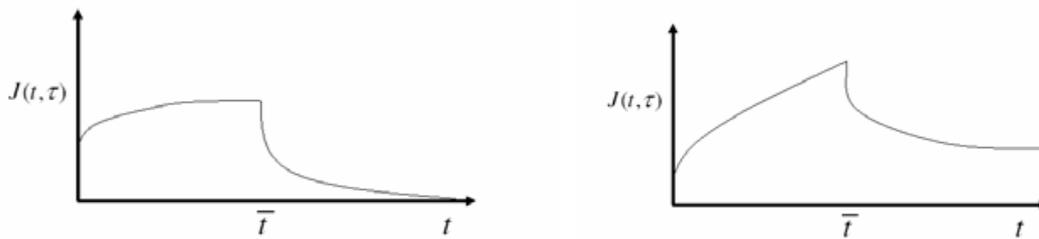


Fig.1.7 – Funzione di creep per solido viscoelastico (sx) e per liquido viscoelastico (dx)

Conseguenza diretta è la differenza che si osserva fra i due modelli a seguito di una avvenuta fase di scarico. Nel liquido viscoelastico permane, anche per tempo che tende ad infinito, una deformazione residua che non è possibile recuperare, nel solido viscoelastico invece, a condizione di attendere per un tempo sufficientemente lungo, la iniziale configurazione indeformata viene recuperata e non permangono deformazioni residue. Similmente si può dimostrare che ad una deformazione che avviene in modo istantaneo e perdura con valore costante nel tempo, nel solido viscoelastico le tensioni raggiungono un livello asintotico differente da zero mentre nel liquido viscoelastico le tensioni si annullano per un tempo t lungo ma comunque finito [3].

1.3.4 Il modello di Burger

Un materiale che ammette una deformazione finale non recuperabile a seguito della rimozione del carico è un fluido viscoelastico, ed è anche definito '*memory fluid*', poiché a differenza dei fluidi viscosi immagazzina in parte l'energia e tende a recuperare la propria forma originaria una volta rimosso il carico. Il corpo di Maxwell non è l'unico sistema semplice che rappresenta il fluido viscoelastico. Partendo dall'idea che in conseguenza del numero di Deborah uno stesso materiale può presentare alternativamente il comportamento del solido di Kelvin-Voight o del fluido di Maxwell, si comprende la natura del corpo di Burger, che rappresenta un fluido viscoelastico con caratteristiche di risposta ai carichi ibrida fra quelle di solido e liquido e per il quale può essere definita una funzione $J(t)$ con andamento diverso da quello lineare presentato dal fluido di Kelvin-Voight semplice.

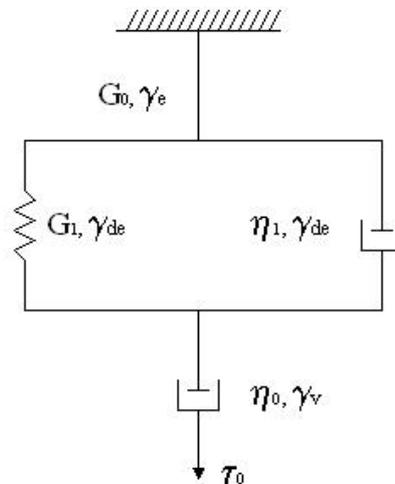


Fig.1.8 – Modello meccanico equivalente del liquido viscoelastico di Burger

Questo modello coniuga al suo interno, collegati in serie nella rappresentazione proposta, il corpo di Maxwell e quello di Kelvin-Voight riproponendone le caratteristiche essenziali (figura 1.8).

La molla collegata in serie suggerisce la presenza di una componente elastica istantanea. Allo stesso modo il dissipatore collegato in serie impone la definizione di liquido, rappresentando un sistema che tende indefinitamente a scorrere in presenza di carico e che accumula al suo interno una deformazione non recuperabile. Il gruppo centrale composto da molla e dissipatore in parallelo costituisce invece un elemento con le caratteristiche di solido che si deforma in modo continuo fino a raggiungere un massimo e che immagazzina interamente l'energia, dando origine alla componente elastica ritardata del modello.

L'equazione costitutiva può essere scritta in riferimento alla seconda forma analogica del modello che si presenta come due corpi di Maxwell collegati in serie:

$$\sigma + (\lambda_1 + \lambda_2) \cdot \dot{\sigma} + \lambda_1 \cdot \lambda_2 \cdot \ddot{\sigma} = (\eta_1 + \eta_2) \cdot \dot{\epsilon} + (\lambda_1 \cdot \eta_2 + \lambda_2 \cdot \eta_1) \cdot \ddot{\epsilon} \quad (\text{eq.1.13})$$

Con:

λ_1 e λ_2 = tempi di ritardo

η_1 e η_2 = coefficienti di viscosità dei due dissipatori

Il modello di Burger è comunemente utilizzato nella modellazione dei dati di prove di creep, e la sua equazione è:

$$J(t) = J_e + J_{ae} + J_v = \frac{1}{G_0} + \frac{1}{G_1} \left(1 - e^{-\frac{t}{\eta_1}} \right) + \frac{1}{\eta_0} t \quad (\text{eq.1.14})$$

dove G_0 , G_1 , η_0 ed η_1 sono i parametri meccanici del modello illustrato in fig.1.8. Situazione parallela al corpo di Burger è quella del solido viscoelastico standard a tre parametri, generalmente rappresentato dal collegamento in serie di un elemento di Kelvin-Voight e di un dissipatore, la cui principale differenza rispetto al solido di Kelvin-Voight semplice, è quella di ammettere un modulo di rilassamento diverso dalla funzione costante.

1.3.5 Le prove in regime oscillatorio

In generale si è notato che il comportamento dei materiali costituenti la sovrastruttura stradale, è influenzato dalla velocità di applicazione dei carichi o frequenza di carico; vediamo quindi i motivi per i quali la viscoelasticità dei leganti organici viene studiata tramite le oscillazioni forzate:

- Le proprietà viscoelastiche sono espresse in funzione della frequenza di applicazione del carico, inoltre sottoponendo il campione di bitume a prove dinamiche, si simulano nel miglior modo le reali condizioni di carico alle quali è soggetto il legante durante l'esercizio, siccome gli automezzi transitano sulla pavimentazione ad una data velocità.
- Inoltre è possibile determinare lo sfasamento che sussiste tra la tensione applicata e la corrispondente deformazione che si genera nella pavimentazione, ciò è provocato dal fatto che siccome il bitume è un materiale viscoelastico, non si deformerà nello stesso istante in cui si applica il carico, ma un po' dopo.

Per lo strato di usura le condizioni di carico più gravose si hanno in fase di accelerazione e frenata, poiché i veicoli trasmettono azioni di tipo tangenziale, ecco quindi che il campione di bitume verrà testato sottoponendolo a sforzi di

taglio variabili nel tempo con legge sinusoidale, aventi lo scopo di simulare il passaggio di una ruota (figura 1.9).

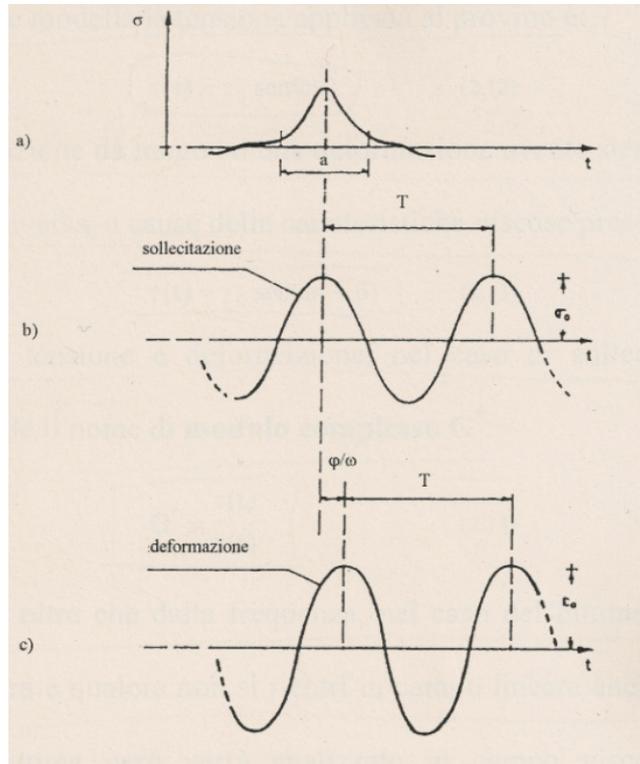


Fig.1.9 (a) - Andamento reale delle sollecitazioni

Fig.1.9 (b) - Schematizzazione sinusoidale della sollecitazione

Fig.1.9 (c) - Schematizzazione della deformazione corrispondente

Se il sistema è lineare, qualsiasi segnale in ingresso riconducibile ad un'equazione di forma sinusoidale produce un segnale di uscita che ne mantiene invariata non solo la forma, ancora sinusoidale, ma anche la frequenza di oscillazione. La risposta dei materiali viscoelastici alle sollecitazioni variabili con legge oscillatoria sinusoidale nel tempo rappresenta pertanto un caso notevole sia nell'interpretazione e nella previsione della risposta meccanica in specifici casi applicativi così come nella determinazione di proprietà fisiche dei materiali. Considerando una deformazione di forma sinusoidale nel dominio delle piccole ampiezze:

$$\gamma(t) = \gamma_0 \cdot \sin(\omega t) , \quad \dot{\gamma}(t) = \frac{d\gamma}{dt} = \omega \cdot \gamma_0 \cdot \cos(\omega t) \quad (\text{eq.1.15})$$

Si ottiene che la tensione segue identico andamento sinusoidale con frequenza ω , ampiezza τ_0 , ed angolo di fase δ .

$$\tau = \tau_0 \cdot \sin(\omega t + \delta) \quad (\text{eq.1.16})$$

In termini matematici è possibile pervenire alla corretta trattazione del problema per mezzo delle equazioni costitutive in forma integrale e della rappresentazione delle funzioni oscillatorie in notazione esponenziale. In questo caso si considera:

$$\gamma(t) = \gamma_0 \cdot e^{i\omega t}, \dot{\gamma}(t) = i\omega \cdot \gamma_0 \cdot e^{i\omega t} \quad (\text{eq.1.17})$$

Ed in relazione all'applicazione dell'equazione costitutiva:

$$\tau(t) = i\omega \cdot \gamma_0 \cdot e^{i\omega t} \cdot \int_{-\infty}^t \phi(t-t') \cdot e^{i\omega t'} \cdot dt' \quad (\text{eq1.18})$$

Risultano pertanto definite le principali funzioni viscoelastiche in regime oscillatorio:

$$\begin{aligned} G^*(\omega) &= \frac{\tau(t)}{\gamma(t)} = i\omega \cdot \int_{-\infty}^t \phi(t-t') \cdot e^{i\omega t'} \cdot dt' = |G^*| \cdot (\sin \delta + i \cdot \cos \delta) \\ &= G' + i \cdot G'' \end{aligned} \quad (\text{eq.1.19})$$

Dove δ è l'angolo di fase che descrive il ritardo della risposta del materiale rispetto all'onda in entrata.

Risolvendo l'equazione costitutiva in forma differenziale per il corpo di Maxwell si ottiene la forma esplicita della tensione risultante dall'applicazione di una deformazione della seguente forma:

$$\sigma(t) = \int_{-\infty}^t \phi(t-t') \cdot \frac{d\varepsilon}{dt'} \cdot dt' \quad (\text{eq.1.20})$$

Si ottiene:

$$\sigma(t) = \frac{\eta \cdot \omega \cdot \gamma_0}{(1 + \omega^2 \cdot \lambda^2)} \cdot (\omega \cdot \lambda \cdot \cos \omega t - \sin \omega t) \quad (\text{eq.1.21})$$

Dalla risoluzione delle equazioni costitutive per il caso del modello di Maxwell si ottiene inoltre:

$$G^*(\omega) = \frac{i\omega \cdot \eta}{1 + i\omega \cdot \lambda} = \frac{i\omega \cdot \lambda \cdot G}{1 + i\omega \cdot \lambda} \quad (\text{eq.1.22})$$

Dove G e η sono i parametri meccanici del modello. Di determinate importanza nell'analisi reologica è il modulo G^* definito come:

$$|G^*| = \sqrt{G'^2 + G''^2} = \frac{\tau_0}{\gamma_0} \quad (\text{eq.1.23})$$

Oltre che l'angolo di fase e la relativa tangente di dissipazione, i quali definiscono la distribuzione dei contributi elastici e viscosi.

$$\delta = \arctg\left(\frac{G''}{G'}\right) \quad (\text{eq.1.24})$$

Dove:

- **G'** è il *modulo di immagazzinamento* o 'storage modulus' ed è la componente elastica. ($G' = G^* \cos \delta$)
- **G''** è il *modulo di dissipazione* o 'loss modulus' ed è la componente viscosa. ($G'' = G^* \sin \delta$)

Dalla definizione consegue la rappresentazione in forma grafica nel piano complesso (figura.1.10).

La componente elastica G' è fondamentale per ottenere delle buone pavimentazioni, siccome è la caratteristica che ne impedisce l'ormaiamento, mentre dal punto di vista energetico G' rappresenta la quantità di energia

immagazzinata e rilasciata elasticamente in ogni oscillazione, invece G'' corrisponde alla dissipazione d'energia che si ha per ogni ciclo di carico.

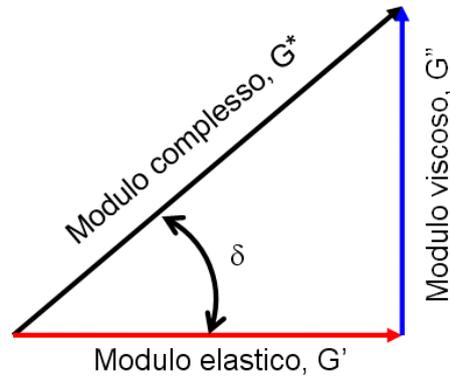


Fig.1.10 – Modulo complesso ed angolo di fase

1.4 RAPPRESENTAZIONE DEI DATI NELLE PROVE IN REGIME OSCILLATORIO LINEARE

1.4.1 Principio di sovrapposizione tempo-temperatura (TTS)

I ricercatori della Pennsylvania State University hanno proposto un particolare modello detto PSU model, che sta alla base dell'intero progetto SHRP e che verrà utilizzato in questa tesi. Questo modello analizza il comportamento viscoelastico del bitume in campo lineare, consentendo la semplificazione della modellazione e delle procedure di prova. Tale modello è verosimile perché in esercizio è auspicabile che il materiale si deformi poco, quindi lavorando nel campo delle piccole deformazioni si ricade nel campo lineare.

Nell'eseguire le prove in oscillatorio si dovrà limitare il range di frequenze con cui testare il provino di bitume, sia perché la macchina non può produrre tutte le frequenze (specie nel campo delle alte frequenze), sia per questioni temporali siccome le basse frequenze richiedono lunghi tempi di esecuzione della prova.

Il protocollo di prova suggerito da SHRP prevede di testare il bitume con prove dette di frequency sweep, nelle quali la frequenza varia tra 0,0159 Hz e 15,9 Hz

(corrispondenti rispettivamente a 0,1 e 100 rad/s) al variare della temperatura, successivamente facendo uso del principio di sovrapposizione tempo-temperatura è possibile costruire la master curve.

Tale principio stabilisce che sia in regime di sollecitazione statico quanto in regime di sollecitazione dinamico, sussiste l'evidenza sperimentale che gli effetti del tempo di carico e quelli della temperatura siano sovrapponibili. Ovvero incrementi del tempo di carico (o riduzioni della frequenza di oscillazione) producono sulla risposta del materiale viscoelastico effetti del tutto simili, e pertanto sovrapponibili, a quelli di un incremento della temperatura di prova. Ovviamente vale il viceversa e riduzioni del tempo di carico (o incrementi della frequenza di oscillazione) producono effetti equiparabili a quelli di una riduzione di temperatura.

Ne consegue che una funzione viscoelastica misurata per un certo tempo di carico t_1 e per una certa temperatura T_1 sia identicamente ottenibile per una diversa coppia di valori di tempo t_2 e temperatura T_2 collegati ai precedenti da precise relazioni. Medesima situazione vale a priori per tutte le funzioni viscoelastiche, definite nel dominio del tempo o della temperatura.

Sulla base di tale evidenza il principio di sovrapposizione tempo-temperatura (TTS) prevede che fra le variazioni di temperatura e quelle del tempo (o della frequenza) esista una relazione e che pertanto gli effetti del tempo e della temperatura risultino sovrapponibili ed interscambiabili. I materiali per i quali può ritenersi valido il principio TTS sono definiti materiali termoreologicamente semplici.

Per cui stabilita la temperatura di riferimento è necessario determinare di quanto traslare le rimanenti curve relative alle prove in oscillatorio (figura 1.11).

L'entità della traslazione definito *shift factor* $a(T)$, fornisce un'indicazione di come le proprietà viscoelastiche cambiano in funzione della temperatura; è bene chiarire che la termodipendenza è una cosa differente dalla suscettibilità alla temperatura, che è un concetto empirico fondato sul cambiamento di consistenza con la temperatura, mentre la termodipendenza indica come cambiano con la temperatura i processi di rilassamento che avvengono all'interno del legante.

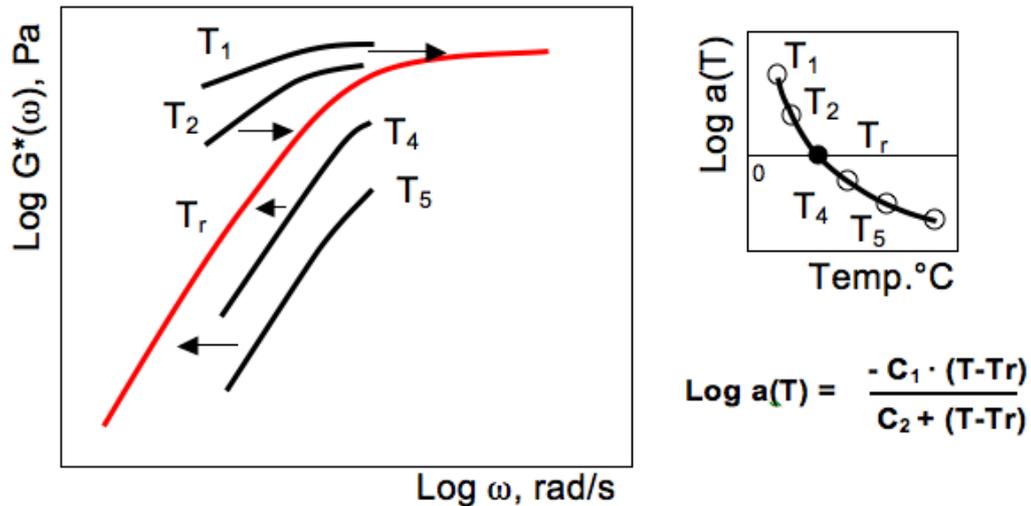


Fig.1.11 – Principio di equivalenza tempo-temperatura

Il calcolo degli shift factors può essere eseguito seguendo due diverse equazioni a seconda che si trovi al di sopra o al di sotto della temperatura di transizione vetrosa T_g :

- Per $T > T_g$ si userà l'equazione proposta da Williams-Landel-Ferry (WLF):

$$\log[a(T)] = \frac{-C_1(T - T_g)}{C_2 + (T - T_g)} \quad (\text{eq.1.25})$$

Dove:

$C_1, C_2 =$ costanti empiriche

$T =$ temperatura del test in °C

- Per $T < T_g$ si userà l'equazione di Arrhenius:

$$\log[a(T)] = 2,303 \frac{E_a}{R} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_g} \right) \quad (\text{eq.1.26})$$

Dove:

$E_a =$ energia di attivazione del flusso, pari a 261 kJ/mol

$R =$ costante ideale dei gas, di valore pari a 8,34 J/mol/K

La temperatura di transizione vetrosa T_g , che a seconda del tipo di bitume può variare grossomodo tra -10°C e -25°C , può essere determinata sulla base di misure dilatometriche.

1.4.2 Master Curve

Il principio TTS si concretizza nello sviluppo delle curve maestre o master curve, curve ottenute dalla traslazione dei dati misurati per diverse temperature di prova che stabiliscono l'andamento della funzione viscoelastica in esame in un nuovo dominio, più esteso rispetto a quello delle singole curve iniziali, e nel quale effetti del tempo e della temperatura coesistono. Le curve maestre possono così essere utilizzate per rappresentare il comportamento del materiale in un ampio intervallo di tempi o frequenze di carico dove l'andamento sperimentale determinato dall'unica curva racchiude entrambi gli effetti del tempo e della temperatura. L'entità della traslazione delle singole curve definisce i fattori di traslazione.

Per alcuni materiali termo-reologicamente semplici la sovrapposizione delle curve avviene richiedendo solo traslazioni orizzontali $a(T)$, mentre in casi più complessi occorre far ricorso anche a traslazioni verticali $b(T)$, riconducibili alla variazione non trascurabile della densità ρ del materiale con la temperatura. Le curve maestre dell'angolo di fase e del modulo complesso hanno andamenti dipendenti dal materiale ma la forma generale della curva può essere comunque descritta attraverso alcuni parametri e considerazioni generali valide e comunemente applicate anche nel caso dei bitumi stradali (figura 1.12).

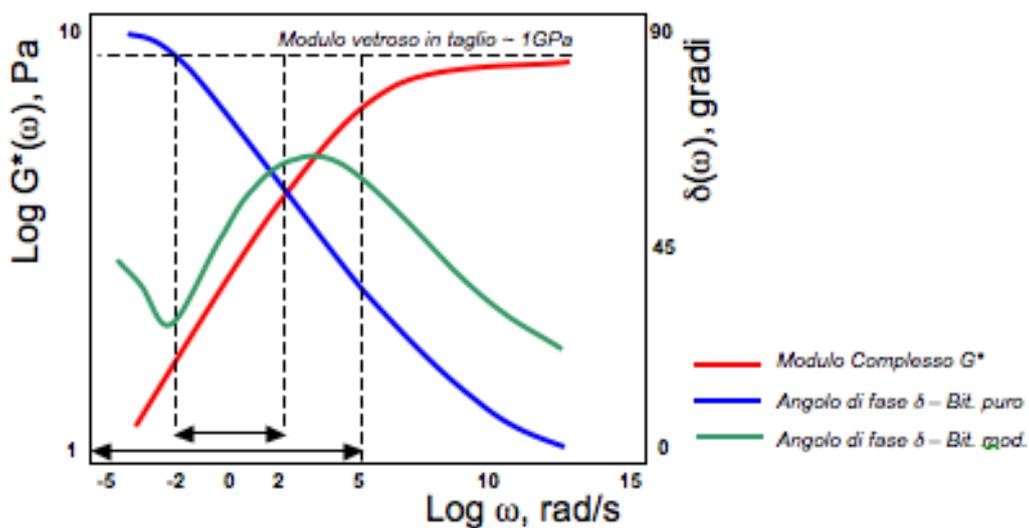


Fig.1.12 – Master Curve di G^* e δ

Raffreddando un dato materiale e riportando in un diagramma cartesiano il volume specifico V (che è l'inverso della densità) in funzione della temperatura, si osserva un cambiamento di pendenza; la temperatura alla quale avviene questo cambiamento è la T_g (figura 1.13).

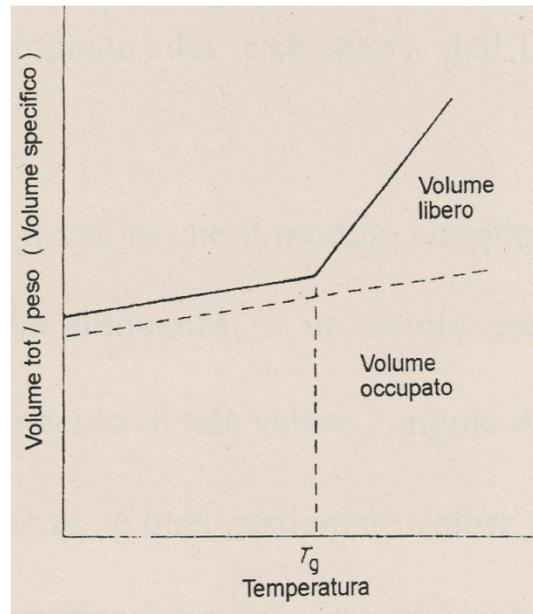


Fig.1.13 – Temperatura di transizione vetrosa

A questo punto essendo in grado di calcolare la traslazione da dare alle varie curve, possiamo vedere le equazioni che stanno alla base del modello PSU:

$$G^*(\omega) = G_g \left[1 + \left(\frac{\omega_c}{\omega} \right)^{\frac{\log 2}{R}} \right]^{-\frac{R}{\log 2}} \quad (\text{eq.1.27})$$

$$\delta(\omega) = \frac{90}{1 + \left(\frac{\omega}{\omega_c} \right)^{\frac{\log 2}{R}}} \quad (\text{eq.1.28})$$

In cui:

$G^*(\omega)$ è il modulo complesso espresso in pascal, alla frequenza ω in rad/s

$\delta(\omega)$ è l'angolo di fase espresso in gradi, alla frequenza ω in rad/s

G_g è il modulo vetroso espresso in pascal

ω_c è la frequenza di crossover in rad/s

R è l'indice reologico

Vediamo in dettaglio i parametri caratteristici della master curve costruita secondo il modello proposto dai ricercatori dell'università statale della Pennsylvania:

- **Asintoto vetroso:** è il comportamento limite del materiale alle basse temperature e alle alte frequenze. Il valore di G^* in corrispondenza dell'asintoto vetroso è detto modulo vetroso ed indicato con G_g ; è un valore costante per ogni tipo di bitume, ed in corrispondenza di tale valore l'angolo di fase δ tende a zero.
- **Asintoto viscoso:** definisce il comportamento limite del materiale alle alte temperature e alle basse frequenze. In corrispondenza dell'asintoto viscoso si definisce la viscosità dello stato stazionario η_{ss}

$$\eta_{ss} = \lim_{\omega \rightarrow 0} \frac{G^*}{\omega} \quad (\text{eq.1.29})$$

- **Frequenza di crossover ω_c :** è quel particolare valore di frequenza tale per cui il modulo di immagazzinamento G' assume valore pari al modulo di dissipazione G'' ovvero si ha $\tan\delta = 1$ ed inoltre ω_c può essere pensata come un parametro di durezza che indica la consistenza di un dato bitume ad una data temperatura.
- **Indice reologico R :** è dato dalla differenza tra il modulo vetroso e il modulo complesso calcolato alla frequenza di crossover, riflette la variazione del modulo complesso con la frequenza e quindi da una misura della dipendenza del bitume dal gradiente di deformazione $\dot{\gamma}$, inoltre è indipendente dalla temperatura di riferimento ma non dal tipo di bitume.

$$R = G_g - G^*(\omega_c) \quad (\text{eq.1.30})$$

Qualora si raggiunga la zona viscosa, e ciò avviene alle alte temperature e/o per lunghi tempi di carico, si verifica che le equazioni 1.27 e 1.28 non sono più valide, per cui bisogna determinare il valore dell'angolo di fase che divide le due regioni (figura 1.14):

$$\delta_V = 90 \cdot \left(\frac{\eta_{ss} \cdot \omega_c}{G_g} \right)^{\frac{\log 2}{R-0,81}} \quad (\text{eq.1.31})$$

Dove:

δ_v è l'angolo di fase di transizione in gradi

η_{ss} è la viscosità stazionaria espressa in pascal per secondo

Mentre la frequenza di transizione vale:

$$\omega_V = \omega_c \cdot \left(\frac{90 - \delta_V}{\delta_V} \right)^{\frac{R}{\log 2}} \quad (\text{eq.1.32})$$

Il modulo limite nella regione di flusso viscoso G_{gv} vale:

$$G_{gv} = G_g \cdot \left(\frac{90}{90 - \delta_V} \right)^{\frac{0,81-R}{\log 2}} \quad (\text{eq.1.33})$$

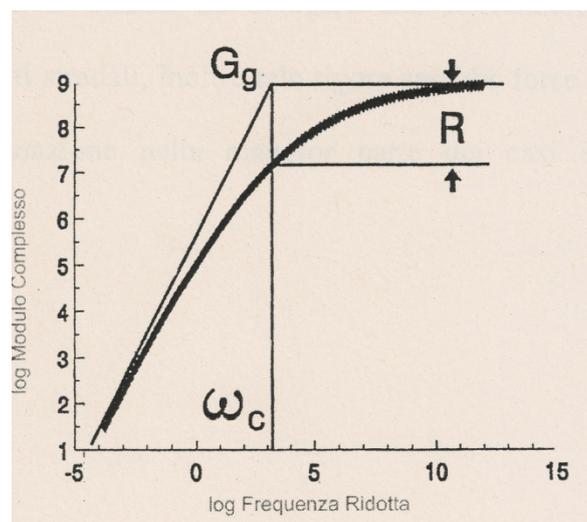


Fig. 1.14 – Parametri del modello PSU

Volendo adottare un modello più rigoroso di quello viscoelastico lineare, si avrebbe una mole di calcoli da svolgere che lo renderebbe inadatto per classificare i leganti stradali, inoltre tale rigore sarebbe forse inutile siccome la risposta in deformazione nella maggior parte dei casi è risultata essere largamente lineare.

1.4.3 Piano di Black

Una possibile rappresentazione dei dati provenienti da prove in regime oscillatorio sinusoidale, alternativa alla rappresentazione delle funzioni viscoelastiche nel dominio delle frequenze è costituita dal piano di Black, nel quale ogni coppia δ - G^* è rappresentativa di una frequenza ed di una temperatura (figura 1.15).

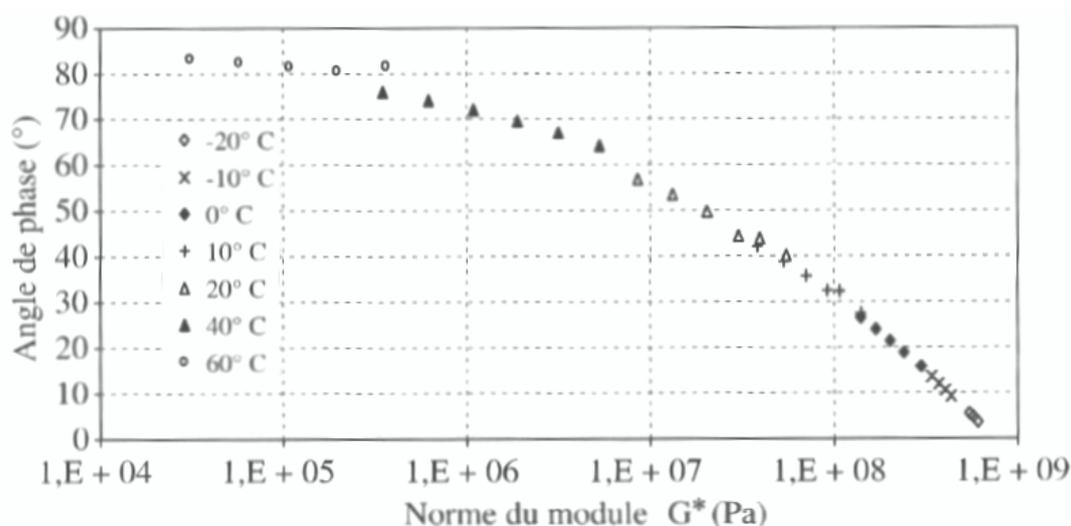


Fig.1.15 – Rappresentazione dei dati nel piano di Black

1.4.4 Piano di Cole-Cole

Una differente rappresentazione dei dati provenienti da prove in regime oscillatorio sinusoidale è possibile nel piano di Cole-Cole, dove le funzioni di origine sono il modulo di immagazzinamento G' ed il modulo di dissipazione G'' (figura 1.16).

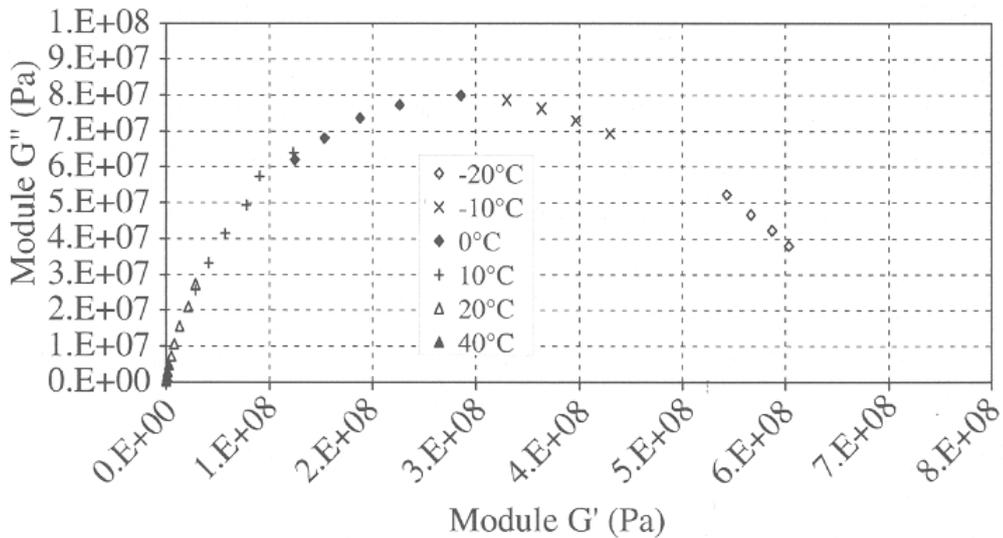


Fig.1.16 – Rappresentazione dei dati nel piano di Cole-Cole

Con riferimento ai modelli meccanici equivalenti di base è possibile riassumere il comportamento per mezzo di curve nel piano di Cole-Cole (figura 1.17).

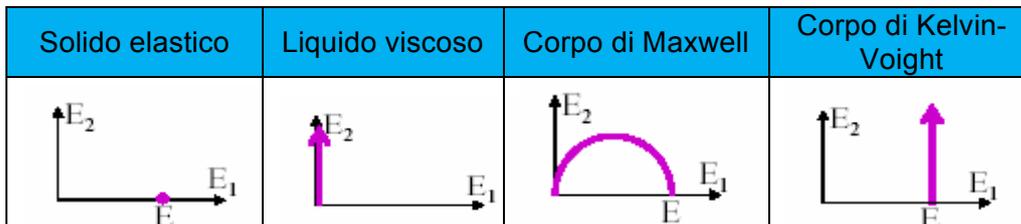


Fig.1.17 – Modelli reologici elementari, di Maxwell e di Kelvin-Voight nel piano di Cole-Cole

Al variare della frequenza di carico sia le variazioni del modulo complesso e dell'angolo di fase vengono rappresentate tramite la variazione delle componenti di dissipazione e di immagazzinamento. Per frequenze elevate si giunge alla condizione limite in cui il modulo di dissipazione si annulla (esiste solo la componente sull'asse delle ascisse), il contrario accade per frequenze prossime a zero. Nel caso dei modelli elementari si ottengono situazioni particolari. Per la molla il comportamento è indipendente dalla frequenza per cui il diagramma i Cole-Cole è identificato da un unico punto in corrispondenza del modulo elastico E della molla. Per il dissipatore la curva coincide con l'asse delle ordinate, ed il modulo tende ad infinito per valori elevati della frequenza, mentre è nullo per frequenza nulla.

1.5 ZERO-SHEAR VISCOSITY

La difficoltà di interpretare compiutamente il comportamento reologico di bitumi modificati con alte percentuali di polimero, ha indotto gli stessi ricercatori di SHRP ed altri studiosi Europei ad individuare alcune criticità nelle assunzioni del sistema Superpave. Uno degli approcci alternativi, seguito in Europa, riguarda la definizione della resistenza allo scorrimento del legante, interpretata in termini di viscosità. Tale concezione si basa principalmente sul fatto che per valutare parametri correlati alla deformazioni permanenti occorre raggiungere condizioni in cui sia possibile distinguere fra parte immaginaria del modulo di deformabilità complessa J'' e modulo di deformabilità viscosa J_v , e quindi tra scorrimenti reversibili (elasticità ritardata) e scorrimenti irreversibili.

La viscosità dei leganti bituminosi alle temperature di esercizio non può però essere considerata una grandezza univoca in quanto è fortemente influenzata, oltre che dalla temperatura e dal tempo di carico, anche dalla velocità di deformazione.

Nasce così l'esigenza di riferirsi ad un valore limite della viscosità dei materiali, la *Zero-Shear Viscosity (ZSV)*, individuato dall'instaurarsi di uno stato di flusso che avviene per successione di stati prossimi all'equilibrio, in cui la struttura interna del materiale permane inalterata rispetto alla condizione di quiete.

La determinazione della Zero-Shear Viscosity non può quindi per definizione stessa della grandezza, prescindere dal verificarsi delle seguenti condizioni:

1. Flusso stazionario ($d\gamma/dt \rightarrow k$)
2. Velocità di deformazione prossima al valore nullo ($d\gamma/dt \rightarrow 0$)

Le condizioni 1 e 2 assicurano l'esecuzione della misura di viscosità all'esaurirsi della fase di elasticità ritardata (condizione 1) ed all'interno della regione di linearità del flusso (condizione 2), realizzando una situazione in cui le componenti elastica J_e ed elastica ritardata J_{de} del modulo di deformabilità $J(t)$, possono essere considerate trascurabili.

Si può così pervenire alla valutazione della sola componente viscosa del modulo (J_v), che risulta essere direttamente correlata al valore di Zero-Shear

Viscosity secondo la descrizione del comportamento dei solidi viscoelastici lineari esplicitata nel modello di Burger:

$$J(t) = J_e + J_{de} + J_v = \frac{1}{G_0} + \frac{1}{G_1} \left(1 - e^{-t \frac{G_1}{\eta_1}} \right) + \frac{1}{\eta_0} t \quad (\text{eq.1.34})$$

Secondo l'assunzione di tale modello infatti, la ZSV è rappresentata dal coefficiente di viscosità η_0 , unico artefice della deformazione a carattere permanente. A differenza quindi di valori di viscosità misurati fuori dalle condizioni di stazionarietà del flusso, la ZSV non risente dei fenomeni di elasticità ritardata, rappresentando univocamente, in linea teorica, la resistenza allo scorrimento irreversibile del legante.

La ricerca dello stato di flusso stazionario (non considerata nella valutazione Superpave della massima temperatura di esercizio) diviene pertanto, con le misure di ZSV, un elemento di fondamentale importanza. In riferimento a queste considerazioni, ed in particolar modo in relazione alla ricerca dello stato di flusso stazionario, la misura sperimentale della ZSV può essere affrontata tramite due diverse strategie reometriche: creep flow alle basse velocità di scorrimento ed analisi dinamica alle basse frequenze.

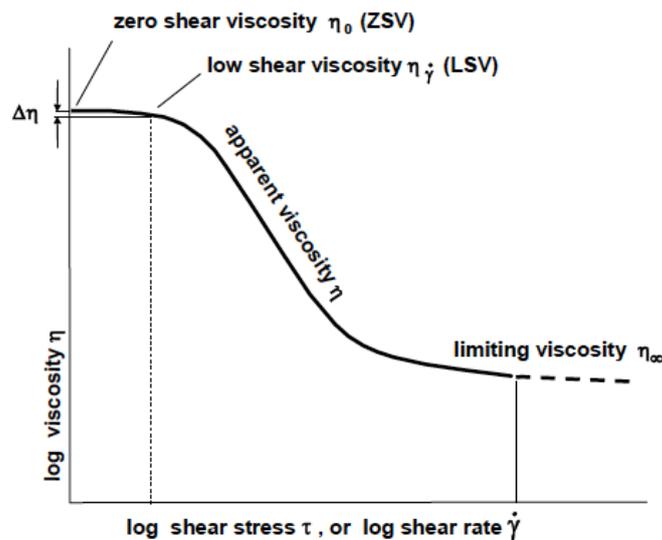
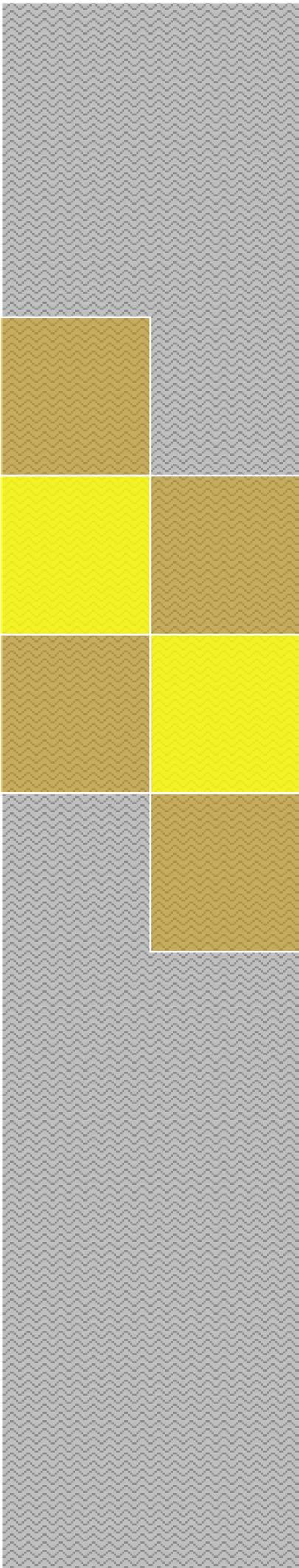


Fig.1.18 – Andamento della viscosità nello stato stazionario in funzione del livello della viscosità di deformazione o della tensione applicata

Partendo dal ruolo del parametro η_0 nel modello di Burger è possibile definire un ulteriore concetto di Zero-Shear Viscosity (ZSV). Pensando alla funzione del parametro η_0 è immediato identificare in esso una viscosità, che per lunghi tempi di carico, quando i contributi elastici ed elastici ritardati divengono trascurabili, può essere confusa col rapporto $\tau/(d\gamma/dt)$. Quando il tempo di carico è sufficientemente prolungato e contemporaneamente lo sforzo applicato è sufficientemente vicino a zero è possibile allora identificare col parametro η_0 un valore di viscosità che non dipende più ne dal tempo di carico ne dalla tensione applicata (figura 1.18). In queste condizioni η_0 può essere considerato come una proprietà intrinseca del materiale.

Capitolo 2

Il bitume



2.1 INTRODUZIONE

È assodato come il petrolio sia il componente che ha rivoluzionato il modo di produrre e costruire dell'uomo, e non sono poche le applicazioni che sfruttano i prodotti e le derivazioni del cosiddetto "oro nero".

Nel linguaggio comune termini come "bitume", "catrame" o "asfalto" sono spesso usati indifferentemente, ma essi hanno significati diversi e devono essere usati con precisione. Un ulteriore, se non il principale, motivo di confusione è dovuto al fatto che, fra i diversi Paesi, esistono differenze sostanziali nel significato attribuito allo stesso termine. Per esempio, il bitume da petrolio è chiamato "asphalt" negli USA, mentre in Europa "asfalto" è la miscela di bitume e inerti (conglomerato bituminoso) usata per la pavimentazione stradale. In Italia, seguiremo ovviamente l'uso europeo.

Occorre fare attenzione anche alle differenze tra bitume e catrame. Il bitume è un materiale di colore bruno o nerastro, solido o semi solido a temperatura ambiente, con comportamento termoplastico. Si ricava dalla lavorazione del petrolio grezzo, e chimicamente è una combinazione complessa di composti organici ad alto peso molecolare, con prevalenza di idrocarburi con numero di atomi di carbonio maggiore di C₂₅ e alto valore del rapporto C/H. Oltre a piccole quantità di zolfo, azoto e ossigeno, contiene inoltre tracce di metalli quali nickel, ferro e vanadio. È praticamente non volatile a temperatura ambiente, insolubile in acqua e solubile in alcuni solventi.

Il catrame invece è un materiale con aspetto simile al bitume, ma del tutto diverso per origine e composizione. È ottenuto industrialmente dalla distillazione distruttiva del carbon fossile e si presenta alla temperatura ambiente come un liquido, più o meno viscoso, di colore variabile fra bruno e nero. Le sostanze organiche presenti in maggiore quantità sono gli idrocarburi alifatici e i composti aromatici e, in proporzioni minori, altre sostanze contenenti zolfo, ossigeno e azoto. La sua composizione comunque varia, entro certi limiti, a seconda del carbone usato e dalle modalità di distillazione.

Entrando nel particolare, questo materiale rispetto al bitume, mostra un contenuto molto più elevato di idrocarburi policiclici aromatici, oltre che

numerosi altri composti contenenti ossigeno, azoto e zolfo, quindi il catrame contiene principalmente idrocarburi aromatici mentre il bitume idrocarburi paraffinici. Tra questi idrocarburi aromatici si ricordano il benzene, il toluene, la naftalina, l'antracene, composti ossigenati come fenolo, cresoli, ilenoli, naftoli e composti azotati come piridina, picolina e clinoline. Proprio perché contiene queste sostanze è da considerarsi cancerogeno.

2.2 IL BITUME E LE SUE CARATTERISTICHE

Il bitume è un materiale conosciuto fin dai tempi più remoti ed è stato utilizzato dall'uomo, nel corso dell'evoluzione tecnologica, per risolvere i più svariati problemi sia nel campo delle costruzioni stradali, sia nell'altrettanto importante settore delle impermeabilizzazioni. Pur esistendo anche allo stato naturale, oggi viene soprattutto ottenuto quale residuo della lavorazione del petrolio.

La ASTM International (American Society for Testing and Materials) definisce bitumi quella classe di materiali, composti prevalentemente da idrocarburi ad alto peso molecolare, solubili in disolfuro di carbonio (CS₂).

È un composto organico eterogeneo, generalmente ricavato dai processi di distillazione del greggio di petrolio. Essendo costituito dalle frazioni a più elevato punto di ebollizione di quest'ultimo, il bitume viene tradizionalmente ottenuto come prodotto di fondo della torre di distillazione sotto vuoto, preposta alla lavorazione del residuo di una prima distillazione a pressione atmosferica (figura 2.1). Il materiale così ottenuto può essere direttamente impiegato, previa classificazione, per diverse applicazioni dell'ingegneria civile ed edile, che vanno dalla realizzazione di guaine di impermeabilizzazione alla produzione delle più svariate miscele per sovrastrutture stradali. Quando necessario, il residuo di distillazione viene inoltre sottoposto a processi di ossidazione, estrazione con solventi e/o miscelazione con altri bitumi che variano notevolmente a seconda dello schema di produzione di ciascuna raffineria e che hanno il comune scopo di modificarne opportunamente le caratteristiche chimiche e reologiche.

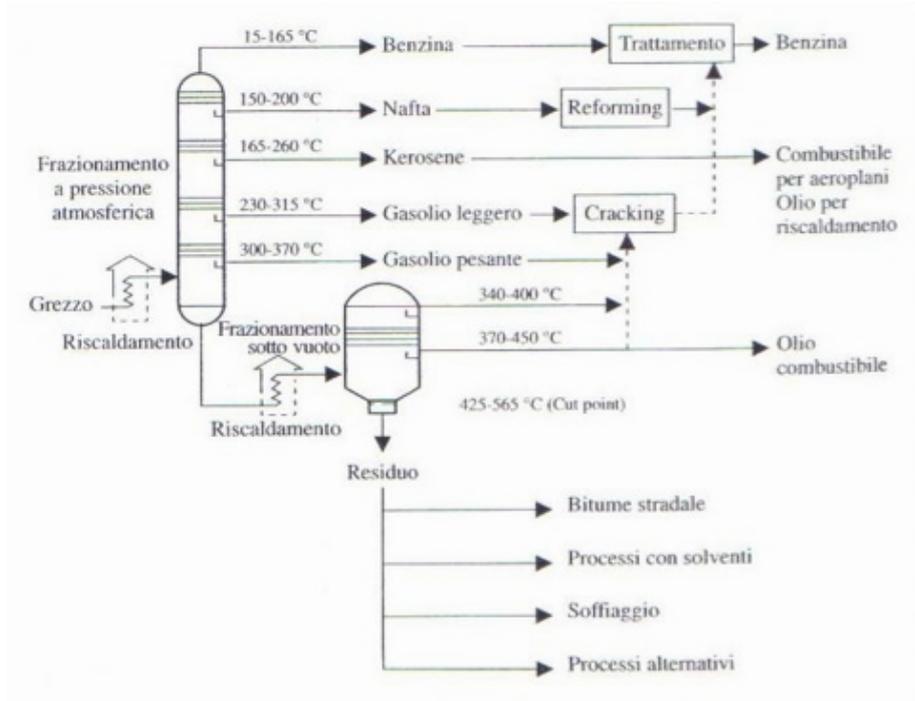


Fig.2.1 – Schema di frazionamento del greggio da petrolio

Oltre ai bitumi derivanti da processi di raffinazione del greggio di petrolio, detti anche industriali o bitumi di petrolio, esistono dei bitumi, denominati naturali che, in forma più o meno pura e in diversi stati di consistenza, si presentano come ammassi sotterranei o a cielo aperto o come componenti impregnanti formazioni rocciose o sabbiose. Si citano a tal proposito le formazioni di gilsonite, bitume praticamente puro allo stato vetroso estratto nello stato americano dello Utah, il bitume del lago Trinidad e di quello di Selenizza (Albania), le rocce asfaltiche della Sicilia e dell’Abruzzo e le cosiddette tar sands canadesi.

L’uso dei bitumi naturali risale alle antiche civiltà sumere (6000 a.C.), indù (3000 a.C.) ed egiziane (2600 a.C.), che li impiegavano per l’impermeabilizzazione di opere navali e idrauliche o come mastici di collegamento nell’edilizia. I bitumi naturali sono stati utilizzati anche in tempi assai più recenti: la prima pavimentazione stradale bituminosa realizzata negli Stati Uniti nel 1876 sulla Pennsylvania Avenue di Washington D.C., era costituita da una miscela, detta sheet asphalt composta da sabbia e bitume naturale del lago Trinidad.

Nel tempo la diffusione dei bitumi naturali è andata tuttavia scemando con lo sviluppo e l'affinamento delle tecniche di raffinazione, in grado di fornire bitumi in notevoli quantità a un prezzo via via più competitivo: essi sono tuttora utilizzati ma contribuiscono con una percentuale praticamente trascurabile alla produzione mondiale annua di bitume. Depositi di bitume nativo sono presenti in tutto il mondo, in zone con caratteristiche geologiche adeguate, nelle quali l'alta permeabilità delle formazioni rocciose ha permesso un processo di frazionamento naturale del petrolio greggio.

Il bitume è un materiale viscoelastico quindi se è sottoposto a brevi tempi di carico si ha una deformazione di tipo elastico, al contrario se è soggetto a lunghi tempi di carico si comporta come una sostanza viscosa dando origine a deformazioni irreversibili. È un materiale termoplastico per cui si presenta in uno stato solido-fragile alle basse temperature, in uno stato solido-semisolido alla temperatura ambiente, e allo stato liquido alle alte temperature.

Ciò deriva dalla sua struttura macromolecolare, nella quale una molteplicità di famiglie di molecole caratterizzate da funzionalità e polarità differenti danno luogo a interazioni di intensità variabile. Ecco quindi che il complesso comportamento meccanico che deriva da tale struttura può essere solo parzialmente colto interpretando i risultati derivanti dalle classiche prove di caratterizzazione comunemente incluse nei sistemi normativi e di accettazione.

2.3 PROCESSI PRODUTTIVI DEI BITUMI TRADIZIONALI

Oggi la quasi totalità dei bitumi presenti sul mercato provengono dalla lavorazione del petrolio grezzo nelle raffinerie, ma non tutti i grezzi sono adatti alla produzione del bitume. In questa tesi ci limiteremo ad affermare che esistono grezzi particolarmente idonei per la loro resa in bitume, denominati **asfaltici**, alla cui categoria appartengono alcuni grezzi venezuelani e messicani. Esistono poi i grezzi **semi-asfaltici**, quali quelli provenienti dal Medio-Oriente, che danno rese accettabili in bitume. I grezzi libici ed alcuni nigeriani vengono invece definiti **non-asfaltici** e pertanto non vengono impiegati per la produzione del bitume.

I procedimenti trattati sono [4]:

- Distillazione frazionata
- Trattamento termico
- Produzione per sintesi o ricostruzione
- Ossidazione

2.3.1 La distillazione frazionata

Nell'ambito delle tecniche di produzione dei bitumi, la distillazione frazionata è da considerarsi un processo primario. Il procedimento è concettualmente semplice: il grezzo viene riscaldato ad una temperatura di circa 400°C ed immesso nella colonna di frazionamento a pressione atmosferica, dove i suoi componenti a più basso punto di ebollizione cominciano ad evaporare salendo lungo la colonna. A questo punto i vapori entrano in contatto, in corrispondenza di speciali dispositivi posti lungo l'altezza della colonna, detti *piatti di frazionamento*, con una corrente fredda discendente detta *riflusso*.

Lo scambio termico che ne consegue produce, su ogni piatto, la condensazione delle frazioni meno volatili dei vapori caldi e l'evaporazione di quelle più volatili del riflusso. È chiaro, quindi, che questo processo determina la presenza delle frazioni più volatili sui piatti posti più in alto nella colonna e, di conseguenza, il deposito delle frazioni meno volatili sui piatti a livello più basso.

Le frazioni poste sul fondo della colonna prendono il nome di *residuo atmosferico* e possono essere impiegate per la preparazione degli oli combustibili oppure, nel caso di grezzi asfaltici, possono essere utilizzate come base per la produzione di bitume.

La presenza di oli idrocarburici nel residuo atmosferico rende, però, necessario un successivo frazionamento all'interno di una seconda colonna, a pressione inferiore all'atmosferica e, quindi, in condizioni di *sotto vuoto*. L'estrazione delle frazioni più leggere viene agevolata dall'impiego di vapore acqueo introdotto dal fondo della colonna. Il bitume viene infine estratto dal fondo della colonna

sottovuoto, tradizionalmente denominata *colonna vacuum*. Questo bitume si indica come "straight run".

Nella figura 2.2 viene riportato lo schema della distillazione frazionata a due stadi.

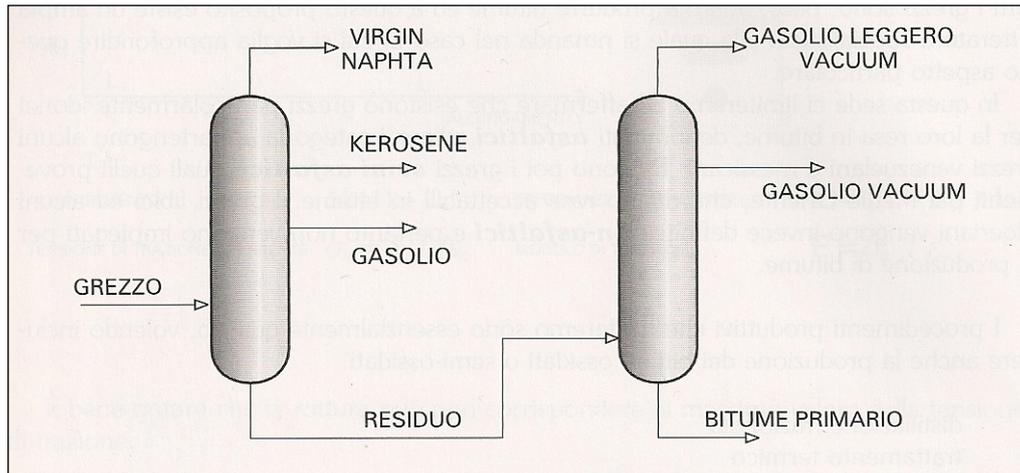


Fig. 2.2 - Distillazione frazionata

È evidente che la gradazione del bitume prodotto dipende essenzialmente dalle condizioni in cui viene esercito l'impianto. Le principali variabili che regolano il funzionamento del processo a due stadi sono le seguenti:

- Grado di vuoto applicato
- Caratteristiche, portata e temperatura del residuo atmosferico in entrata
- Temperatura del fondo colonna
- Portata e temperatura del vapore acqueo
- Condizioni di riflusso

Combinando opportunamente queste variabili operative si otterranno bitumi a differenti gradi di penetrazione. Molte volte per motivi di convenienza economica, di disponibilità sul mercato o più semplicemente produttivi, vengono inviati alla colonna vacuum miscele di residui atmosferici provenienti dalla distillazione di grezzi diversi.

In tal caso è evidente che la resa del bitume e le sue caratteristiche saranno di tipo intermedio, rispetto a quelle ottenibili da una sola carica di petrolio grezzo.

2.3.2 Trattamento termico dei residui

Il termine trattamento termico si applica a quei processi di raffinazione del petrolio grezzo in cui l'obiettivo primario è ottenere una maggiore resa di prodotti leggeri. I processi termici sono di vario tipo ma l'elemento che li accomuna tutti è l'impiego di valori di temperatura e pressione molto elevati, tali da determinare, nei residui della distillazione, cambiamenti strutturali di tipo chimico, più o meno rilevanti a seconda del grado di severità scelto per la produzione, per convertire una parte della frazione pesante in distillati leggeri. Il residuo di questi processi viene spesso impiegato nella produzione di bitumi in numerosi paesi europei.

È evidente che più il processo è severo più il residuo si presenta duro e, di conseguenza, il bitume che ne deriva ha le caratteristiche di un materiale più suscettibile alla temperatura, con un comportamento reologico che da viscoelastico tende al fragile. Uno dei processi termici più diffusi ancorché poco severo è il processo *visbreaking*, largamente utilizzato nell'ambito delle raffinerie italiane. L'impianto, costituito da un forno e da una colonna di frazionamento, è in realtà parte di uno schema più complesso riportato nella figura 2.3.

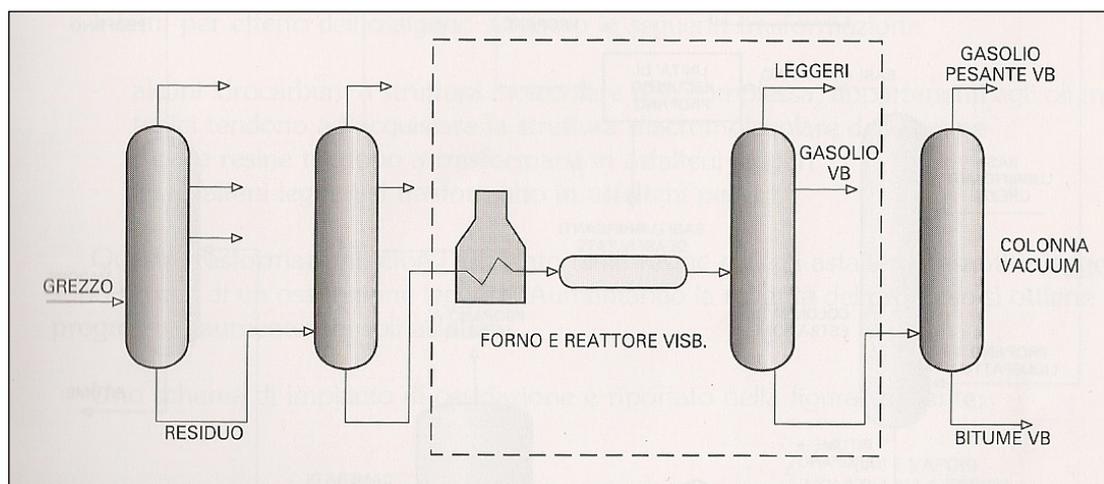


Fig. 2.3 – Produzione bitumi da visbreaking

Le temperature a cui avvengono le reazioni sono comprese tra i 400 ed i 450°C, mentre il grado di severità del processo viene misurato in funzione della stabilità degli asfalteni, diluiti con solvente paraffinico. Il bitume da visbreaking, specie se proveniente da processi poco severi, è usato comunemente per le applicazioni stradali e si è dimostrato particolarmente adatto per la produzione di membrane bituminose.

L'ampia diffusione sul mercato italiano dei bitumi da visbreaking, accompagnata dall'esperienza applicativa maturata nel corso di circa due decenni, consente un utilizzo ottimale di questi prodotti, purché inseriti nel quadro generale di un'applicazione sorretta da adeguati studi formulativi, come, peraltro, la buona pratica delle costruzioni stradali suggerisce di fare in tutti i casi a prescindere dal reale livello qualitativo dei materiali da utilizzare. Per quanto attiene le differenze con i bitumi straight run esse si evidenziano, in funzione della severità del processo di produzione, sia nel campo della suscettibilità termica sia in quello dell'ossidabilità.

2.3.3 Produzione per sintesi o ricostruzione

Uno dei metodi di produzione dei bitumi è la miscelazione di componenti idrocarburici di natura asfaltica: asfalteni, resine ed oli. I componenti della sintesi si ottengono prevalentemente dai processi utilizzati per la *deasfaltazione* delle frazioni lubrificanti di greggi paraffinici, naftenici oppure misti, non particolarmente adatti a produrre bitume in senso tradizionale.

Occorre rimarcare che i composti asfaltici derivati da un processo pro-lubrificanti sono per loro natura differenti dagli analoghi gruppi che si trovano naturalmente nel petrolio grezzo o nei residui atmosferici. Nella figura 2.4 è riportato lo schema di produzione del bitume da un impianto di deasfaltazione. Per la deasfaltazione viene utilizzato un solvente in grado di far *precipitare*, ovvero separare i composti asfaltici dalle altre frazioni idrocarburiche. Il solvente è generalmente propano liquefatto o più raramente una miscela di propano e butano liquefatti.

Per questo motivo i composti asfaltici utilizzati per la sintesi prendono il nome di “*asfalto al propano*”; la loro consistenza spazia da valori di penetrazione molto bassi (1-5 dmm) fino a valori decisamente più alti (40-50 dmm).

Dal punto di vista tecnico i bitumi sintetici presentano rispetto agli straight-run alcuni vantaggi:

- Minore contenuto in paraffine, tipico dell’asfalto al propano
- Maggiore presenza di acidi organici, il che rende i sintetici più facilmente emulsionabili

In generale la qualità dei bitumi sintetici è da ritenersi allineata con quella degli straight-run, fatta eccezione per valori della viscosità dinamica a 60°C inferiori ed, in alcuni casi, l’indice di penetrazione negativo dovuto prevalentemente a valori del punto di rammollimento bassi, posti ai limiti minimi delle specifiche ufficiali.

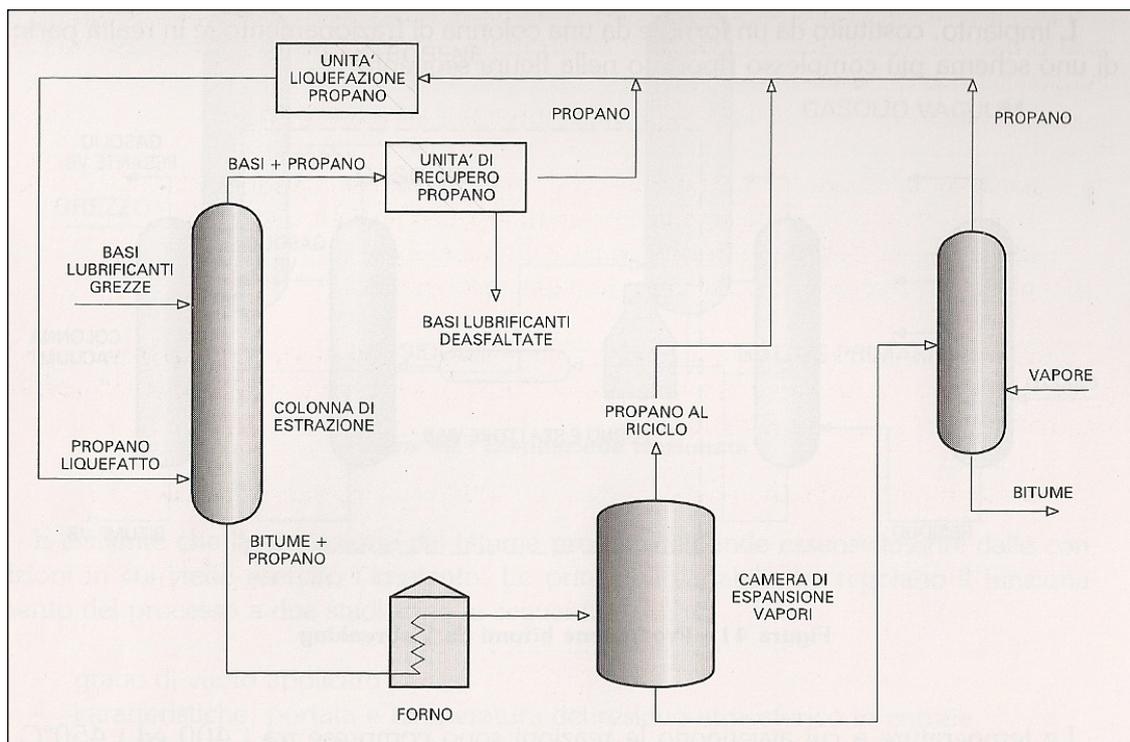


Fig. 2.4 – Produzione bitume da impianto di deasfaltazione basi lubrificanti

2.3.4 L'ossidazione

Uno dei metodi alternativi per produrre bitume è quello di ossidare i residui della distillazione primaria mediante la soffiatura con aria in condizioni controllate ad alta temperatura (230-280°C) e per un certo periodo di tempo.

È bene precisare che l'ossidazione non ha nulla a che vedere con i tradizionali processi produttivi del bitume, in quanto è piuttosto da considerarsi come una conversione chimica degli idrocarburi.

Infatti, per effetto dell'ossigeno si hanno le seguenti trasformazioni:

- Alcuni idrocarburi, a struttura molecolare non complessa, appartenenti agli oli maltenici tendono ad acquistare la struttura macromolecolare delle resine
- Alcune resine tendono a trasformarsi in asfalti leggeri
- Gli asfalti leggeri si trasformano in asfalti pesanti

Queste trasformazioni, cioè l'aumento delle resine e degli asfalti pesanti e leggeri, sono tipiche di un'ossidazione leggera. Aumentando la severità del processo si ottiene un progressivo aumento dei soli asfalti. Di seguito è riportato lo schema di un impianto di ossidazione (figura 2.5).

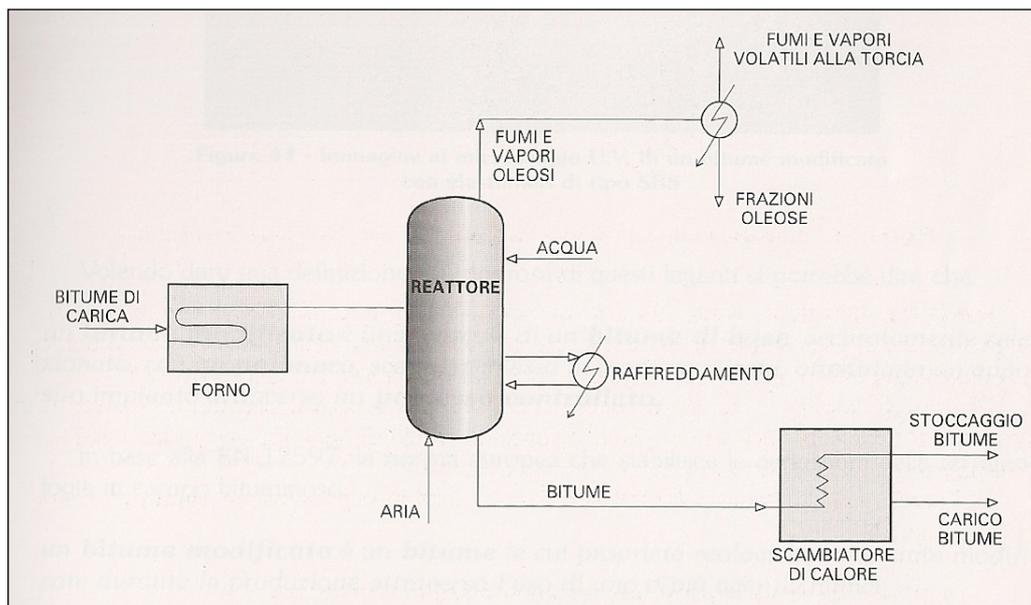


Fig. 2.5 – Schema di un impianto di ossidazione

È altresì evidente che le caratteristiche fisiche del bitume di base subiscono profonde modifiche che, più precisamente, si riflettono sulla consistenza dello stesso e sulle altre caratteristiche ad essa connesse. In particolare si osserva:

- Diminuzione della penetrazione, come primo effetto dell'indurimento
- Aumento sensibile del punto di rammollimento
- Aumento verso il campo dei valori positivi dell'indice di penetrazione, a testimonianza di una riduzione della suscettibilità termica dell'ossidato rispetto al bitume di base
- Aumento dei valori di viscosità

Attraverso l'esercizio delle condizioni operative dell'impianto di ossidazione è possibile ottenere varie gradazioni dei bitumi ossidati. La ridotta suscettibilità termica di questi prodotti li rende particolarmente idonei per usi diversi da quelli stradali e, cioè, nel campo delle impermeabilizzazioni, nelle opere idrauliche e nelle coibentazioni termiche ed elettriche. Inoltre i bitumi ossidati vengono anche utilizzati nella produzione delle vernici bituminose.

2.4 COSTITUZIONE CHIMICA

2.4.1 Composizione elementare e classi dei composti

Le caratteristiche dei bitumi provenienti dalla raffinazione del petrolio dipendono sia dal tipo di grezzo di partenza che dal processo di produzione utilizzato, e se i tipi di processo di produzione risultano ammissibili (pur con le differenze insite nei diversi impianti di produzione), la composizione dei grezzi risulta variabile, non solo tra le diverse zone di produzione, ma perfino nell'ambito della stessa zona. Poiché il bitume viene commercializzato con valori di specifica che sono essenzialmente di tipo fisico e non chimico, la produzione viene indirizzata al raggiungimento di tali valori.

Le prestazioni in opera del legante dipendono quindi direttamente dalle proprietà fisiche e reologiche del materiale, le quali dipendono a loro volta dalla composizione chimica e strutturale del bitume.

In termini di composizione elementare si considera che i bitumi di raffineria siano composti da:

- Carbonio (81÷88%)
- Idrogeno (8÷10%)
- Zolfo (1÷6%)
- Ossigeno (0÷3%)
- Azoto (0÷1%)
- Metalli tra cui vanadio, nickel, ferro, magnesio e calcio che si presentano sotto forma di sali inorganici ed ossidi o in strutture porfiriche (~2000 ppm)

Le percentuali sopra indicate possono variare a seconda del greggio di origine o dal processo produttivo del bitume utilizzato.

Gli atomi di zolfo, ossigeno e azoto sono detti eteroatomi, in particolare lo zolfo tende a reagire con l'ossigeno molto più facilmente del carbonio e dell'idrogeno, dando luogo a processi di ossidazione, che rappresenta la parte primaria del fenomeno dell'invecchiamento del bitume (figura 2.6). Altri contributi all'invecchiamento sono dati dalla perdita di composti leggeri (volatilizzazione) e dalla fotodegradazione.



Fig.2.6 – Apparecchiatura automatica per la determinazione del contenuto di carbonio, idrogeno e azoto nei prodotti petroliferi

Gli idrocarburi che compongono il petrolio si possono dividere in tre classi, a seconda del tipo di catene in essi prevalenti (figura 2.7):

- **Paraffine (alcani)**: idrocarburi saturi a catena aperta (aciclici) lineare o ramificata, aventi formula generale C_nH_{2n+2} ; sono gli idrocarburi più comuni presenti nel petrolio
- **Nafteni (cicloalcani)**: idrocarburi saturi a catena chiusa (ciclici), aventi formula generale C_nH_{2n}
- **Aromatici**: idrocarburi insaturi a catena chiusa, aventi formula generale C_nH_{2n-6} ; generalmente costituiscono solo una piccola percentuale dei petroli

Gli idrocarburi aromatici contengono anelli benzenici detti asfalteni, che danno compattezza al bitume; inoltre forniscono viscosità e sono responsabili dell'invecchiamento subito dal legante.

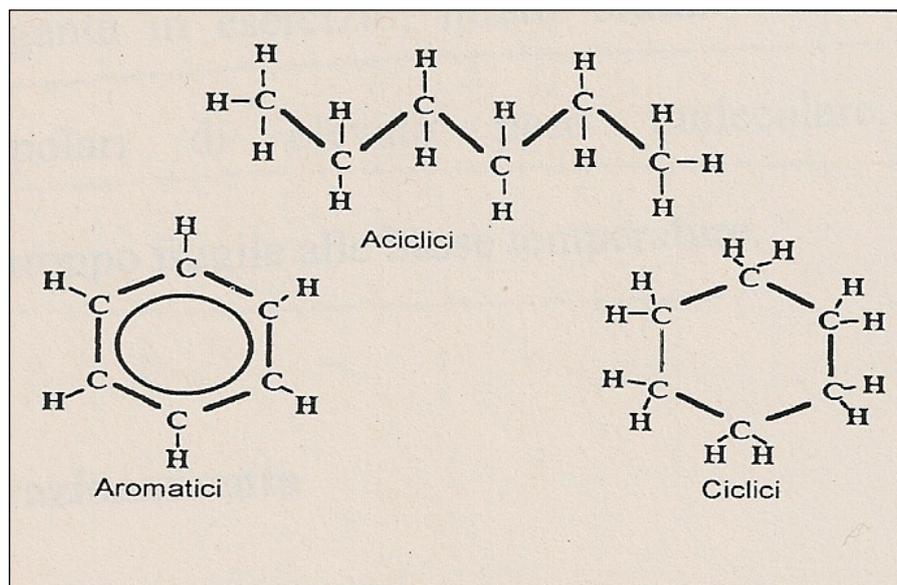


Fig.2.7 – Classificazione degli idrocarburi

I legami chimici che uniscono tra di loro le molecole sono relativamente deboli e possono essere facilmente rotti mediante riscaldamento o applicando azioni tangenziali, questo fatto spiega la natura viscoelastica termoplastica del bitume.

Occorre sottolineare il fatto che se si spezzano i legami mediante riscaldamento, questi si riformano con il raffreddamento del bitume ma la struttura è differente da quella che il legame aveva prima di subire il riscaldamento.

Tutte le molecole possono venire classificate in due categorie funzionali:

- **Polari**
- **Non polari**

Le molecole polari formano una rete e forniscono al bitume le proprietà elastiche, invece quelle non polari costituiscono un corpo continuo, disposto intorno alla rete, che conferisce al materiale le caratteristiche viscoso.

Dal rapporto tra queste due classi di molecole dipendono anche le proprietà del legante in esercizio, infatti bitumi aventi grandi quantità di molecole non polari di elevato peso molecolare, manifestano un comportamento troppo fragile alle basse temperature.

2.4.2 Metodi di frazionamento

I rapporti quantitativi tra i vari componenti vengono corrispondentemente determinati mediante metodi di frazionamento che consentono di dividere il bitume in pochi gruppi di molecole aventi proprietà simili e che possono essere inquadrati nella schematizzazione colloidale.

Essi possono essere classificati in tre principali categorie, a seconda dello schema di separazione impiegato:

- Solventi selettivi
- Tecniche cromatografiche di adsorbimento e desorbimento
- Procedure di precipitazione chimica

I metodi che utilizzano *solventi selettivi* non sono stati frequentemente impiegati. Essi prevedono il trattamento sequenziale del bitume con solventi di polarità crescente che precipitano frazioni di polarità decrescente. Sebbene con tali metodi si eviti il contatto del bitume con supporti o adsorbimenti reattivi e

con componenti che lo possano alterare irrimediabilmente, essi isolano delle frazioni che in genere non sono sufficientemente diverse tra loro (figura 2.8).

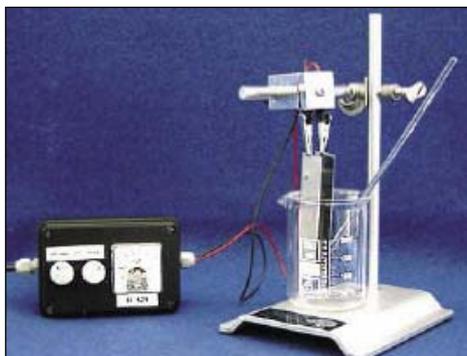


Fig.2.8 – Apparecchio per determinare la polarità delle particelle di bitume

Le tecniche cromatografiche di adsorbimento e desorbimento selettivo hanno invece avuto una notevole diffusione soprattutto nel settore della ricerca. L'operazione preliminare comune a questi metodi è la separazione mediante precipitazione in un solvente paraffinico non polare dei componenti maggiormente polari e meno solubili, detti asfalteni. La soluzione ottenuta viene successivamente introdotta in una colonna cromatografica nella quale i componenti vengono prima adsorbiti dal supporto in allumina e poi desorbiti usando solventi di crescente polarità che consentono di isolare frazioni di polarità via via crescente: i saturi, gli aromatici naftenici e gli aromatici saturi. Le varie tecniche si differenziano tra loro, oltre che per i solventi impiegati, per il tipo di supporto poroso e per la tecnica di valutazione della quantità relativa di ciascuna frazione (figura 2.9).



Fig.2.9 – Colonna cromatografica

I metodi di *precipitazione chimica* sono quasi tutti ottenuti come variazioni del metodo analitico sviluppato da Rostler e Sternberg. Dopo la separazione degli asfaltini per precipitazione in n-pentano, la residua soluzione di malteni viene trattata con soluzioni via via più concentrate di acido solforico (H_2SO_4) e infine con fumi di acido solforico contenente il 30% di SO_3 (anidride solforica). Ciò consente la precipitazione e quindi la valutazione quantitativa di altre tre classi molecolari aventi reattività via via inferiore, denominate basi azotate, prime acidaffine e seconde acidaffine. Infine, i costituenti dei malteni che non reagiscono con i fumi di acido solforico vengono denominati paraffine. Il metodo più utilizzato è quello di Richardson che divide il bitume in quattro gruppi in base alla solubilità in determinati solventi:

- **Carboidi:** elementi insolubili in solfuro di carbonio (CS_2)
- **Carbeni:** elementi insolubili in tetracloruro di carbonio (CCl_4)
- **Asfaltini:** elementi insolubili in alcano bassobollente
- **Malteni:** elementi solubili negli alcani bassobollenti, e possono a loro volta essere suddivisi con procedimenti cromatografici di adsorbimento ed eluizione

I malteni vengono fatti adsorbire su gel di silice e si procede quindi alla eluizione: eluendo rispettivamente con esano, toluolo, cloruro di metilene/metanolo si separano oli saturi, oli aromatici e resine.

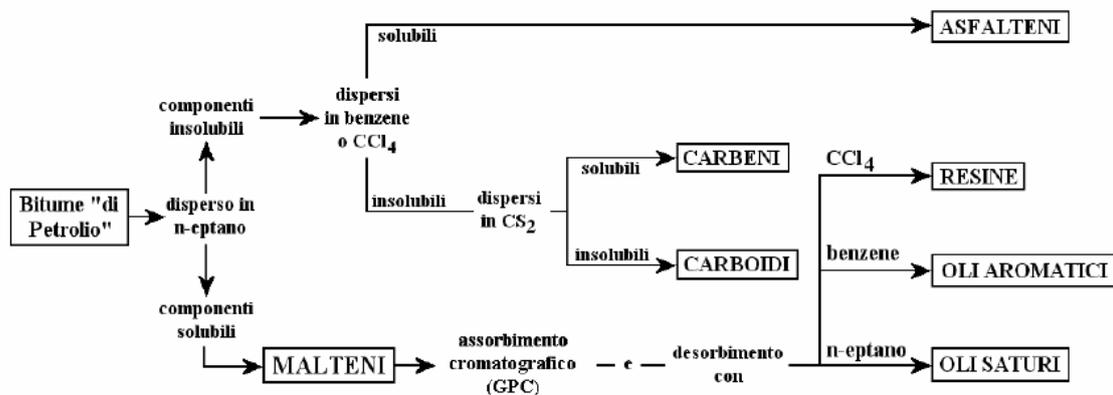


Fig.2.10 – Schema di frazionamento

In ultima analisi il bitume è costituito da (figura 2.10):

- **Asfalteni**
- **Resine**
- **Oli saturi e aromatici**

Gli *asfalteni* sono solidi amorfi costituiti da miscele complesse di idrocarburi, hanno una struttura aromatica, cioè ciclica non satura, sono di colore nero o marrone ed insolubili in n-eptano. La caratteristica che li contraddistingue è l'elevata polarità, la quale traduce la presenza di molecole in cui i legami polari individuali non sono collocati in modo perfettamente simmetrico e dunque non in equilibrio (figura 2.11). I pesi molecolari sono altamente variabili, compresi tra 600 e 300000; il peso molecolare delle molecole asfalteniche è in effetti uno degli aspetti più controversi degli studi sui materiali bituminosi, perché le diverse tecniche forniscono risultati che variano anche di più ordini di grandezza in funzione della metodologia utilizzata. Questo è dovuto al fatto che le tecniche richiedono la diluizione del composto in appositi solventi, che in qualche modo ne alterano la morfologia, causando la dissoluzione delle molecole più pesanti o l'aggregazione di quelle più polari in nuove strutture. Comunque la maggior parte dei dati sperimentali indica un peso molecolare compreso tra 1000 e 100000. Gli asfalteni hanno un grande effetto sulle caratteristiche del bitume anche se sono presenti nel bitume solo tra il 5% ed il 25% in peso [5]. L'aumento del contenuto di asfalteni determina un bitume più duro e più viscoso, con un valore di penetrazione più basso ed un punto di rammollimento più alto.

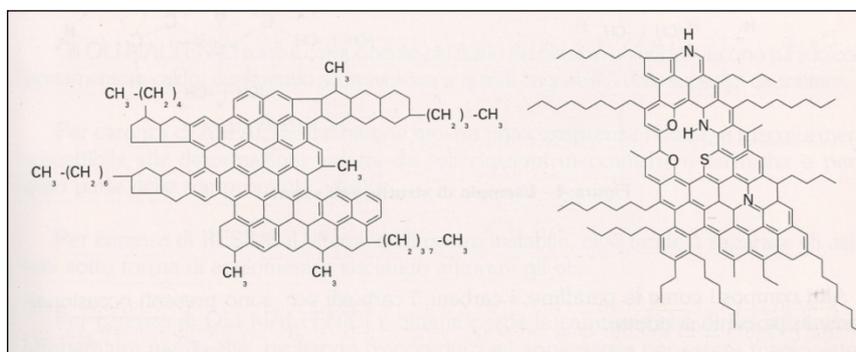


Fig.2.11 – Esempio di strutture di asfalteni

Le *resine* sono composti solubili in n-eptano, strutturalmente molto simili agli asfalteni, di colore marrone scuro e consistenza solida o semisolida, circa uguale alla consistenza dell'intero bitume.

Le resine sono di natura polare ed hanno notevoli proprietà adesive, svolgono la funzione di agenti disperdenti o peptizzanti per le strutture macromolecolari asfaltiche. Sono dei co-solventi per oli ed asfalteni, mutuamente insolubili se non sono presenti in concentrazioni adeguate. Quando il bitume si ossida le resine acquisiscono molecole di ossigeno ed assumono una struttura simile agli asfalteni, quindi la proporzione tra resine ed asfalteni governa, in larga misura, il carattere del bitume. Costituiscono dal 10% al 25% in peso del bitume, ed hanno un peso molecolare variabile tra 500 e 50000 (figura 2.12).

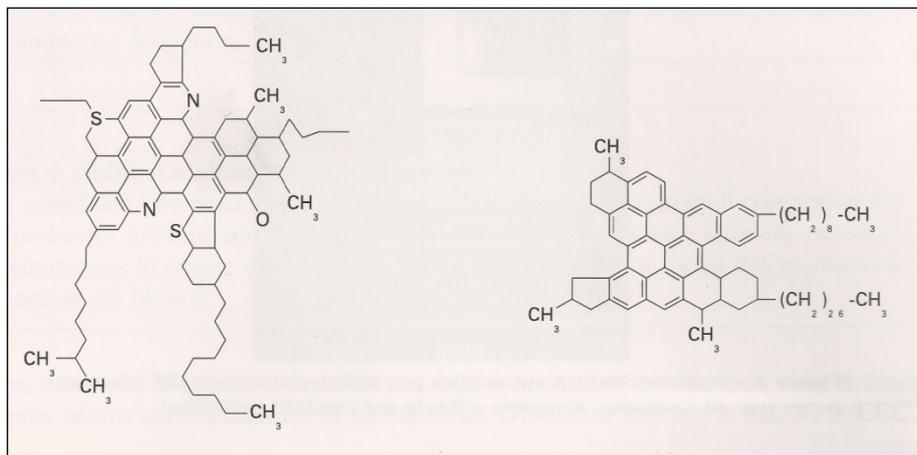


Fig.2.12 – Esempio di strutture di resine

Gli *oli maltenici* si suddividono in due classi: oli aromatici e oli saturi, in relazione al tipo di legami chimici prevalenti nella struttura.

Gli *oli aromatici* sono rappresentabili come un liquido viscoso, di colore marrone scuro, contenente numerosi composti a basso peso molecolare con anelli aromatici. Essi sono costituiti da catene di C non polari in cui dominano i sistemi di anelli insaturi (aromatici) ed hanno un alto potere solvente nei confronti degli altri idrocarburi ad elevato peso molecolare. Gli aromatici costituiscono la frazione maggiore del bitume, dal 40% al 60% in peso, e rappresentano la gran parte del mezzo di dispersione degli asfalteni peptizzati.

Il loro peso molecolare è compreso tra 300 e 2000 (figura 2.13).

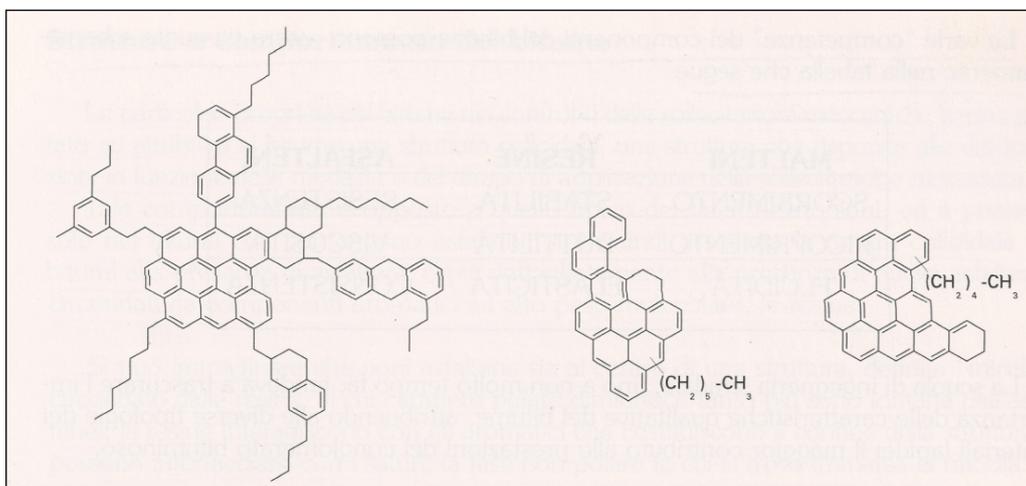


Fig.2.13 – Esempio di strutture di aromatici

Gli *oli saturi* sono un liquido viscoso, di colore bianco giallastro, costituito essenzialmente da idrocarburi saturi a lunga catena, alcuni dei quali con ramificazioni, e da nafteni. Essi sono composti di tipo non polare, di peso molecolare simile a quello degli aromatici, compreso tra 300 e 1500, e corrispondono ad una percentuale tra il 5% ed il 20% in peso del bitume (figura 2.14). I saturi contengono la maggior parte delle cere presenti nei bitumi, le quali si presentano in forma paraffinica. Gli oli saturi e gli aromatici possono essere considerati gli agenti elasticizzanti del bitume.

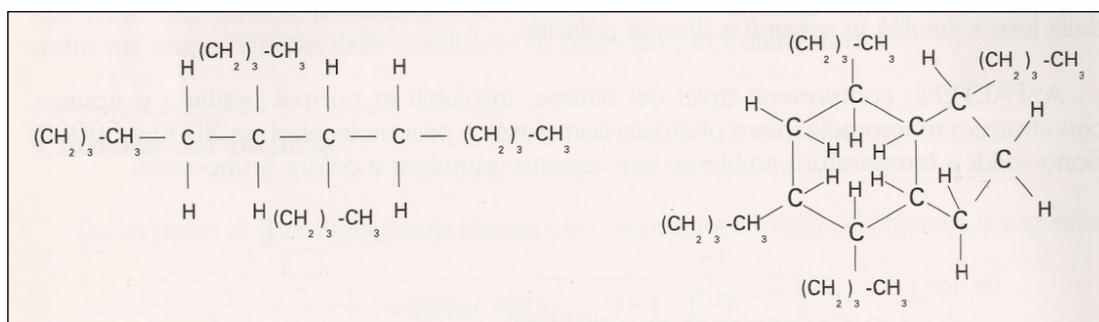


Fig. 2.14 – Esempio di strutture di saturi

2.4.3 Paraffine

Le paraffine costituiscono una parte della frazione dei saturi di particolare interesse per l'utilizzo del bitume nelle costruzioni stradali. Le cere paraffiniche all'interno del bitume hanno specifici effetti sul comportamento reologico del legante in conseguenza dei processi di cristallizzazione/fusione che, nelle cere paraffiniche a basso e medio peso molecolare avvengono in un ristretto range di temperature, in genere interno a quello di esercizio dei leganti su strada.

Occorre considerare che il concetto stesso di cera non è univoco e che diversi composti chimici quali idrocarburi, alcoli, acidi, esteri, presenti all'interno di materiali cerosi naturali, vengono di norma inclusi nella definizione stessa di cere [6]. Per quanto concerne il campo petrolifero, si osserva che le cere, anche se in quantità variabili a seconda dell'origine dei greggi, sono tipici componenti costituiti prevalentemente da n-alcani a lunga catena che si ritrovano conseguentemente anche nei bitumi, all'interno dei quali però non rappresentano gli unici componenti cristallizzanti. Si considera che le cere contenute nel bitume siano differenziabili entro tre categorie: cere macrocristalline (paraffine, $<C_{40}$), cere microcristalline ($>C_{40}$) e cere amorfe.

Sono state condotte diverse indagini con varie tecniche di microspia su diversi bitumi contenenti cere allo scopo di definire la morfologia dei cristalli, le modalità di formazione degli stessi e confermare la qualifica delle cere nelle tre classi [7]. Per quanto concerne gli effetti macroscopici si osserva che, mentre le cere amorfe sembrano ricoprire un ruolo marginale, entrambe le cere di tipo cristallino, oltre che gli altri composti cristallizzanti, debbano essere considerati di particolare interesse nell'ambito degli impieghi stradali del bitume. In conseguenza delle variazioni di temperatura cui le pavimentazioni stradali sono tipicamente soggette durante l'esercizio, nelle cere cristalline si verificano transizioni termodinamiche che si traducono in fenomeni di cristallizzazione-fusione cui corrispondono variazioni delle caratteristiche fisiche dell'intero bitume. Le cere quindi possono produrre effetti macroscopici sulle prestazioni delle pavimentazioni stradali, la cui entità dipende dall'origine e dalla reologia del bitume, ma che certamente scaturiscono dal quantitativo, dalla

composizione chimica e dalla struttura cristallina delle cere [8]. Pertanto sia la determinazione del contenuto di cere nei bitumi che gli effetti sulla reologia dei bitumi ad esse riconducibili sono da sempre oggetto di studio ed in generale si prescrive che in un bitume destinato alle costruzioni stradali il contenuto in peso non debba superare il 3% (figura 2.15).

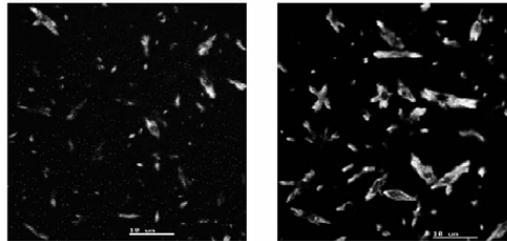


Fig.2.15 – Morfologia dei cristalli di paraffina

2.4.4 Proprietà e funzioni dei componenti del bitume

Gli oli maltenici, le resine e gli asfalteni svolgono funzioni specifiche nel quadro del comportamento fisico del bitume. È importante sia la loro qualità o tipo, sia la rispettiva concentrazione, sia le rispettive interazioni chimiche e fisiche dovute a strutture molecolari.

Gli asfalteni sono i principali responsabili del comportamento viscoso del bitume, della sua elasticità o plasticità in funzione della temperatura, della capacità di resistere a sollecitazioni meccaniche e di depositarsi rapidamente se versato caldo su qualsiasi superficie formando una pellicola molto adesiva. Per carenza di asfalteni il bitume mostra una consistenza ridotta, è maggiormente suscettibile alle deformazioni indotte da sollecitazioni meccaniche o termiche e perde gran parte delle sue proprietà adesive.

Le resine sono i composti che disperdono gli asfalteni e nello stesso tempo anche i malteni. Per questo la loro presenza e la loro qualità, intesa come reattività chimico-fisica assumono un'importanza fondamentale nell'equilibrio dei costituenti del bitume: le resine forniscono elasticità, flessibilità, rendono il bitume duttile e adesivo.

Per carenza di resine il bitume si dimostra instabile, cioè tende a separare gli asfalteni sotto forma di agglomerato lasciando affiorare gli oli.

Gli oli maltenici sono il componente più fluido del bitume, quindi influiscono sul suo comportamento a caldo, conferendo scorrevolezza e quindi bagnabilità delle superfici da trattare. Per carenza di oli maltenici il bitume perde le caratteristiche di fluidità anche a temperature medio-alte, risultando troppo duro e appiccicoso per essere manipolato e senza capacità di scorrimento.

2.4.5 Struttura e comportamento del bitume

Le particolari proprietà del bitume nei confronti delle sollecitazioni meccaniche hanno portato ad attribuire al bitume una struttura colloidale (ipotesi di Nellensteyn), una struttura che risponde alle deformazioni in funzione delle modalità e del tempo di applicazione della sollecitazione meccanica.

Tale comportamento è opposto a quello tipico dei fluidi newtoniani, ed è presente solo nei bitumi che contengono asfalteni; si è quindi associata la natura colloidale dei bitumi alla presenza di asfalteni, o più dettagliatamente alla presenza di nuclei asfaltenici circondati da componenti aromatici ad alto peso molecolare, le resine. Si può immaginare che ogni asfaltene sia al centro di una struttura, definita “*micella*”, circondato dalle resine (il cui carattere polare diminuisce tanto più sono lontane dall’asfaltene); le resine interagiscono con gli aromatici che costituiscono il confine della struttura, e possono interfacciarsi con i saturi, la fase non polare in cui si trova immersa la micella.

In presenza di sufficienti quantità di resine, gli asfalteni sono totalmente solvatati o peptizzati, quindi le micelle hanno buona mobilità nel bitume e a ciò corrisponde un comportamento di tipo liquido newtoniano alle alte temperature e di fluido molto viscoso ma non elastico alle basse temperature. Un bitume avente tali caratteristiche viene definito di tipo **sol** (figura 2.16).

Nel caso opposto, in carenza di resine, gli asfalteni si aggregano tra loro fino a formare una rete continua dove i componenti più leggeri si limitano a riempire i vuoti intermicellari. Si ha un comportamento di tipo fluido non

newtoniano alle alte temperature e di un solido elastico alle basse temperature, tale bitume viene definito di tipo **gel** (figura 2.16).

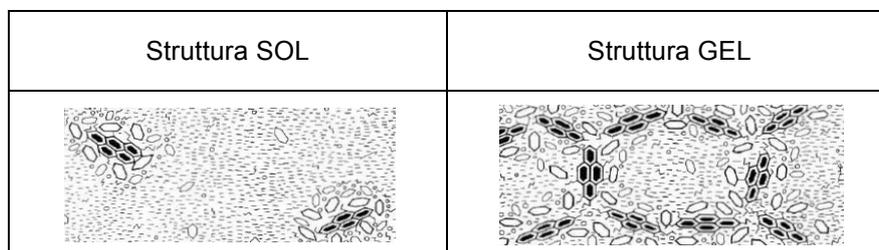


Fig.2.16 – Strutture tipo SOL e GEL

Nella pratica la maggior parte dei bitumi hanno caratteristiche intermedie tra queste due strutture estreme. Il comportamento del bitume, che sia viscoelastico, newtoniano o intermedio, è funzione della temperatura, ma è anche direttamente dipendente dallo stato di aggregazione delle micelle, cioè dal rapporto tra asfaltene, resine, aromatici e saturi. La tabella 2.1 associa la struttura alla costituzione del bitume. I bitumi di tipo intermedio hanno elasticità e proprietà meccaniche migliori dei sol, mentre i bitumi di tipo gel hanno la migliore resistenza meccanica ma non hanno proprietà elastiche.

| Struttura | Asfaltene % | Resine % | Maltene % |
|------------|-------------|------------|------------|
| Gel | >25 | <24 | >50 |
| Sol | <18 | >36 | <48 |
| Intermedio | Da 21 a 23 | Da 30 a 34 | Da 45 a 49 |

Tab.2.1 – Struttura del bitume

Il carattere di un bitume dipende anche dalla frazione degli oli saturi perché questi fanno calare il potere solvente dei maltene nei confronti degli asfaltene, quindi alti contenuti di saturi possono portare ad una flocculazione degli asfaltene, con conseguente crescita del carattere gel. Se gli asfaltene sono molto ramificati, la loro interazione con le resine è maggiore, e quindi risentono meno dell'effetto destabilizzante dei saturi.

Dal punto di vista qualitativo le proprietà reologiche dei bitumi dipendono in un certo qual modo dal contenuto di asfaltini. Si può quindi considerare che a temperatura costante la viscosità di un bitume tende a crescere al crescere della concentrazione di asfaltini. Ma se gli asfaltini fossero entità sferiche insolubili, l'aumento di viscosità sarebbe più grande di ciò che ci si aspetterebbe e ciò suggerisce che ci sia una interazione degli asfaltini tra di loro e con il mezzo solvente. Questi legami si rompono ad alta temperatura e la viscosità di conseguenza diminuisce all'aumentare della temperatura. Si può quindi affermare che alle basse ed intermedie temperature, la reologia dei bitumi è dominata dal grado di associazione degli agglomerati asfaltenici e dalla relativa presenza nel sistema di altre specie che favoriscono tali associazioni.

Si assume poi che, a parità di asfaltini, aumentando il contenuto di aromatici e mantenendo costante il rapporto saturi/resine si ha uno scarso effetto sulla reologia e solo una minima riduzione della deformabilità. Al contrario mantenendo costante il rapporto resine/aromatici e aumentando i saturi il bitume diventa più morbido. In generale si assume che aumentando il contenuto di resine aumenti la durezza del bitume, ovvero si riducano indice di penetrazione e deformabilità a taglio e aumenti la viscosità. Siccome il comportamento globale del bitume è determinato dalla compatibilità e dalle interazioni tra i diversi componenti nella miscela piuttosto che dalla quantità relativa di questo o di quel componente, sono stati proposti diversi parametri sintetici di composizione da correlare con il comportamento reologico.

È il caso del cosiddetto **indice di instabilità colloidale** I_c , proposto da Gaestel e definito come:

$$I_c = \frac{As + Sa}{Ar + Re} \quad (\text{eq.2.1})$$

E dal **rapporto di compatibilità** R_c espresso dalla formula:

$$R_c = \frac{\text{Basi azotate}}{\text{Paraffine}} \quad (\text{eq.2.2})$$

Al numeratore dell'equazione 2.1 compare la percentuale di quell'insieme di molecole che danno corpo al bitume (asfalteni) e degli agenti flocculanti (oli saturi), mentre al denominatore viene riportata la somma delle percentuali di solventi (oli aromatici) e degli agenti peptizzanti (resine): al crescere di tale rapporto viene così seguita la transizione da un sistema disperso di tipo sol a uno flocculato di tipo gel.

Nell'equazione 2.2 del rapporto di compatibilità vengono invece messi in relazione i componenti più reattivi e i meno reattivi; valori superiori a 0,5 vengono in genere considerati accettabili.

2.5 L'INVECCHIAMENTO DEL BITUME

L'invecchiamento, detto anche indurimento, è uno dei fattori che determinano la vita di un manto stradale; esso risulta essere provocato dall'ossidazione, dalla perdita dei componenti volatili e dall'adsorbimento selettivo di frazioni da parte dei materiali con i quali il bitume è a contatto, oltre che da cause di deterioramento quali l'azione dell'acqua e degli agenti atmosferici. I bitumi sono soggetti ad un'alterazione nel tempo, che comporta delle trasformazioni delle loro proprietà chimiche, fisiche, colloidali e reologiche di primaria importanza dal punto di vista applicativo, siccome il fenomeno dell'*ageing* tende a rendere il bitume più fragile e quindi più suscettibile alla fessurazione, abbassandone la sua durabilità.

L'invecchiamento del bitume può essere di due tipi ed avviene in differenti istanti:

- Invecchiamento primario o di breve termine:
 - Nella fase di produzione dei conglomerati bituminosi
 - Durante la fase di stesa dei conglomerati bituminosi
- Invecchiamento secondario o di lungo termine:
 - Durante l'esercizio della pavimentazione

Come espresso dal diagramma in figura 2.17, si può definire un indice di invecchiamento (*ageing index*) sulla base della variazione della viscosità.

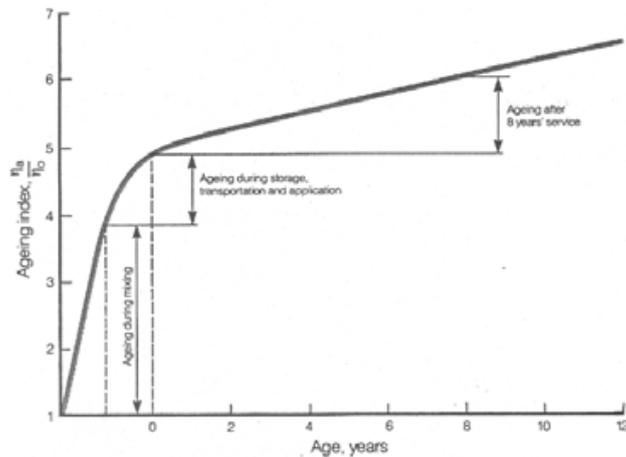


Fig.2.17 – Processo di ageing valutato in termini di incremento della viscosità

Si osserva sperimentalmente come l'effetto principale si esaurisca durante la fase primaria, in seguito all'accelerazione dei fenomeni di ossidazione conseguente alle elevate temperature richieste per la miscelazione di bitume ed aggregati lapidei in impianto. Oltre che con riferimento alle proprietà meccaniche è possibile definire gli effetti dell'invecchiamento sulla base di variazioni che avvengono nella costituzione chimica [9]. Si osserva in questo caso come la tendenza generale sia quella crescente della frazione asfaltenica e conseguentemente decrescente quella delle altre frazioni (figura 2.18). L'andamento medio rispecchia quello atteso in relazione all'aumento della viscosità, pertanto gli effetti dell'ageing provocano un indurimento del bitume. Si può inoltre osservare che durante l'invecchiamento primario si esauriscono la maggior parte delle variazioni delle singole frazioni.

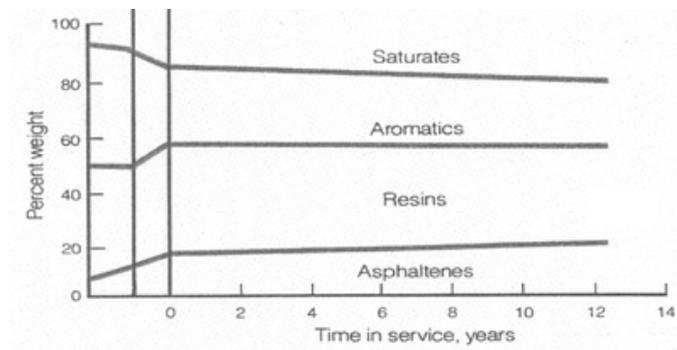


Fig.2.18 – Variazione delle frazioni durante i processi di invecchiamento

In termini viscoelastici si considera che gli effetti dell'ageing provochino variazioni costanti del modello che si riflettono nella variazione delle funzioni di creep e stress relaxation. L'effetto è schematizzato in figura 2.19, dove t_{A1} , t_{A2} e t_{A3} sono tempi successivi a diversi stadi di ageing e $G(t, t_A)$ rappresenta la funzione di creep con dipendenza dal tempo di ageing esplicitata.

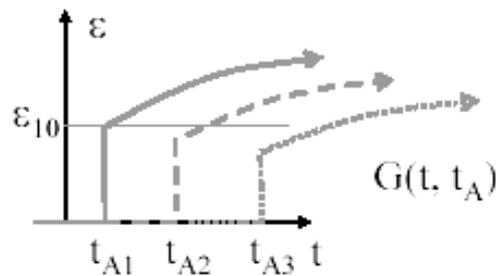


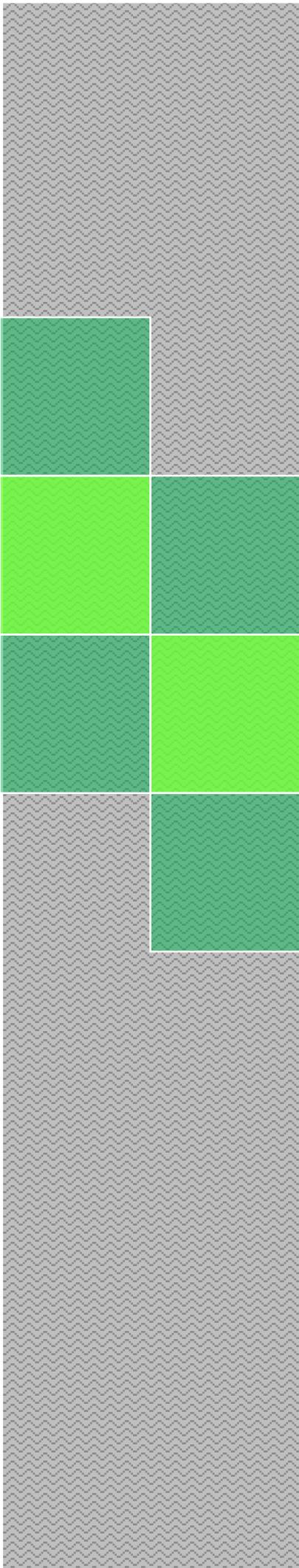
Fig.2.19 – Variazione delle frazioni durante i processi di invecchiamento

In seguito ai processi di invecchiamento accelerato con RTFOT sia su bitumi tradizionali che modificati con copolimero SBS di tipo radiale, si è riscontrato un incremento della zero-shear viscosity e delle altre proprietà reologiche [10]. Oltre che alla classica prova RTFOT per invecchiare il bitume sono stati utilizzati metodi alternativi, quali radiazioni UV e l'impiego di RTFOT modificato.

L'invecchiamento a lungo termine dei bitumi stradali viene invece di norma studiato tramite PAV, camera termostata che agli effetti della temperatura combina quelli di una pressione maggiore rispetto a quella atmosferica. Sull'effetto dell'invecchiamento a lungo termine sui bitumi modificati con polimeri si può considerare che si manifestano effetti particolarmente marcati sia sulle proprietà reologiche dei leganti che su quelle convenzionali quali la duttilità. Un'altra forma di invecchiamento che però non va confusa con l'indurimento prodotto dai fenomeni sopra esposti, è il cosiddetto *physical hardening*, che si manifesta quando il bitume è esposto alle basse temperature per lungo tempo, e produce ritiro ed indurimento all'interno del legante, a causa del cambiamento di struttura prodotta durante il raffreddamento. Questo fenomeno diviene sempre più pronunciato tanto più la temperatura è minore di zero gradi, ragion per cui deve essere considerato testando il materiale alle bassissime temperature.

Capitolo 3

Materiali



3.1 INTRODUZIONE

L'aumento del traffico veicolare e dei carichi pesanti sono spesso una delle principali cause del rapido degrado delle pavimentazioni stradali, in quanto nel tempo producono fessurazioni e deformazioni permanenti (ormai), tutto ciò può essere accelerato dal sottodimensionamento della sovrastruttura, ma anche dalla dequalificazione dei leganti bituminosi data la difficile o inadeguata selezione fatta in raffineria sui greggi di partenza. A fronte di questo problema si è cercato di trovare soluzioni alternative basate sulla ricerca di agenti additivanti dei leganti bituminosi, che fossero in grado di conferire a questi ultimi quelle caratteristiche reologiche più consone alla sempre più severe prestazioni richieste in fase di esercizio. In effetti il modificarsi delle caratteristiche del bitume con la temperatura rende praticamente impossibile la confezione di miscele che presentino un buon comportamento tanto alle basse quanto alle alte temperature, costringendo ad accontentarsi di soluzioni di compromesso. Il problema è stato risolto introducendo i bitumi modificati.

3.2 BITUMI MODIFICATI

In base alla EN 12597 un bitume modificato è un bitume le cui proprietà reologiche sono state modificate durante la produzione attraverso l'uso di uno o più agenti chimici, dove per agenti chimici si intendono polimeri sintetici. Queste miscele bitume-polimero danno origine ai polymer-modified (PMB), sistemi bifase sviluppati per incrementare le prestazioni dei leganti stradali e conseguentemente la vita utile, le resistenze meccaniche e la durata in esercizio delle pavimentazioni flessibili. Alcuni casi tipici in cui è sicuramente opportuno l'utilizzo di bitumi modificati sono strade con elevato traffico pesante canalizzato, sovrastrutture operanti in condizioni climatiche critiche; sezioni stradali e pavimentazioni aeroportuali in cui la frequenza degli interventi di manutenzione deve essere ridotta; pavimentazioni drenanti e fonoassorbenti, in cui l'elevato grado di porosità deve trovare riscontro nelle migliorate prestazioni del legante.

La grande maggioranza dei modificanti, circa il 75%, è costituita dagli elastomeri termoplastici; i più diffusi sono SBS (Stirene-Butadiene-Stirene), SIS (Stirene-Isoprene-Stirene) e SB (Stirene- Butadiene).Altri polimeri molto utilizzati sono i plastomeri (circa 15% del mercato), mentre una modesta percentuale è riservata ai polimeri reattivi.I plastomeri e gli elastomeri formano generalmente una struttura reticolata che ingloba la fase bituminosa: la rete costitutiva del polimero si rigonfia ma mantiene le sue caratteristiche, che si riflettono sulle proprietà del bitume.I polimeri reattivi, fra i quali possiamo citare i RET (ReactiveEthyleneTerpolymers), presentano anelli epossidici che reagiscono con gruppi funzionali presenti nelle molecole asfalteniche, creando un vero e proprio legame chimico con la matrice bituminosa.

Il polimero aggiunto non deve però determinare un eccessivo aumento della viscosità del bitume allo stato fuso, in modo che i macchinari di lavorazione siano quelli della usuale filiera produttiva.

Quando un polimero è aggiunto al bitume, le sue proprietà modificate dipendono dalle:

- Caratteristiche del polimero
- Caratteristiche del bitume
- Condizioni di miscelamento
- Compatibilità del polimero col bitume

Sebbene la modificazione polimerica sembri essere la miglior soluzione per migliorare le proprietà del bitume, questi sistemi presentano tre grandi problematiche:

- Bassa compatibilità polimero-bitume (che influenza la stabilità del sistema)
- Più alte viscosità durante la lavorazione e l'applicazione
- Costi più alti

Le ragioni principali per cui si modifica il bitume con un polimero possono essere riassunte così [11]:

- Ottenere miscele più tenere a basse temperature e ridurre il cracking
- Ottenere miscele più dure ad alte temperature e ridurre il rutting

- Ridurre la viscosità alla temperatura di servizio
- Aumentare la stabilità e la coesione delle miscele
- Migliorare la resistenza all'abrasione delle miscele
- Migliorare la resistenza alla fatica delle miscele
- Migliorare la resistenza all'ossidazione e all'invecchiamento delle miscele
- Ridurre lo spessore strutturale dei manti stradali

I modificanti con il miglioramento di tutte le proprietà del bitume hanno consentito anche la realizzazione di conglomerati bituminosi di tipo “aperto” ossia ad elevato grado di porosità (fino al 18% contro un massimo del 5% consentito da un manto tradizionale). Questi conglomerati hanno ottime proprietà drenanti e fonoassorbenti.

Con superfici bagnate il drenaggio consente di eliminare i fenomeni di “acquaplaning” e di nebulizzazione dell'acqua alle spalle del veicolo in marcia, aumentando rispettivamente l'aderenza e la visibilità, quindi la sicurezza di chi guida.

La fonoassorbenza riduce l'inquinamento acustico causato dal rotolamento dei pneumatici abbattendo il rumore generato dal traffico veicolare.

Il comportamento reologico delle miscele bitume-polimero è di grande interesse perché è strettamente relazionato alle performance dei manti stradali. Inoltre, l'aggiunta di piccole quantità di polimero cambia molto le proprietà reologiche del bitume. L'addizione di polimeri introduce una difficoltà aggiuntiva alla comprensione della struttura del bitume. La formazione di un sistema omogeneo non è facile e sorgono problemi d'incompatibilità.

Dal momento in cui una miscela consiste di due fasi distinte, si possono considerare due casi per sistemi modificati:

- *Basso contenuto di polimero*: in questo caso il bitume è la fase continua del sistema e la fase polimerica (generalmente minore del 3-4% un peso) è dispersa in essa. La fase polimerica dispersa migliora le proprietà della miscela sia alle basse che alle alte temperature. In altre parole, il polimero estende il range di temperature efficace del bitume. In questo caso la scelta del bitume è un fattore determinante, ed i materiali sono di solito usati per pavimentazioni stradali.

- *Contenuto di polimero sufficientemente alto*: in questo caso il polimero rappresenta la fase continua e il bitume quella dispersa. Le proprietà di tale sistema sono fondamentalmente diverse da quelle del bitume e dipendono essenzialmente da quelle del polimero.

3.2.1 Polimeri impiegati per la modifica dei bitumi

I polimeri di interesse per la modifica del bitume si possono classificare, in base ad una differenziazione di tipo qualitativo della mobilità molecolare a temperatura ambiente, in:

- Polimeri termoplastici (o plastomeri)
- Elastomeri termoplastici
- Polimeri reattivi

In tabella sono mostrate le caratteristiche dei principali polimeri:

| Polimero | Vantaggi | Svantaggi | Usi |
|---------------------------|---|---|---|
| PE | <ul style="list-style-type: none"> ▪ Resistenza alle alte temperature ▪ Resistenza all'invecchiamento ▪ Basso costo | <ul style="list-style-type: none"> ▪ Difficile da disperdere nel bitume ▪ Problemi d'instabilità ▪ Sono necessarie alte % di polimero per raggiungere migliori proprietà ▪ No recupero elastico | <ul style="list-style-type: none"> ▪ Usi industriali ▪ Poche applicazioni stradali |
| PP | <ul style="list-style-type: none"> ▪ Basso incremento di viscosità ▪ Alta T di rammollimento ▪ Bassa penetrazione ▪ Allarga il range di plasticità e migliora la resistenza di carico della miscela | <ul style="list-style-type: none"> ▪ Problemi di separazione ▪ Nessun miglioramento in elasticità o proprietà meccaniche ▪ Bassa resistenza alla fatica indotta da escursioni termiche | <ul style="list-style-type: none"> ▪ PP atattico usato per roofing ▪ PP isotattico non è applicato su scala commerciale |
| Resine epossidiche | <ul style="list-style-type: none"> ▪ Non esibiscono flusso viscoso ▪ Molto resistenti ad attacco chimico ▪ Minore suscettibilità alla temperatura ▪ Maggiore flessibilità ▪ Resistenza al cracking ▪ Migliore adesività | <ul style="list-style-type: none"> ▪ Alto costo ▪ Miscelate con il bitume, la miscela mostra il comportamento di resine termoindurenti più che quelle del bitume | <ul style="list-style-type: none"> ▪ Applicazioni speciali come airport paving |

| | | | |
|-----------------------|---|--|---|
| EVA EMA | <ul style="list-style-type: none"> ▪ Notevole compatibilità in alcuni casi ▪ Cambiamenti di viscosità minimi comparati con prodotti competitivi ▪ Termicamente stabile alle normali temperature di miscelamento e di trattamento ▪ Bassi costi se paragonati a polimeri a blocchi ▪ Maggiore adesività | <ul style="list-style-type: none"> ▪ Nessun miglioramento nel recupero elastico | <ul style="list-style-type: none"> ▪ Paving ▪ Roofing |
| EPDM | <ul style="list-style-type: none"> ▪ Maggiore capacità di dispersione ▪ Necessarie alte % per avere miglioramenti apprezzabili delle performance | <ul style="list-style-type: none"> ▪ Non facile miscibilità con il bitume ▪ A volte è necessario l'air blowing | <ul style="list-style-type: none"> ▪ Roofing |
| SBS SIS | <ul style="list-style-type: none"> ▪ Maggiore elasticità a basse temperature ▪ Migliore resistenza alla deformazione e alla dilatazione alle alte temperature ▪ Elasticità molto buona ▪ Incremento della resistenza al rutting ▪ Maggiore adesività bitume aggregato ▪ Buona stabilità della miscela quando usata in basse % | <ul style="list-style-type: none"> ▪ Alto costo ▪ Resistenza alla penetrazione ridotta ▪ Maggiore viscosità alle temperature di processo ▪ Resistenza al calore e all'ossidazione minore di quella delle poliolefine ▪ Bitume idoneo per miscele con SBS deve avere un alto contenuto di aromatici e basso di asfalteni | <ul style="list-style-type: none"> ▪ Paving ▪ Roofing |
| Polidiolefine | <ul style="list-style-type: none"> ▪ Più facile da disperdere rispetto alle poliolefine ▪ Conferiscono caratteristiche di elasticità più evidenti di quelle degli altri materiali termoplastici | <ul style="list-style-type: none"> ▪ Il doppio legame in tutte le catene può portare alla parziale decomposizione della catena polimerica per riscaldamento o in presenza di ossigeno | <ul style="list-style-type: none"> ▪ Roofing |
| Gomma naturale | <ul style="list-style-type: none"> ▪ Maggiore resistenza al rutting ▪ Maggiore duttilità ▪ Maggiore elasticità | <ul style="list-style-type: none"> ▪ Sensibile alla decomposizione e all'assorbimento di ossigeno ▪ Troppo alto peso molecolare (bassa compatibilità) | <ul style="list-style-type: none"> ▪ Paving |

Tab.3.1 – Caratteristiche dei polimeri

Un elemento importante per giudicare le prestazioni di un polimero all'interno di una miscela è la valutazione della temperatura di rammollimento della miscela. Nella figura 3.1 è mostrato l'innalzamento delle temperature di rammollimento provocata dal polimero in funzione della percentuale in peso del polimero impiegato, per i polimeri citati sopra.

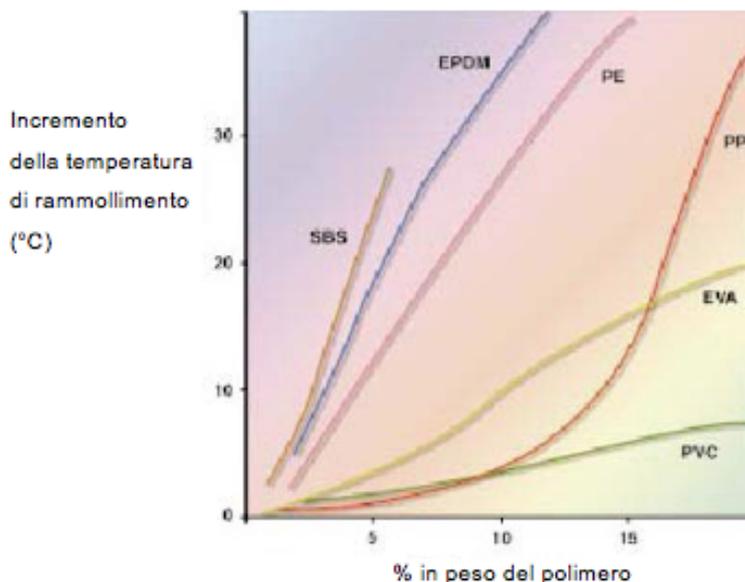


Fig.3.1 – Correlazione tra punto di rammollimento e percentuale di polimero

3.2.1.1 Stirene-Butadiene-Stirene (SBS)

Gli elastomeri termoplastici SBS sono attualmente i polimeri più utilizzati nella modifica dei bitumi, grazie alla loro capacità di conferire ottima lavorabilità alle alte temperature, migliore resistenza alle sollecitazioni meccaniche ed un buon comportamento elastico.

La sigla stessa indica la configurazione dell'elastomero, un copolimero a blocchi stirene-butadiene-stirene, la cui struttura è mostrata in figura 3.2. Il peso molecolare medio è di 10000-15000 U.M.A. per il polistirene e di 50000-70000 U.M.A. per il polibutadiene; i nuclei polistirenici rappresentano mediamente il 30% del peso del polimero.

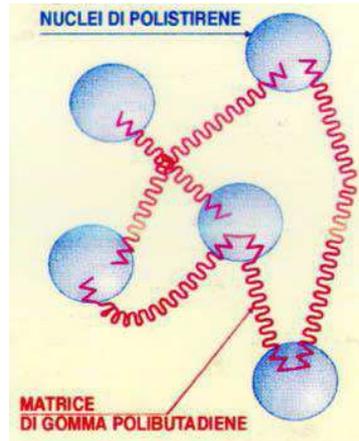


Fig.3.2 – Struttura SBS

La struttura molecolare dell'SBS può essere:

- Lineare
- Radiale

La struttura lineare vede due blocchi di polistirene posizionati agli estremi del blocco elastomerico di polibutadiene, mentre nella struttura radiale i blocchi di polistirene, almeno tre, sono disposti in una configurazione a stella intorno al polibutadiene (figura 3.3).

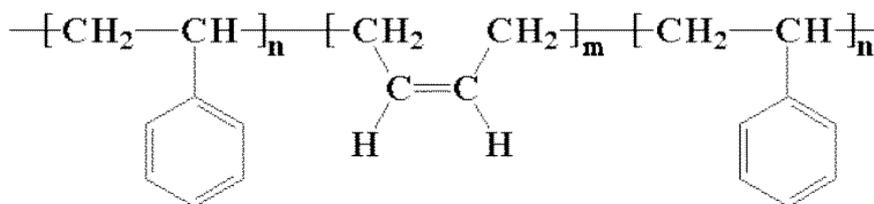


Fig.3.3 – Unità di SBS

Il comportamento meccanico è dovuto proprio alla struttura bifasica del copolimero, costituita da domini di polistirene dispersi in una matrice di gomma polibutadiene. Tale configurazione è dovuta principalmente alla marcata differenza delle temperature di transizione vetrosa dei due polimeri: il polistirene ha una temperatura di transizione vetrosa di 95°C mentre per i domini di gomma polibutadiene è circa -80°C. Sotto la temperatura di transizione vetrosa dello stirene, quindi alle normali condizioni di esercizio di una pavimentazione stradale, i blocchi stirenici

dell'unità monometrica si uniscono a formare dei nuclei uniti dalle catene polibutadieniche che danno luogo ad una conformazione a "rete". L'SBS presenta a temperatura ambiente un comportamento analogo alle gomme vulcanizzate: i segmenti polibutadienici agiscono come elastomeri mentre quelli polistirenici formano domini rigidi che operano come punti di reticolazione. Questa struttura reticolata (diversamente delle gomme vulcanizzate) è reversibile, quindi le proprietà fisiche e meccaniche del copolimero non variano dopo ripetuti riscaldamenti e raffreddamenti, proprietà molto importante che caratterizza anche il bitume modificato con SBS.

Dal punto di vista morfologico il bitume modificato con elastomeri costituisce un sistema multifase: una fase ricca in polimero contenente una certa percentuale di malteni assorbiti dallo stesso, una fase ricca di asfalteni ed una fase costitutiva principalmente da malteni.

A basse concentrazioni del modificante (solitamente inferiori al 4%, ma la soglia è variabile) si osserva una fase bituminosa continua nella quale è disperso il polimero: risulta un materiale meno fragile alle basse temperature, ma le caratteristiche della miscela sono quelle della base bituminosa.

Ad elevate concentrazioni del polimero (superiori al 5-7%) si forma una matrice polimerica continua nella quale il bitume funge da agente plastificante; le proprietà di questo sistema dipendono principalmente da quelle del polimero.

Se il contenuto in polimero è intermedio, intorno al 4-6%, si possono formare microstrutture nelle quali le due fasi sono continue ed interconnesse; questa dispersione è difficile da controllare perché le proprietà dipendono spesso dalla storia termica.

Quando l'SBS è miscelato con la base bituminosa, la fase elastomerica del copolimero assorbe la frazione maltenica (frazione oleosa) e si rigonfia, aumentando il suo volume fino a nove volte, in funzione del tipo di base. Percentuali di polimero medio-alte, intorno al 5-7% in peso, creano una rete tridimensionale polimerica che modifica radicalmente le proprietà del bitume.

Il prodotto ottenuto ha un intervallo di elastoplasticità molto più ampio, miglior comportamento ad alte e basse temperature e maggior resistenza alla fatica e all'usura dettato dall'incremento delle proprietà elastiche.

Il problema derivante dalla modifica con questo copolimero è che la struttura non è termicamente stabile. La gomma termoplastica ha un peso molecolare simile a quello degli asfaltini o addirittura più alto.

Gli asfaltini e il polimero competono per il potere solvente della fase maltenica e se la quantità di malteni è insufficiente si può creare una separazione di fase; questa separazione è un indice della incompatibilità della base bituminosa con la fase polimerica.

L'efficacia della modifica e la stabilità durante il trasporto, lo stoccaggio e la messa in opera del prodotto si basano sull'ottimizzazione di molti parametri:

- Composizione e quantità del modificante
- Composizione del bitume
- Profilo termico del processo di miscelamento
- Entità dello sforzo di taglio nella miscelazione e adeguato tempo di contatto

È possibile inoltre migliorare la compatibilità aggiungendo il bitume con oli aromatici, tenendo conto che una percentuale troppo alta dissolve i blocchi polistirenici annullando i benefici dell'aggiunta del copolimero. In ogni caso le caratteristiche della base sono determinanti per la struttura finale del prodotto.

| Binder | Penetration | Softening point | Saturates (%) ^a | Aromatics (%) ^a | Resins (%) ^a | Asphaltenes (%) ^a | Colloidal index ^b |
|---|-------------|-----------------|----------------------------|----------------------------|-------------------------|------------------------------|------------------------------|
| Bitume A | 73 | 47 | 4 | 68 | 19 | 9 | 0,149 |
| Bitume B | 81 | 46,8 | 11 | 58 | 17 | 14 | 0,333 |
| a) Iatroscan thin film chromatography SARA analysis | | | | | | | |
| b) Colloidal index = (asphaltenes+saturates)/(resins+aromatics) | | | | | | | |

Tab.3.2 – Basi bituminose

A titolo d'esempio sono riportate in figura 3.4 le fotografie effettuate con il microscopio a fluorescenza di alcuni bitumi modificati con SBS, dove varia la base bituminosa e la percentuale di polimero modificante [12].

Il bitume di tipo A è una base paraffinica (Russia) mentre quello di tipo B è una base naftenica (Venezuela); le due basi hanno punto di rammollimento e consistenza molto simili (Tabella 3.2) ma differiscono profondamente per la composizione chimica. La modifica è stata effettuata con percentuali in peso di copolimero del 5% e 7% per entrambe le basi. Dalle immagini riportate è evidente la natura complessa dell'interazione bitume polimero, fortemente dipendente dalla natura della base bituminosa e della percentuale di modificante.

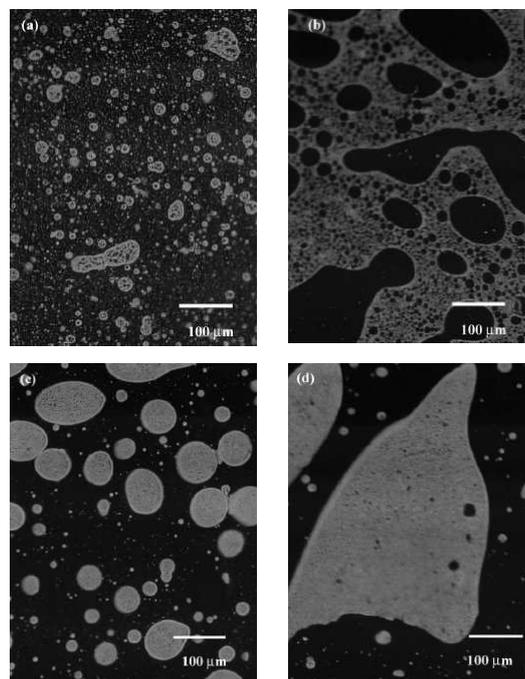


Fig.3.4 – Morfologia del bitume modificato con SBS

In generale il bitume a base paraffinica mostra una più marcata variazione delle caratteristiche reologiche rispetto a quello naftenico a parità di polimero modificante.

Tali differenze, in particolar modo il miglioramento delle proprietà elastiche, sono ancora più evidenti alle alte temperature e alle basse frequenze. Questo è dovuto al fatto che la bassa viscosità della base bituminosa paraffinica permette alle proprietà elastiche della "rete" costruita dal polimero di influenzare maggiormente le proprietà meccaniche dall'asfalto così ottenuto.

3.3 CONGLOMERATI BITUMINOSI CON BITUMI MODIFICATI

Le più recenti statistiche riferite alla produzione di conglomerati bituminosi mostrano come l'Italia sia la seconda produttrice di conglomerato bituminoso a caldo in Europa.

Per la loro produzione si ha un elevato consumo di risorse naturali non rinnovabili quali carburanti, combustibili ed energia elettrica. Inoltre la produzione e la stesa di questi conglomerati provocano grandi emissioni di fumi che vanno ad inquinare l'ambiente. Grazie all'utilizzo dei bitumi modificati è stato possibile creare conglomerati bituminosi ecocompatibili come le miscele "tiepide" o a "bassa energia" denominate *Warm Mix Asphalt*, oppure miscele modificate con polverino di gomma denominate *Rubber Asphalt*.

3.3.1 Warm Mix Asphalt

Al fine di ridurre le temperature di confezionamento e di compattazione in sito dei conglomerati bituminosi a caldo senza compromettere le caratteristiche prestazionali, sono state sviluppate procedure di produzione, denominate "*Warm Mix Asphalt*" (WMA), meglio note in Italia come conglomerato bituminoso "tiepido". Tale riduzione delle temperature di processo può essere ottenuta mediante l'aggiunta di additivi minerali quali le zeoliti alla miscela tradizionale o di additivi organici, tra cui le cere paraffiniche, ai bitumi impiegati.

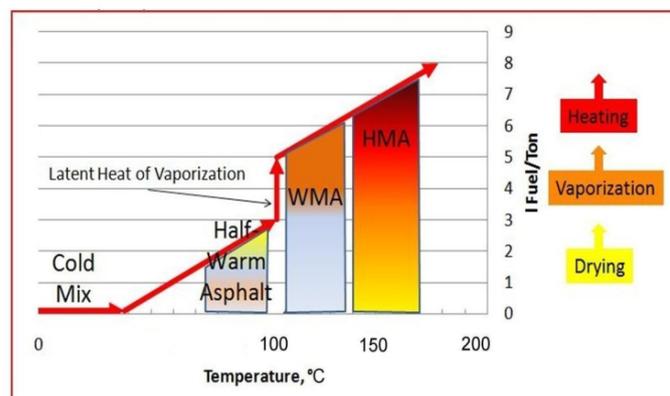


Fig.3.5 – Classificazione delle miscele in base al range di temperatura

Grazie a tale additivazione con fluidificanti del bitume si ottiene una diminuzione della viscosità del bitume alle alte temperature ed un sostanziale aumento della stessa alle temperature inferiori a 80°C circa. Questo fatto, garantisce, da un punto di vista prestazionale, l'aumento della temperatura di rammollimento del legante e quindi la conseguente diminuzione dei fenomeni di ormaimento, e da un punto di vista ambientale, la riduzione delle temperature di produzione e stesa consentendo l'abbattimento della produzione di fumi, l'emissione di sostanze inquinanti (CO₂), e i consumi energetici.

Le tecnologie WMA operano in un range di temperature poco al di sopra dei 100°C; grazie a questo le miscele possono essere riscaldate a temperature relativamente basse (se paragonate a quelle di una miscela calda) e, tuttavia, presentano bassa viscosità sufficiente ad ottenere un ottimo miscelamento ed un'ottima compattazione e proprio per questo motivo vengono definite anche ad "alta lavorabilità".

Nel tempo sono state sviluppate diverse metodologie per produrre WAM e che possono essere suddivise in tre differenti categorie [13]:

- Foamed Mix Asphalt
- Warm Asphalt Mixes with Foam (WAM-FOAM)
- Aggiunta di additivi organici al bitume

Mediante la tecnica del Foamed Mix Asphalt si cerca di sfruttare i benefici ottenibili dalla schiumatura del bitume. Ci sono due tecniche comunemente utilizzate per generare una schiuma di bitume:

- Introduzione d'acqua mediante ugelli
- Additivazione con zeoliti

Nel primo caso l'obiettivo è quello di ridurre la viscosità del bitume durante la fase di miscelazione con gli inerti ed esso viene raggiunto introducendo una certa quantità d'acqua insieme al bitume, mediante la quale si vanno ad alterare temporaneamente le proprietà del legante. A contatto con il bitume caldo, l'acqua introdotta si trasforma in vapore, aumenta il volume del bitume e riduce la sua viscosità. A seguito del raffreddamento del materiale, il bitume torna a comportarsi come un comune legante.

L'aumento di volume, perciò, dipenderà da diversi fattori, come la quantità d'acqua introdotta e la temperatura del legante.

Anche l'utilizzo di additivi minerali come le zeoliti permettono la "schiumatura" del bitume. Esse si comportano come "spugne", contenenti acqua, che una volta riscaldate a temperature superiori a 100°C emettono vapore acqueo ottenendo come effetto diretto l'espansione del mastice bituminoso e la riduzione delle temperature di confezionamento. Il miglioramento della lavorabilità può durare per un periodo di 6-7 ore fino a che la temperatura non scende al di sotto dei 100°C.

La tecnica WAM-FOAM è un processo a due fasi: nella prima viene utilizzato un bitume soft per ricoprire gli aggregati e viene aggiunto il filler, nella seconda si schiuma il bitume di tipo hard e si miscela il tutto.

Un'altra tecnica è quella di utilizzare emulsioni caratterizzate da un più elevato contenuto di bitume (oltre il 70%) e da temperature maggiori rispetto alle emulsioni convenzionali (la cui temperatura è quella ambiente). Tali emulsioni contengono additivi chimici al fine di migliorare la lavorabilità e l'adesione. L'acqua contenuta nell'emulsione evapora rapidamente durante le fasi di miscelazione e stesa a causa delle più elevate temperature utilizzate.

L'aggiunta di diversi additivi organici al bitume per ridurre la viscosità a temperature al di sopra di circa 90°C è un'altra tecnica comunemente impiegata. Il tipo di additivo fluidificante deve essere selezionato attentamente in modo che il punto di fusione sia più elevato dell'attesa temperatura d'esercizio (altrimenti si possono verificare deformazioni permanenti).

La tecnologia Warm Mix Asphalt permette di ottenere ottimi risultati in termini di performance della miscela. La spiegazione dell'incremento prestazionale deriva fondamentalmente dal miglioramento della lavorabilità e dal fatto che si possa raggiungere una maggiore densità di compattazione.

La più elevata densità riduce l'indurimento del bitume in esercizio nel lungo periodo e riduce anche l'effetto negativo dell'umidità e dell'acqua superficiale. Inoltre le più basse temperature di produzione possono anche diminuire i danni dovuti all'invecchiamento del bitume durante la fase di produzione della miscela e, perciò, migliorarne la resistenza a fatica.

Il miglioramento della lavorabilità ha inoltre un ulteriore beneficio, ossia quello di poter effettuare stese anche in stagioni più fredde e di poter allungare le distanze dall'impianto di produzione. L'impiego di tecniche WMA apporta inoltre benefici ambientali, infatti grazie alle temperature di produzione più basse, è necessaria una minore quantità di combustibile per riscaldare gli aggregati e comporta una diminuzione delle emissioni.

La percentuale di riduzione si basa su diversi fattori e la si può valutare caso per caso [14]:

- Riduzione in modo significativo delle emissioni d'impianto
- Riduzione emissioni di CO₂ (20-40%)
- Riduzione emissioni di SO₂ (20-35%)
- Riduzione componenti volatili organici (fino al 50%)
- Riduzione monossido di carbonio (CO) (10-30%)
- Riduzione monossido d'azoto (NO_x) (60-70%)
- Riduzione emissioni del particolato (20-55%)

Ovviamente i benefici in termini di riduzione delle emissioni dipendono anche dal carburante utilizzato. Si può, inoltre, affermare che a forti riduzioni di temperatura corrispondano elevate riduzioni delle emissioni.

Alcuni studi hanno dimostrato che le emissioni di gas causanti l'effetto serra come CO₂, NO₂, SO₂, si riducono in modo proporzionale al risparmio d'energia che si attesta tra il 25 e il 50% in relazione al tipo di processo. I benefici ottenuti dall'impiego di queste tecniche innovative si avranno anche nella fase di produzione e posa, in quanto la miscela mantiene buone caratteristiche di lavorabilità per un intervallo di temperature più elevato.

In alternativa, la produzione di WMA alle temperature tipiche delle miscele a caldo (Hot Mix Asphalt – HMA) genera un prolungamento del tempo utile al trasporto ed alla posa. Pertanto potranno essere serviti siti più lontani dall'impianto mantenendo lo stesso grado di lavorabilità o viene allungato il periodo di lavorabilità per raggiungere lo stesso grado di compattazione. Un ulteriore conseguenza sarà, inoltre, la possibilità di estendere i periodi di posa a mesi più freddi e la possibilità di effettuare più facilmente lavori notturni.

La bassa temperatura del WMA comporta un più veloce raffreddamento a temperatura ambiente, pertanto il sito potrà essere riaperto al traffico in breve tempo. L'impiego di additivi fluidificanti per la realizzazione di miscele tiepide non comporta nessun tipo di modifica agli impianti esistenti, il che incide positivamente per il loro impiego nella produzione su larga scala, non comportando costi maggiori per l'adeguamento dei macchinari e dei processi produttivi.



Fig.3.6 – Fumi prodotti alla stesa di un Hot Mix Asphalt



Fig.3.7 – Riduzione della produzione di fumi durante la stesa di un War Mix Asphalt

3.3.2 Rubber Asphalt

Lo sviluppo di leganti e conglomerati bituminosi modificati con gomma è stato oggetto di studio negli ultimi trenta anni. L'obiettivo iniziale di tale ricerca era senza dubbio il miglioramento delle prestazioni su strada dei leganti bituminosi alle basse e alle alte temperature. Oggi l'interesse circa la modifica di leganti bituminosi con gomma di recupero è in gran parte giustificato dai problemi ambientali e politici riguardo lo smaltimento della crescente quantità di gomma vulcanizzata proveniente da pneumatici deteriorati (figura 3.8). Lo studio di conglomerati bituminosi ad elevate prestazioni spesso si unisce allo studio delle implicazioni ambientali che la produzione, la posa in opera e l'esercizio di tali materiali implicano. È questo il caso dei conglomerati bituminosi confezionati con della gomma proveniente dal riciclaggio industriale di pneumatici dismessi che, negli Stati Uniti ed in Canada, è divenuta una fonte considerevole per la realizzazione di conglomerati bituminosi. L'utilizzo del granulato di gomma limita, inoltre, l'impiego di inerti pregiati provenienti da cave: azione questa che si accorda con i basilari criteri di tutela ecologica i quali impongono di frenare quanto più possibile l'uso di risorse non rinnovabili.



Fig.3.8 – Pneumatici dismessi classificati come rifiuti speciali altamente inquinanti

La normativa internazionale ASTM D-6114-97 (2002) riconosce il Rubber Asphalt (RAC), definendolo come “una miscela di bitume e gomma proveniente da pneumatici riciclati, in cui la componente gomma è presente per almeno il 15% rispetto al peso totale ed ha reagito nel bitume caldo in maniera sufficiente da causare il rigonfiamento delle particelle di gomma”.

Questa miscela può essere realizzata secondo due tecniche:

- Wet Rubber Asphalt
- Dry Rubber Asphalt

Con il termine tecnico *Wet Rubber Asphalt* ci si riferisce esclusivamente al bitume modificato con polverino di gomma, attraverso il processo *wet*, tecnologia di produzione che consiste nell'aggiungere la gomma al bitume, ottenendo un legante modificato.

Il processo *wet* costituisce una metodologia ben disciplinata in cui, attraverso un preciso e controllato processo industriale, il polverino di pneumatico assorbe e fissa la frazione maltenica dei costituenti volatili aromatici del bitume, alla cui dispersione nel tempo, per fenomeni d'ossidazione e per l'azione dei raggi UV, si deve l'invecchiamento del bitume.

Si realizza così un bitume modificato ad alte prestazioni con il quale è possibile ottenere un conglomerato straordinariamente flessibile e resistente.

La quantità di gomma che generalmente viene aggiunta durante il processo *wet* è compresa tra il 10 ed il 30% in peso del legante: si riscontra che valori superiori al 10% ampliano il campo di temperatura di applicazione del conglomerato realizzato; mentre percentuali inferiori agiscono esclusivamente sulle alte temperature.

Questo processo non implica modifiche significative al normale impianto di produzione di conglomerato a caldo, non dovendosi adottare speciali apparecchiature per la preparazione e applicazione del materiale.

Tale processo può essere:

- **Discontinuo**: il bitume e il polverino, vengono mescolati all'atto della produzione del conglomerato
- **Continuo**: produzione continua di bitume modificato con gomma

La gomma, come elemento di costituzione del polverino, in definitiva, conferisce al legante una migliore elasticità e flessibilità, mentre gli antiossidanti, stabilizzanti e riempitivi ne ritardano l'invecchiamento; i principali problemi sono:

- Possibile eterogeneità della miscela finale e segregazione
- Dipendenza dalla qualità del bitume
- Costo del polverino
- Incerte ripercussioni su salute ed ambiente
- In competizione col bitume modificato già affermato

Le caratteristiche positive, invece sono:

- Lunga esperienza nel settore soprattutto all'estero
- Può rispondere alle specifiche SHRP-Superpave
- Migliori caratteristiche elastiche del prodotto finale
- Migliore resistenza alle alte e alle basse temperature
- Riduzione dell'ormaiamento e della fessurazione
- Riduzione di rumori e vibrazioni
- Migliore coesione del conglomerato
- Migliore resistenza all'invecchiamento

Contrariamente dal processo *wet*, dove la gomma finisce per far parte del legante, il processo *dry* prevede che il granulato di gomma venga aggiunto all'aggregato lapideo prima della miscelazione col bitume. Così facendo, la gomma introdotta agisce sia da inerte che da legante in quanto, durante la fase di miscelazione, essa reagisce, anche se solo parzialmente, con il bitume. Il processo *dry* implica un consumo di gomma circa dieci volte superiore rispetto a quello che ottimizza il processo *wet* e rispetto a quest'ultimo riscuote un minor successo in campo applicativo, attribuibile alla necessità di un'accurata preparazione del conglomerato, all'adozione di specifiche condizioni di stesa e costipamento, all'idonea ed accurata formulazione della curva granulometrica di progetto. Nel processo *dry* le particelle di gomma fungono da microammortizzatori visco-elastici migliorando la risposta del conglomerato alle sollecitazioni ed impedendo, per effetto dell'assorbimento di una frazione del bitume, fenomeni di sfioramento e sgranamento.



Fig.3.9 – Tratto autostradale costruito con RAC negli Stati Uniti

3.4 LE CERE

Le tecniche che prevedono l'impiego di additivi organici, categoria alla quale appartengono le cere sintetiche, consentono l'articolazione di processi *warm* basati sul miglioramento delle proprietà di flusso del legante bituminoso quale conseguenza di una transizione di fase delle stesse cere alle temperature maggiormente significative per la realizzazione di pavimentazioni stradali.

In questo caso si è pertanto in presenza di una vera e propria modifica del bitume di base che avviene solitamente per mezzo di cere sintetiche.

Le cere sintetiche *Fischer-Tropsch (FT)* sono un prodotto secondario dell'omonimo processo il cui obiettivo principale è individuato dalla produzione di idrocarburi liquidi per sintesi di carbone o gas naturale. Quale conseguenza del processo produttivo, le cere FT risultano essere formate da idrocarburi alifatici ad alto peso molecolare (circa 1600 g/mol) caratterizzati da lunghe catene ($C_{40} - C_{120}$) e cristalli di piccola dimensione [15].

Grazie a queste caratteristiche, le cere FT mostrano un elevato punto di fusione ($>90^{\circ}C$), utile a favorire una diminuzione della viscosità del bitume proprio alle temperature tipicamente raggiunte nei processi di confezionamento e di posa in opera dei conglomerati, senza un'esplicita compromissione della resistenza alle deformazioni permanenti alle temperature di esercizio.

La struttura microcristallina di detta cera comporta una limitazione dell'incremento della rigidità alle basse temperature degli stessi conglomerati. Dai risultati delle ricerche condotte sulle cere si evince che il principale effetto dell'aggiunta di cere sintetiche al bitume sia quello di un relativo incremento di rigidità, riscontrabile nell'intero intervallo delle temperature di esercizio. In alcuni casi si assiste anche a variazioni sensibili nell'angolo di fase (fig.3.10). Per quanto concerne la viscosità alle alte temperature, diverse esperienze mostrano la comparsa di una ben localizzata discontinuità nella curva η -T in corrispondenza dell'intervallo di fusione della cera.

In conseguenza di tale discontinuità si registrano le riduzioni di viscosità che consentono abbassamenti delle temperature di miscelazione e posa in opera pari a 10°C.

Nonostante diverse esperienze siano state condotte, si osserva al momento una latente incertezza nell'ambito della determinazione quantitativa degli effetti delle cere su bitumi di varia natura nelle condizioni di temperatura riconducibili all'esercizio, alla produzione ed alla stesa dei conglomerati bituminosi.

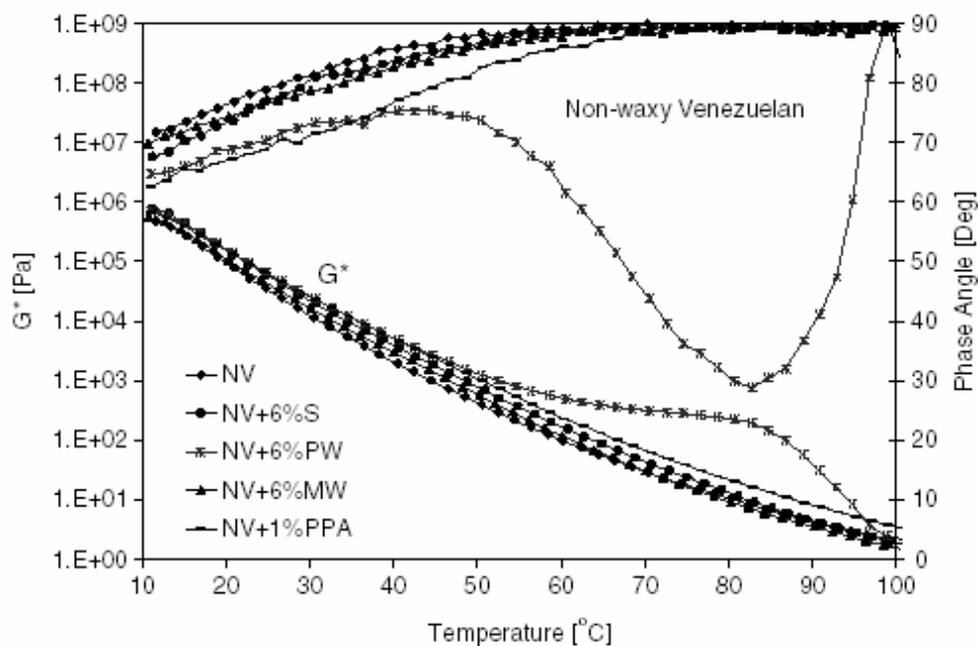


Fig.3.10 – Influenza di diversi tipi di cera su modulo complesso e angolo di fase

3.4.1 Sasobit®

Il Sasobit® è una cera paraffinica ottenuta mediante processo Fischer-Tropsch e può essere mescolata al legante in forma fusa in quanto è completamente solubile nel bitume ad una temperatura maggiore di 115°, o può essere aggiunta assieme all'inerte nel conglomerato bituminoso.

Si presenta in forma solida sottoforma sferica con un diametro che oscilla tra 1mm e 5mm (Figura 3.11).

Il suo impiego deve essere previsto in fase di progettazione della miscela e un corretto mix design, mediante l'utilizzo della prova con pressa giratoria (SHRP-Superpave), evidenzia che accanto all'utilizzo di Sasobit® deve corrispondere una diminuzione della percentuale di legante.

Inoltre mediante la stessa tipologia di prova, si è dimostrato che il legante così modificato aumenta la sua viscosità senza compromettere il valore del modulo di rigidità che rimane invariato assieme alle caratteristiche meccaniche del bitume stesso. L'utilizzo di questa particolare cera paraffinica consente di diminuire le temperature di miscelazione e compattazione del conglomerato di circa il 20% rispetto a quelle tradizionali.

Tra gli altri vantaggi una volta raffreddato, il Sasobit® forma un reticolo cristallino uniforme migliorando le prestazioni del binder.

Infine l'utilizzo di questa cera risulta essere uno strumento efficace per ridurre i costi del carburante e le emissioni di gas inquinanti, oltre a consentire rapidi interventi di messa in opera del conglomerato e quindi un'immediata riapertura al traffico [16].



Fig.3.11 - Sasobit in granuli da 4 mm

3.5 MATERIALI TESTATI

I bitumi sottoposti ad analisi reologiche sono stati forniti dalla società Valli Zabban S.p.A. azienda certificata col sistema integrato QASE ovvero sistema qualità (ISO 9001), sistema ambiente (ISO 14001), sistema sicurezza (OHSAS 18001) e sistema etico (SA 8000); il prelievo di bitume dalle cisterne di stoccaggio è avvenuto il giorno 22/10/2010 presso lo stabilimento di Bologna.

I quattro materiali utilizzati in questa tesi sono:

- Bitume tradizionale 70/100 dmm
- Drenoval Hard M
- Lowval
- Lowval HM 40

3.5.1 Bitume tradizionale 70/100 dmm

Il bitume tal quale è appartenente alla classe di penetrazione 70/100 dmm, derivato dalla distillazione del petrolio e non soggetto ad altri trattamenti in raffineria. Questo particolare bitume non viene usato per produrre conglomerati, ma rappresenta la base per la produzione di bitume modificato e/o additivato con polimeri in modo da ottenere maggiori prestazioni in esercizio.

| Caratteristiche | Metodi di prova | Unità di misura | Range valori | Valori tipici |
|---------------------------------------|-----------------|-----------------|--------------|---------------|
| Penetrazione a 25°C, 100g/5" | EN 1426 | dmm | 70÷100 | 70 |
| Punto di rammollimento (P.A.) | EN 1427 | °C | 43-51 | 42 |
| Viscosità dinamica 60°C | EN 12596 | Pa·s | ≥ 90 | 200 |
| Punto di rottura Fraaß | EN 12593 | °C | ≤ -10 | -12 |
| Caratteristiche dopo RTFOT EN 12607-1 | Metodo di prova | Unità di misura | Range valori | Valori tipici |
| Penetrazione a 25°C, 100g/5" | % originale | % | ≥ 46 | 55 |
| Punto di rammollimento (P.A.) | EN 1427 | °C | ≤ 9 | 7 |

Tab.3.3 – Caratteristiche bitume tradizionale 70/100 dmm

3.5.2 Drenoval Hard M

Il Drenoval Hard M è un bitume modificato con polimeri SBS (modifica HARD) ed è progettato per conglomerati bituminosi di usura chiusi (vuoti < 10%) drenanti e microtappeti. Questo legante è realizzato partendo da un bitume tradizionale con indice di penetrazione pari a 50/70 dmm al quale viene aggiunto una percentuale pari al 5,5% di polimero SBS, quantitativo deciso a processi di ottimizzazione. La modifica del legante si rende praticamente necessaria nel caso in cui venga impiegato per la realizzazione di conglomerati aperti ad alte prestazioni in quanto lo stress nel film di bitume presenta valori elevati a causa del ridotto numero di contatti dovuto all'assenza di alcune frazioni di aggregato. Il polimero utilizzato per la modifica del bitume di base è un elastomero-termoplastico costituito da blocchi di polistirene-polibutadiene-polistirene detto SBS. In particolare l'agente utilizzato è il Kraton D1101 in cui i blocchi di polistirene e polibutadiene formano catene lineari.

| Catena lineare | KRATON D1101 |
|---------------------------------|---------------------|
| Peso molecolare | 80000 |
| Viscosità (poise) | 40 |
| Contenuto di stirene (%) | 31 |
| Deformazione ultima (%) | 880 |

Tab.3.4 – Caratteristiche del copolimero D1101

Polistirene e polibutadiene sono incompatibili, perciò le estremità stireniche di differenti molecole si uniscono in domini stirenici rigidi, immersi in una fase continua elastica costituita dalle catene di polibutadiene. Questa struttura conferisce al Kraton D1101 quando si trova alla temperatura ambiente un comportamento da gomma vulcanizzata; invece ad elevata temperatura i domini polistirenici perdono coesione e quindi il copolimero si comporta come un materiale termoplastico, ovvero si rammolliscono e possono essere lavorati con facilità. Dopo raffreddamento il Kraton riacquista le caratteristiche di

gomma vulcanizzata: questo fenomeno è reversibile il che spiega il carattere di elastomero termoplastico.

Le caratteristiche principali del Drenoval Hard M sono:

| Caratteristiche | Metodi di prova | Unità di misura | Range valori | Valori tipici |
|---------------------------------------|-----------------|-----------------|--------------|---------------|
| Penetrazione a 25°C, 100g/5" | EN 1426 | dmm | 50÷70 | 60 |
| Punto di rammollimento (P.A.) | EN 1427 | °C | > 70 | 75 |
| Viscosità dinamica 160°C | EN 13702-1 | Pa·s | Max 0,8 | 0,6 |
| Punto di rottura Fraaß | EN 12593 | °C | ≤ -12 | -20 |
| Tuben Test 3gg a 180°C | EN 13399 | °C | P.A. < 3 | < 1 |
| Ritorno elastico a 25°C | EN 13398 | % | > 75 | 82 |
| Caratteristiche dopo RTFOT EN 12607-1 | Metodo di prova | Unità di misura | Range valori | Valori tipici |
| Penetrazione a 25°C, 100g/5" | % originale | % | Min 60 | 65 |

Tab.3.5 – Caratteristiche del Drenoval Hard M

| CONDIZIONI OPERATIVE | UNITA' DI MISURA | VALORI INDICATIVI |
|---|------------------|-------------------|
| Temperatura di stoccaggio ottimale | °C | 170 |
| Temperatura di stoccaggio per max3 gg | °C | 180 |
| Temperatura di stoccaggio prolungato oltre 5 gg | °C | 140 |
| Temperatura minima di stoccaggio | °C | 140 |
| Temperature di impasto con inerti | °C | 160 – 180 |
| Temperature di compattazione | °C | > 140 |
| Temperatura massima di riscaldamento | °C | 180 |
| Temperature minima di pompaggio | °C | 140 |

Tab.3.6 – Condizioni operative del Drenoval Hard M

3.5.3 Lowval

Il Lowval è un bitume modificato con polimeri SBS (modifica HARD) a viscosità controllata ed è specifico per conglomerati bituminosi chiusi (vuoti <6%): base, binder, usura. Questo materiale è realizzato partendo da un bitume tradizionale con grado di penetrazione 50/70 dmm al quale viene aggiunto un 4,5% di polimero SBS e circa un 2% di additivo. I conglomerati prodotti con questo legante manifestano caratteristiche di addensabilità semplificata sotto l'azione dei rulli a tutte le temperature superiori ai 90°C, per questo motivo i conglomerati bituminosi realizzati con questo legante vengono definiti ad alta lavorabilità (tabella 3.7 e 3.8).

| Caratteristiche | Metodi di prova | Unità di misura | Range valori | Valori tipici |
|--|-----------------|-----------------|--------------|---------------|
| Penetrazione a 25°C, 100g/5" | EN 1426 | dmm | 50÷70 | 55 |
| Punto di rammollimento (P.A.) | EN 1427 | °C | > 70 | 75 |
| Viscosità dinamica 160°C | EN 13702-1 | Pa·s | > 0,4 | 0,5 |
| Punto di rottura Fraaß | EN 12593 | °C | ≤ -12 | -18 |
| Tuben Test 3gg a 180°C | EN 13399 | °C | P.A. < 3 | < 1 |
| Ritorno elastico a 25°C | EN 13398 | % | > 75 | 80 |
| Caratteristiche dopo RTFOT EN 12607-1 | Metodo di prova | Unità di misura | Range valori | Valori tipici |
| Penetrazione a 25°C, 100g/5" | % originale | % | Min 60 | 65 |

Tab.3.7 – Caratteristiche del Lowval

| CONDIZIONI OPERATIVE | UNITA' DI MISURA | VALORI INDICATIVI |
|---|------------------|-------------------|
| Temperatura di stoccaggio ottimale | °C | 170 |
| Temperatura di stoccaggio per max3 gg | °C | 180 |
| Temperatura di stoccaggio prolungato oltre 5 gg | °C | 140 |
| Temperature di impasto con inerti | °C | 140 – 180 |
| Temperature di compattazione | °C | > 100 |

Tab.3.8 – Condizioni operative del Lowval

3.5.4 Lowval HM 40

Il Lowval HM 40 è un bitume modificato con polimeri SBS (modifica HARD) a viscosità controllata ed è specifico per conglomerati bituminosi chiusi (vuoti < 6%) di base e collegamento ad elevate caratteristiche di modulo complesso dinamico. Questo prodotto è realizzato partendo da un bitume tradizionale con grado di penetrazione 30/50 dmm al quale viene aggiunto un 4,5% di polimero SBS e circa un 2% di additivo. I conglomerati prodotti con questo legante manifestano caratteristiche di addensabilità semplificata sotto l'azione dei rulli a tutte le temperature superiori ai 90°C. Nella tabella seguente sono riportate le caratteristiche del bitume.

| Caratteristiche | Metodi di prova | Unità di misura | Range valori | Valori tipici |
|---------------------------------------|-----------------|-----------------|--------------|---------------|
| Penetrazione a 25°C, 100g/5" | EN 1426 | dmm | 30÷50 | 32 |
| Punto di rammollimento (P.A.) | EN 1427 | °C | > 70 | 80 |
| Viscosità dinamica 160°C | EN 13702-1 | Pa·s | > 0,4 | 0,45 |
| Punto di rottura Fraaß | EN 12593 | °C | ≤ -10 | -15 |
| Tuben Test 3gg a 180°C | EN 13399 | °C | P.A. < 3 | < 1 |
| Ritorno elastico a 25°C | EN 13398 | % | > 50 | 75 |
| Caratteristiche dopo RTFOT EN 12607-1 | Metodo di prova | Unità di misura | Range valori | Valori tipici |
| Penetrazione a 25°C, 100g/5" | % originale | % | Min 60 | 70 |

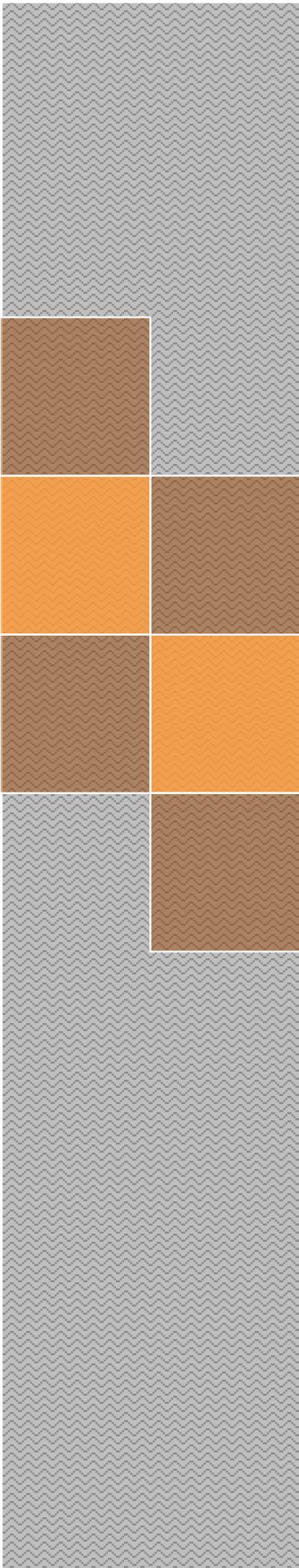
Tab.3.9 – Caratteristiche del Lowval HM 40

| CONDIZIONI OPERATIVE | UNITA' DI MISURA | VALORI INDICATIVI |
|---|------------------|-------------------|
| Temperatura di stoccaggio ottimale | °C | 170 |
| Temperatura di stoccaggio per max3 gg | °C | 180 |
| Temperatura di stoccaggio prolungato oltre 5 gg | °C | 140 |
| Temperature di impasto con inerti | °C | 140 – 180 |
| Temperature di compattazione | °C | > 100 |

Tab.3.10 – Condizioni operative del Lowval HM 40

Capitolo 4

Configurazione dei test per l'indagine sperimentale



4.1 INTRODUZIONE

La maggior parte delle sperimentazioni di laboratorio correntemente effettuate sui leganti bituminosi modificati è tesa a definire criteri di selezione e d'impiego, nonché a valutare preventivamente i vantaggi conseguibili rispetto ai bitumi di tipo tradizionale. I più aggiornati studi dei ricercatori del settore stradale che soddisfano entrambe queste esigenze sono imperniati sulla misura diretta delle proprietà reologiche ed a frattura dei leganti e sulla loro tendenza a conservarle nel tempo sotto l'azione degli agenti aggressivi ambientali.

Ciò è stato reso possibile grazie alla messa a punto e alla notevole diffusione di apparecchiature innovative che consentono di superare le limitazioni proprie delle prove di caratterizzazione tradizionali (penetrazione, palla e anello, fraass, ecc), sviluppate ed impiegate per decenni per lo studio di leganti non modificati e, dunque, poco adatte per una valutazione prestazionale dei bitumi modificati.

Sebbene la letteratura internazionale sia ricca di contributi che testimoniano questa nuova tendenza nell'analisi sperimentale dei leganti, merita una particolare menzione proprio il progetto di ricerca americano SHRP (Strategic Highway Research Program) che ha portato alla definizione di nuove apparecchiature, di protocolli di prova e di criteri di selezione dei leganti bituminosi basati sulle loro prestazioni attese in opera. Si osservi inoltre che le prescrizioni SHRP non distinguono tra prodotti modificati e non, in quanto le correlazioni utilizzate per la loro definizione prescindono dalla composizione e dalla tipologia dei leganti.

L'obiettivo di tale ricerca fu espresso chiaramente all'interno del documento originale dell'America's Highways; *"Accelerating the Search for Innovation"*. Questo articolo si pone il seguente scopo: *ottimizzare le prestazioni delle pavimentazioni attraverso un programma di ricerca teso a migliorare la conoscenza delle proprietà chimico-fisiche dei leganti e dei conglomerati bituminosi. I risultati della ricerca saranno usati per sviluppare specifiche, metodi di prova e quant'altro necessario per raggiungere e mantenere il livello prestazionale desiderato per le pavimentazioni.*

La metodologia di indagine reologica proposta dal Superpave Americano abbandona l'approccio progettuale prescrittivo per i manifestati limiti che le prove tradizionali hanno nel descrivere il comportamento dei leganti bituminosi in opera nel range di condizioni possibili.

Il nuovo metodo individua la prestazione che il legante deve avere in sito, in base ai carichi ed alle temperature riscontrabili, e richiede che siano soddisfatti precisi parametri correlati con la prestazione stessa. Inoltre, l'indagine sperimentale per la progettazione considera le variazioni di consistenza che si manifestano nel bitume per effetto dei cosiddetti fenomeni di invecchiamento. La prestazione del legante viene dunque anche associata allo stato di vita in cui esso si trova, a partire dalla miscelazione in impianto e per un certo numero di anni di esercizio.

La reologia odierna per la caratterizzazione prestazionale dei leganti bituminosi si basa dunque, sotto l'influsso statunitense, su una precisa gamma di apparecchiature di prova in grado di sollecitare i campioni bituminosi in un ampio intervallo di condizioni in termini di frequenze di carico e di temperature. L'affiancamento di prove di tipo simulativo per l'invecchiamento consente poi di tenere conto anche di questo fondamentale aspetto.

Lo schema della figura 4.1 correla le moderne apparecchiature Superpave alle prestazioni dei leganti in opera. Come si può osservare oltre al viscosimetro rotazionale per la valutazione della fluidità del legante per il trasporto ed il pompaggio in impianto, sono di primaria importanza i reometri rotazionali (DSR) e flessionali (BBR) i cui parametri di output sono direttamente correlabili con le prestazioni dello stesso legante in termini di resistenza all'ormaiamento ed alle fessurazioni termiche e per fatica. Vi è poi il dispositivo per la trazione diretta (DTT) che assieme al BBR caratterizza i leganti alle basse temperature.

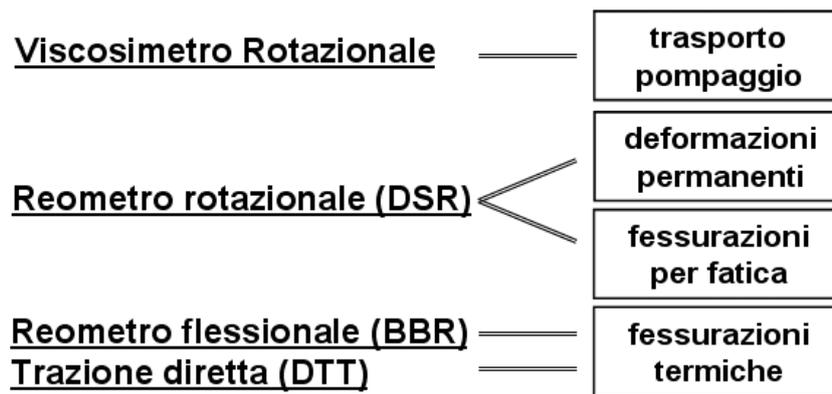


Fig.4.1 – Legame tra apparecchiature di prova e prestazioni dei leganti

4.2 PROVE TRADIZIONALI

4.2.1 Densità

La misurazione della densità si effettua con un'apposita apparecchiatura detta picnometro (figura 4.2) e serve principalmente alla classificazione fiscale del bitume.

La grandezza fisica densità varia sia rispetto alle diverse gradazioni dei bitumi sia rispetto alla temperatura.

Per lo svolgimento della prova si seguono le indicazioni riportate nella norma UNI EN 15326.

Nella produzione dei conglomerati ed in particolare per gli impianti di tipo continuo è sempre bene tenere presente le variazioni della densità del bitume in rapporto alla temperatura: il dosaggio del legante viene fatto a volume, attraverso speciali tipi di pompe e la non conoscenza dell'esatto rapporto peso/volume alle temperature di utilizzo può produrre errori nel rapporto bitume inerti lapidei.

Nel caso dei conglomerati tradizionali questi errori non sono particolarmente gravi ma possono diventare significativi nel caso di conglomerati speciali, compromettendo le prestazioni di progetto.



Fig.4.2 – Pycnometri per la determinazione della densità

4.2.2 Penetrazione

Come tutti i materiali termoplastici, i bitumi presentano una consistenza variabile in funzione della temperatura: tendono, a passare dallo stato di solido a quello di fluido newtoniano al crescere della temperatura.

La penetrazione è la profondità alla quale un ago di dimensioni standard affonda in un bitume sotto determinate condizioni di carico, tempo e temperatura che la norma UNI EN 1426 indica rispettivamente in: 100 g, 5 secondi e 25°C. Per penetrazioni maggiori a 500 x 0,1 mm, la temperatura di prova viene ridotta a 15°C, mentre gli altri dati rimangono invariati (figura 4.3).

La prova viene condotta utilizzando una specifica apparecchiatura definita penetrometro (figura 4.4).

Questa prova serve a determinare la consistenza e la durezza di un bitume (i bitumi più duri possiedono penetrazioni più basse); Chiaramente, più è alto l'indice di penetrazione più il bitume è "morbido".

Un bitume duro tende ad assumere caratteristiche visco-plastiche a temperature più elevate di un bitume morbido, quindi è indicato per conglomerati che andranno a costituire una pavimentazione sottoposta ad alte temperature di esercizio (climi caldi). Un bitume morbido tende ad irrigidirsi a temperature tendenzialmente più basse rispetto ad un bitume duro, quindi è

indicato per conglomerati che andranno a costituire pavimentazioni sottoposte a basse temperature di esercizio (climi freddi).

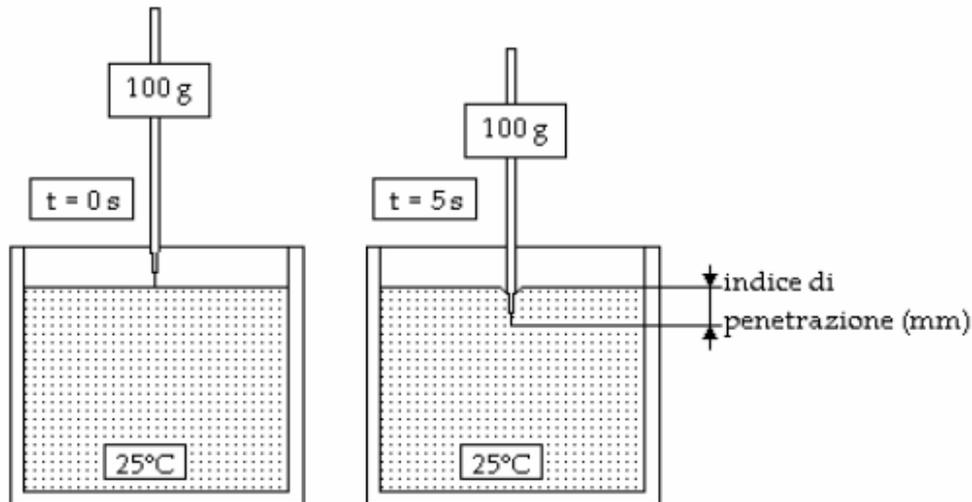


Fig.4.3 – Schema della prova di penetrazione

In Italia i più comuni bitumi utilizzati nel settore stradale hanno valori di penetrazione compresi nei seguenti intervalli: 50-70 dmm, 80-100 dmm ed in misura molto minore 20-30 dmm e 40-50 dmm. Per il settore industriale si utilizza soprattutto bitume 180-220 dmm.



Fig.4.4 – Penetrometro

4.2.3 Punto di Rammollimento

Il Punto di Rammollimento viene definito come il valore di temperatura in corrispondenza del quale il bitume inizia a perdere le sue caratteristiche di plasticità per entrare nello stato di fluido newtoniano. Tale definizione è sicuramente poco corretta, in quanto non è esatto definire un valore di soglia, ma sarebbe opportuno parlare di un intervallo di temperatura all'interno del quale il bitume comincia progressivamente a perdere consistenza ed a fluidificare.

Il metodo di prova più utilizzato per determinare il Punto di Rammollimento è quello della Palla e Anello, descritto dalla norma UNI EN 1427.

Per questa prova il campione di bitume viene colato in uno speciale anello di ottone del diametro di circa 19 mm e dello spessore di 6 mm e posto successivamente in un bagno d'acqua. Al centro dell'anello viene posta una sferetta di acciaio del peso di 3,5 g e, con gradiente di 5°C/min si comincia ad innalzare la temperatura. Il Punto di Rammollimento è la temperatura in corrispondenza della quale la sferetta passa oltre il bitume fino a toccare una lastra posta alla distanza di 1 pollice (25,4 mm) dalla posizione iniziale (fig.4.5).

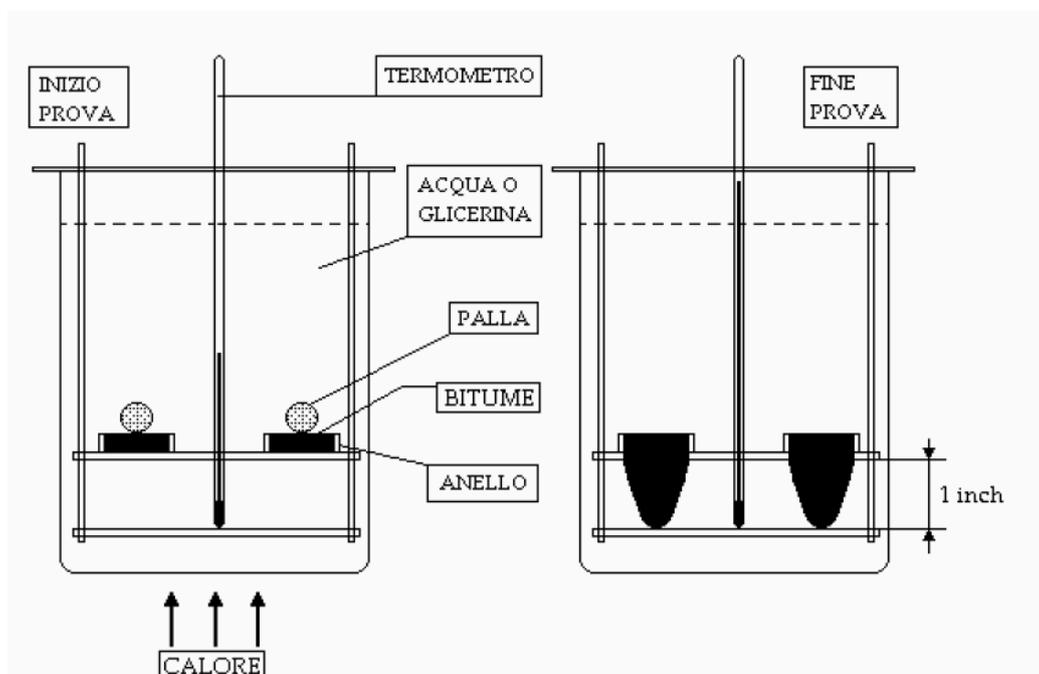


Fig.4.5 – Schema prova "palla e anello"

I bitumi tradizionali non modificati destinati alle mescole per pavimentazioni stradali hanno una temperatura di rammollimento fra i 45-55°C, mentre quelli modificati con polimeri presentano temperature di rammollimento tra i 75-80°C. Il Punto di Rammollimento, o temperatura di palla e anello, dà un indice delle prestazioni di un bitume alle alte temperature: più la temperatura di palla anello è alta, migliori saranno le prestazioni del bitume, e di conseguenza del conglomerato, alle alte temperature.



Fig.4.6 – Apparecchiatura per la prova di rammollimento

Sorge spontanea la considerazione che tra la Penetrazione ed il Punto di Rammollimento esiste una relazione di proporzionalità inversa, in quanto è facilmente verificabile che bitumi più consistenti e quindi a più bassa Penetrazione, presentano Punti di Rammollimento più elevati e viceversa. I risultati di queste due prove vengono inoltre tradizionalmente combinati per calcolare il cosiddetto Indice di Penetrazione che esprime la suscettività del bitume alla temperatura e che viene calcolato con l'espressione proposta da Pfeiffer e Van Doormaal:

$$IP = \frac{20 - 500a}{50a + 1} \quad (\text{eq.4.1})$$

Dove il valore di a si ricava dalla seguente relazione:

$$a = \frac{\log 800 - \log(\text{Pen } 25^{\circ}\text{C})}{PA - 25} \quad (\text{eq.4.2})$$

Tale indice decresce all'aumentare della suscettività termica dei bitumi e risulta compreso tra -1 e +1 per i bitumi stradali di buona qualità.

I bitumi con un più alto punto di rammollimento possiedono un valore IP maggiore, ovvero una minor sensibilità alla temperatura.

4.2.4 Punto di Rottura Fraass

Il Punto di Rottura Fraass è una prova che serve a stabilire la fragilità a freddo di un bitume.

Il test consiste nel flettere a intervalli regolari una lamina sulla quale è stato applicato uno strato di prodotto da analizzare (0,4 g), abbassando contemporaneamente la temperatura di 1°C al minuto partendo da 10°C.

È una misura della fragilità, espressa in temperatura a cui si creano fratture in un film sottile di bitume posizionato sulla lastra sottile di metallo quando la lamina è simultaneamente raffreddata e piegata sotto specifiche condizioni (figura 4.7). Le modalità di questa prova sono riportate nella UNI EN 12593.



Fig.4.7 – Apparecchiatura per la determinazione del punto di rottura Fraass

Il punto di rottura Fraass da un'indicazione sulle prestazioni di un bitume alle basse temperature: più è basso il punto Fraass, più bassa sarà la temperatura a cui il bitume mostrerà un comportamento fragile, quindi più bassa sarà la temperatura a cui il conglomerato può avere problemi di fessurazione termica.

4.2.5 Duttilità

La prova di duttilità viene effettuata su campioni di bitume che vengono sottoposti, in un bagno termostatico tenuto a 25°C o 4°C, ad un'elongazione di 5 cm/min fino ad ottenere la loro rottura (figura 4.8).

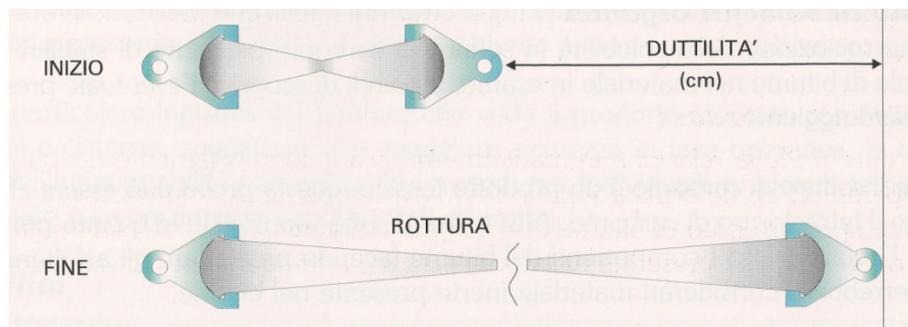


Fig.4.8 – Schema della prova di duttilità

L'elongazione a rottura viene definita come la duttilità del bitume e ad essa vengono spesso accoppiate informazioni sul recupero elastico delle due metà del campione da lasciare a riposo, anch'esso espresso in cm. Per il ritorno elastico, più piccola sarà la deformazione cumulata, maggiori saranno le caratteristiche elastiche del bitume, quindi migliore la qualità del bitume.

Il procedimento di questa prova è descritto nella normativa UNI EN 13589.



Fig.4.9 – Duttilometro

4.2.6 Viscosità

La viscosità è definita come la resistenza alla deformazione di un materiale e si esprime attraverso il rapporto tra la tensione ed il gradiente di deformazione.

Se la tensione è prodotta da uno sforzo di taglio, il rapporto tra essa e il gradiente dello scorrimento si definisce *Viscosità Dinamica*, detta anche *Viscosità Apparente*:

$$\eta = \frac{\sigma}{\dot{\gamma}} \quad (\text{eq.4.3})$$

Dalla meccanica dei fluidi si ricava poi la definizione di *Viscosità Cinematica*, ovvero il rapporto tra la viscosità Dinamica e la Densità del bitume:

$$v = \frac{\eta}{\rho} \quad (\text{eq.4.4})$$

Per i bitumi si possono trarre alcune semplici conclusioni:

- Ogni bitume ha una sua curva temperatura-viscosità, il cui andamento è influenzato dalla natura stessa del bitume
- Bitumi di uguale gradazione, pur avendo viscosità simili ad alte temperature, spesso presentano valori molto diversi a temperature inferiori, quando si comportano come fluidi non newtoniani
- Bitumi di uguale gradazione possono mostrare un comportamento reologico completamente differente bitume

Le norme UNI EN 12595 e UNI EN 12596 specificano un metodo per la determinazione della viscosità cinematica e della viscosità dinamica dei leganti bituminosi a temperature di 60°C e di 135°C. La temperatura di 135°C è molto prossima a quelle di posa in opera e rullatura dei conglomerati bituminosi, per questo è molto importante. Uno dei più frequenti problemi che si riscontrano durante la rullatura di un conglomerato è il rifluimento capillare del bitume,

fenomeno spesso generato da condizioni di temperatura troppo elevata in presenza di bitumi caratterizzati da basse viscosità (figura 4.10). Per i bitumi modificati ci si riferisce alle normative UNI EN 13702-1 e UNI EN 13702-2.



Fig.4.10 – Viscosimetro

4.3 PROVE REOLOGICHE

4.3.1 Dynamic Shear Rheometer (DSR)

Il Dynamic Shear Rheometer è un reometro rotazionale che opera in regime oscillatorio e consente di misurare il modulo complesso e l'angolo di fase dei leganti bituminosi.

Con questa prova si comprime un campione di legante, in condizioni di simmetria cilindrica, tra due piatti (o tra un piatto e un cono), uno fisso (piatto inferiore) e uno in grado di ruotare (piatto superiore) attorno al proprio asse verticale e di applicare una tensione di taglio (o una deformazione) alternata di tipo oscillatorio per una certa frequenza, misurando nel contempo la deformazione generata (o la tensione) (figura 4.11). Le due configurazioni descritte sono dette rispettivamente in *controllo di tensione* ed in *controllo di deformazione* in quanto al provino può essere imposta, una tensione o una

deformazione. La velocità di esecuzione della prova (cioè la frequenza dell'oscillazione) è di 10 rad/sec, equivalenti a circa 1,59 Hz. La figura seguente mostra lo schema del dispositivo di prova ed il suo funzionamento oscillatorio; il calcolo delle tensioni e delle deformazioni corrispondenti avviene tramite le formulazioni indicate e si basa sulle dimensioni del provino (R ed h), sulla coppia applicata (T) e sulla rotazione misurata (Θ).

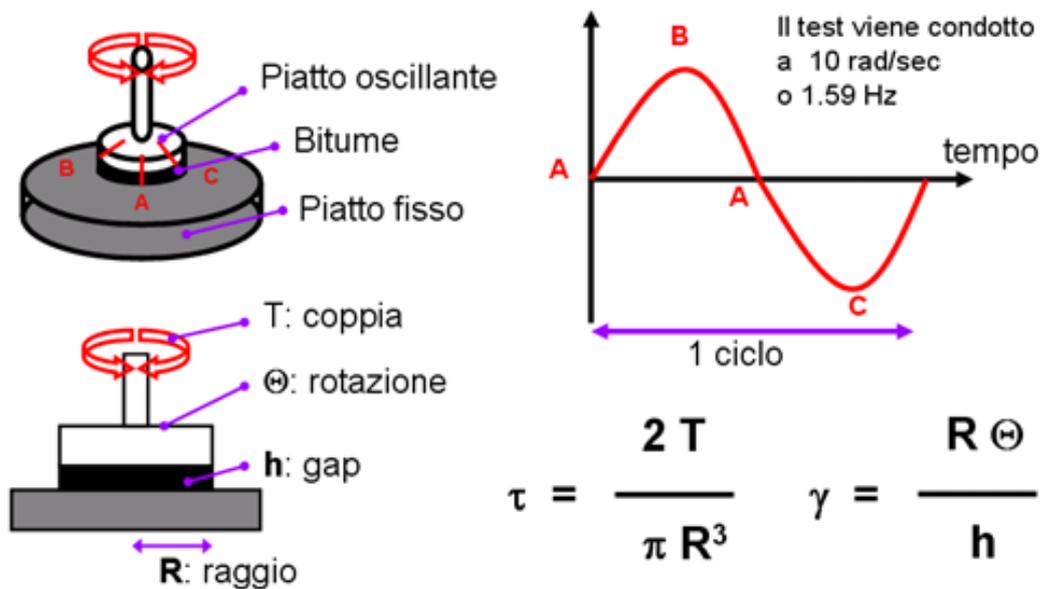


Fig.4.11 – Funzionamento e calcolo dei parametri di prova del DSR

Il parametro reologico di riferimento per le prove in regime oscillatorio calcolabile da una prova in controllo di deformazione è il **Modulo Complesso** G^* definito come il rapporto tra le massime ampiezze della sollecitazione e della deformazione:

$$G^* = \frac{\tau_{max}}{\gamma_{min}} \quad (\text{eq.4.5})$$

Dove:

G^* = modulo dinamico di taglio complesso

τ_{max} = valore massimo della tensione di taglio dinamica

γ_{max} = valore massimo della deformazione di taglio applicata

Il modulo complesso è un parametro in grado di fornire indicazioni sulla resistenza complessiva del materiale alla deformazione.

Assieme al modulo complesso è possibile misurare il cosiddetto **Angolo di Fase δ** , ossia il ritardo (sfasamento), con cui il provino risponde con una tensione ad una deformazione impressa e viceversa. L'angolo di fase è misurato convenientemente tra i punti di annullo delle curve di tensione e deformazione a parità di scala.

Nel riportare i risultati delle prove reometriche con DSR in regime oscillatorio sono utilizzati anche i seguenti parametri direttamente legati al modulo complesso ed all'angolo di fase :

- **Modulo di immagazzinamento (G')** o modulo di restituzione elastica
- **Modulo di dissipazione (G'')** o modulo di perdita viscoso

Il modulo di immagazzinamento e di dissipazione sono così definiti:

$$G' = G^* \cdot \cos\delta \quad (\text{eq.4.6})$$

$$G'' = G^* \cdot \sin\delta \quad (\text{eq.4.7})$$

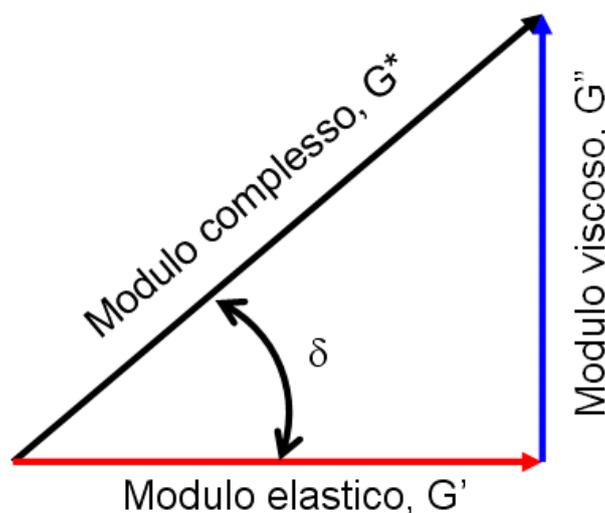


Fig.4.12 – Relazione fra modulo complesso e moduli di immagazzinamento e di perdita

Nella figura 4.12 è illustrata la rappresentazione vettoriale dei moduli che aiuta nella comprensione delle relazioni esistenti tra i parametri descritti e permette di definire il Modulo Complesso come:

$$G^* = \sqrt{G'^2 + G''^2} \quad (\text{eq.4.8})$$

Il modulo di immagazzinamento G' rappresenta la componente “in fase” del modulo complesso, mentre il modulo dissipativo G'' ne rappresenta la componente “fuori fase”.

I valori del modulo complesso e dell'angolo di fase sono, a parità di legante, molto influenzati dalla temperatura e dalla frequenza del carico.

Alle alte temperature i leganti si comportano come materiali quasi esclusivamente viscosi, senza alcuna capacità di restituire deformazioni subite; questo comportamento è rappresentato in figura 4.13(A): la deformazione è sfasata di 90° rispetto alla sollecitazione.

Alle basse temperature il bitume si comporta in maniera quasi perfettamente elastica restituendo completamente le deformazioni imposte; questo comportamento è rappresentato in figura 4.13(A): in questo caso il modulo complesso non ha componente viscosa e la deformazione è in fase con la sollecitazione ($\delta=0^\circ$).

Alle normali temperature di esercizio, i leganti si comportano in maniera intermedia mostrando caratteristiche comuni sia ai liquidi viscosi che ai solidi elastici, figura 4.13(B).

Questo ci costringe alla ricerca non solo del modulo complesso ma anche dell'angolo di fase. Come esempio di ciò, si considerino due differenti leganti con lo stesso modulo complesso ma con due diversi angoli di fase; il bitume caratterizzato da un angolo di fase minore avrà una maggiore tendenza a restituire le deformazioni dovute ai carichi applicati e quindi manifesterà un migliore comportamento a fatica. La determinazione del modulo complesso e dell'angolo di fase sono descritti nella norma UNI EN 14770.

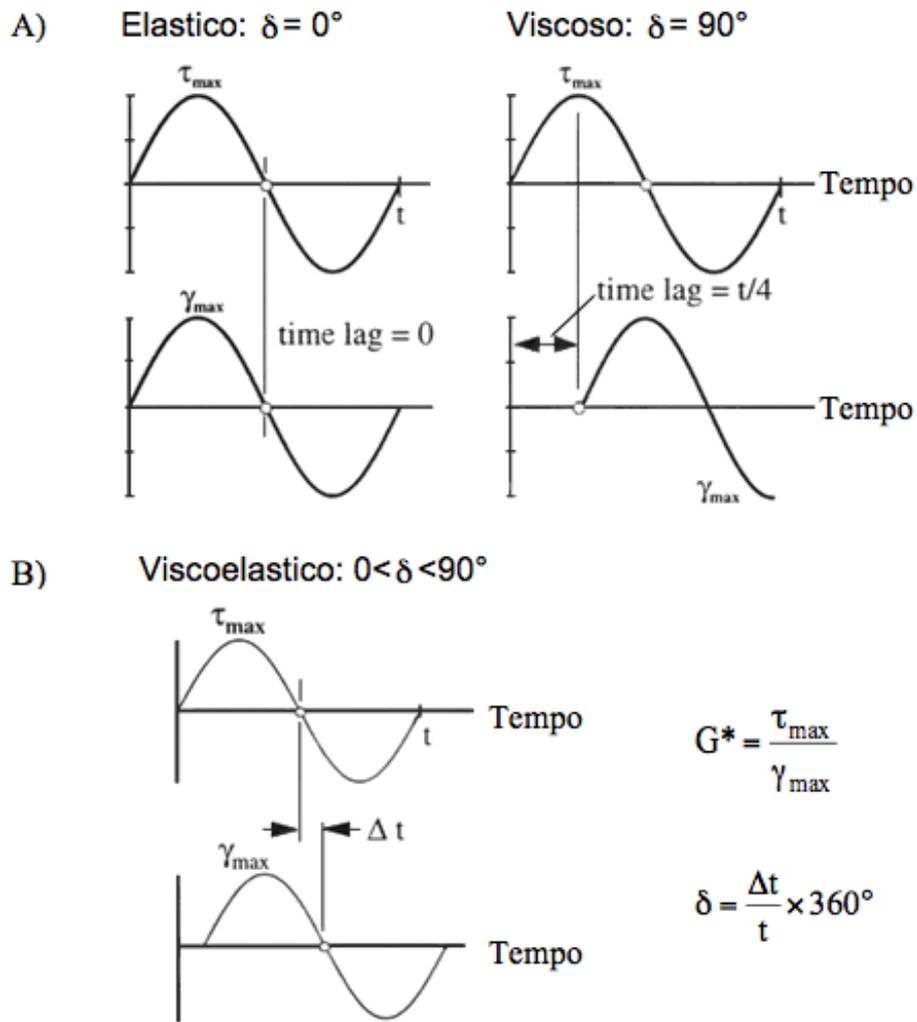


Fig.4.13 – Comportamento materiali in funzione dell'angolo di fase

4.3.2 Bending Beam Rheometer (BBR)

Il Bending Beam Rheometer (reometro a trave inflessa) è lo strumento con cui si determinano le proprietà dei leganti alle basse e bassissime temperature, alle quali i bitumi sono troppo rigidi per poter utilizzare i reometri rotazionali. Utilizzando assieme il DSR e il BBR è possibile caratterizzare il comportamento dei leganti in tutto lo spettro di temperature che si troveranno ad affrontare durante il corso della vita utile.

Il BBR viene utilizzato per provocare e misurare la deflessione di un travetto prismatico di legante sotto un carico costante e a temperatura costante. La temperatura di prova è correlata alla temperatura minima di progetto della

sovrastuttura che, a sua volta è legata alla temperatura minima annuale dell'aria. Per tenere conto dell'influenza che i processi termo-ossidativi legati alla produzione del conglomerato hanno sull'infragilimento del bitume, la prova viene effettuata sul residuo della prova RTFOT e PAV.

I provini di bitume vengono preparati a forma di travetto utilizzando apposite formelle in alluminio, dalle quali vengono estratti dopo alcuni cicli di raffreddamento. Durante il test il campione prismatico di legante rimane immerso in alcol etilico per mantenere costante la temperatura e per limitare la deflessione del travetto dovuta al peso proprio. Il travetto, posto su appoggi distanti 100 mm, viene caricato in mezzera ($P = 100 \text{ g}$) e la conseguente deflessione è misurata in continuo per 240 secondi (figura 2.15).

La conoscenza della deformata del provino (rappresentata graficamente dalla funzione degli spostamenti subiti dall'asse mediano del travetto), consente di determinare il "modulo di rigidezza" del legante in funzione del tempo di carico. L'equazione che esprime il modulo di rigidezza $S(t)$, ovviamente mutuata dalla teoria della trave elastica, è la seguente:

$$S(t) = \frac{PL^3}{4bh^3\delta(t)} \quad (\text{eq.4.9})$$

Dove:

$S(t)$ = modulo di rigidezza (MPa) al tempo t

P = carico costante applicato (N)

L = distanza tra gli appoggi del travetto (102 mm)

b = larghezza della sezione del travetto (12,5 mm)

h = spessore del travetto (6,25 mm)

$\delta(t)$ = deflessione al tempo t (mm)

La normativa europea che definisce questa prova è la UNI EN 14771:2005. La figura 4.14 mostra l'andamento della curva deformazioni-tempo e l'istante in cui si estrapola il valore di $\delta(t)$ per il calcolo dell' $S(t)$ di riferimento (figura di sinistra). Il grafico di destra, invece, riporta l'andamento in scala logaritmica del modulo di rigidezza in funzione del logaritmo del tempo, e descrive il secondo parametro fondamentale ovvero l'm.

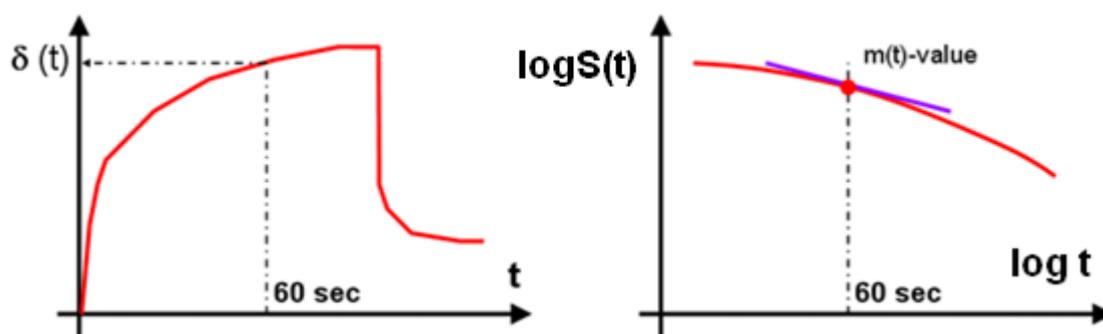


Fig.4.14 – Curve ottenute dalla prova con BBR

Il sistema Superpave richiede, infatti che:

- Il modulo di rigidità (S) calcolato dopo 60 secondi dall'applicazione del carico, non sia superiore a 300 MPa
- Il coefficiente angolare della tangente (m) al punto corrispondente a 60 secondi dall'applicazione del carico, non sia inferiore a 0,3

Il parametro m corrisponde alla pendenza della curva di rigidità a 60 secondi ed indica la capacità che il legante testato ha di rilassarsi con gli sforzi di creep a cui è sottoposto.

Il fine di queste limitazioni è accettare solo quei leganti che mostrano una rigidità non troppo pronunciata e comunque velocemente dissipabile nel tempo.

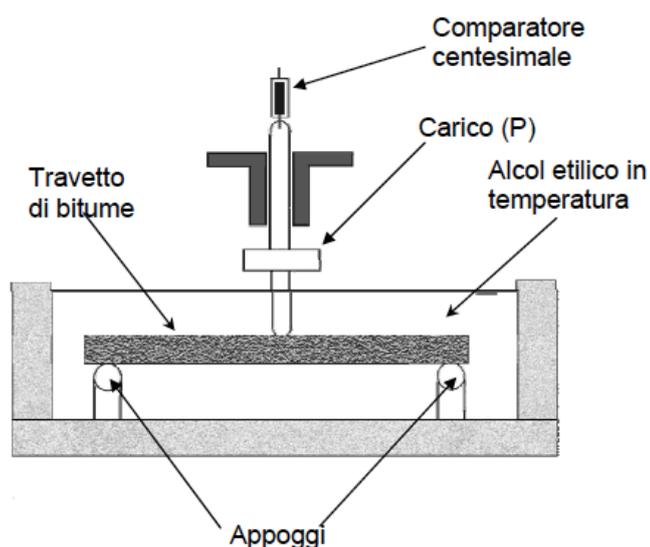


Fig.4.15 – Schema Bending Beam Rheometer

4.3.3 Rotational Viscometer (RV)

Il viscosimetro rotazionale è utilizzato nel sistema Superpave per testare la viscosità alle alte temperature (la prova è eseguita a 135°C).

Il test di base misura la coppia necessaria per mantenere costante la velocità di rotazione (20 giri/min) di un mandrino cilindrico immerso in una matrice di bitume a temperatura costante (figura 4.16). Questa coppia viene quindi convertita in viscosità e visualizzata automaticamente dal viscosimetro.

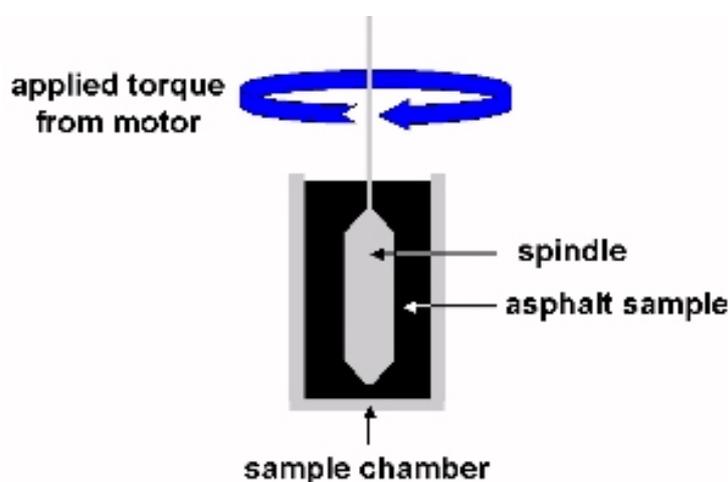


Fig.4.16 – Schema di funzionamento del viscosimetro rotazionale

La viscosità è definita come:

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \quad (\text{eq.4.10})$$

Con:

τ = sollecitazione tangenziale

$\dot{\gamma}$ = gradiente di deformazione

Le misurazioni della viscosità alle alte temperature hanno lo scopo di simulare la lavorabilità del bitume alle temperature di miscelazione e di posa. Poiché l'obiettivo è quello di garantire che il legante sia sufficientemente fluido per il pompaggio e la miscelazione, il Superpave specifica una viscosità massima.

Il viscosimetro rotazionale è più indicato del viscosimetro capillare (usato per la viscosità cinematica) per la verifica dei bitumi modificati (tipo quelli con polverino di gomma), perché essi possono intasare il viscosimetro capillare e causarne letture difettose (figura 4.17). Le normative vigenti per lo svolgimento di questo test sono l'AASHTO TP48 e l'ASTM D4402.



Fig.4.17 – Strumentazione per la prova con viscosimetro rotazionale

4.3.4 Direct Tension Test (DTT)

Il Direct Tension Test è un apparecchiatura con cui nel sistema Superpave si determina l'entità dell'allungamento a rottura di un campione di bitume sottoposto a trazione diretta alle basse temperature (figura 4.20).

Questo test è necessario poiché non sempre i leganti più rigidi presentano un auspicabile comportamento a rottura fragile, cioè accompagnato da un modesto allungamento a rottura. Il DTT è utilizzato per prove su bitumi che hanno un elevato modulo di rigidità, misurato con la prova BBR, compreso tra 300 e 600 MPa.

La prova di trazione diretta è stata pensata come integrazione dei risultati del BBR al fine di avere un quadro più completo possibile del comportamento a freddo dei bitumi. Anche in questo caso il test viene condotto su provini che hanno subito l'invecchiamento secondo RTFOT e PAV con l'obiettivo di prevedere le prestazioni a freddo del bitume dopo la posa in opera del conglomerato e durante l'arco della vita utile della pavimentazione. Per questo test un provino di legante di forma prismatica viene posto in trazione, ad un tasso di deformazione pari a 1 mm/min, fino a rottura (figura 4.18).

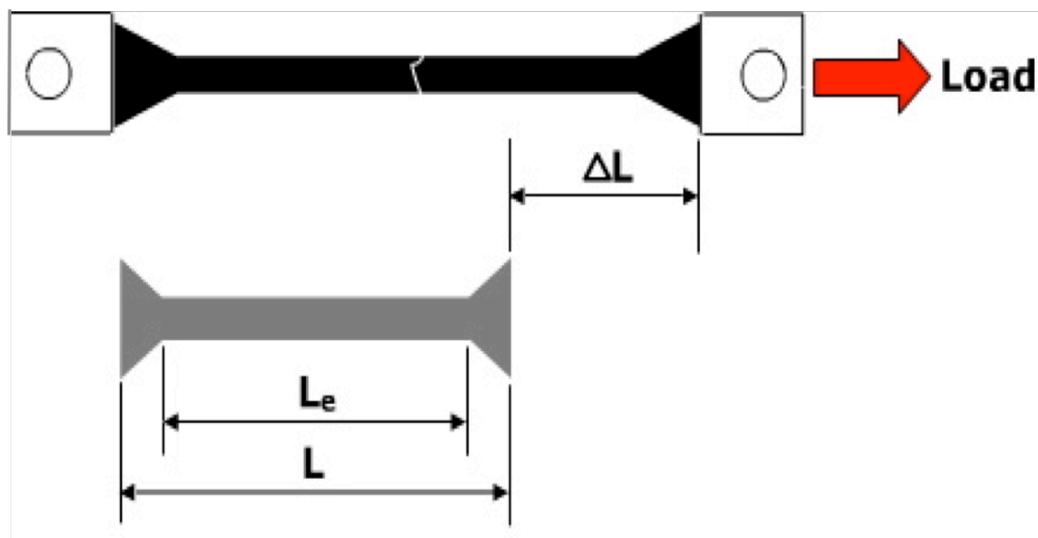


Fig.4.18 – Schema di principio della prova DTT

Il corrispondente allungamento viene utilizzato per calcolare la ε_f a rottura che fornisce un'indicazione importante nell'identificazione del comportamento fragile.

$$\varepsilon_f = \frac{\Delta L}{L_e} \quad (\text{eq.4.11})$$

Con:

ΔL = Allungamento del provino

L_e = Lunghezza effettiva

Viene svolta tipicamente a temperature comprese tra 0°C e -36°C e consente di ottenere il diagramma tenso-deformativo riportato in figura 4.19.

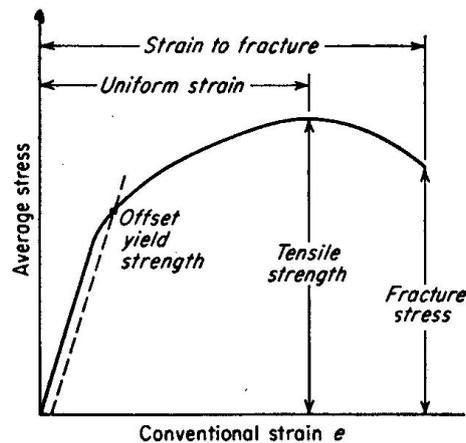


Fig.4.19 – diagramma tensione-deformazione prova DTT

La norma AASHTO TP3 prevede che l'allungamento percentuale a rottura misurato alla tensione massima, sia inferiore all'1%.



Fig.4.20 – Apparecchiatura per il Direct Tension Test

4.3.5 Rolling Thin Film Oven Test (RTFOT)

Il bitume, come molte sostanze organiche, risente della presenza di ossigeno, delle radiazioni ultraviolette e dei vari trattamenti termici a cui viene sottoposto a partire dalle sue condizioni di stoccaggio, dalle modalità di preparazione e posa in opera dei conglomerati ed infine dalle condizioni di esercizio della pavimentazione di cui è parte.

Tutti questi fattori concorrono a causare un indurimento del materiale cui corrisponde una diminuzione delle caratteristiche meccaniche.

Per spiegare chimicamente, ma in termini molto semplificati la genesi dell'indurimento del bitume basti pensare che l'ossigeno, principale responsabile, si lega ai siti reattivi delle molecole (doppi legami), creando gruppi carbonilici RCOH o carbossilici RCOOH, che a loro volta reagiscono associando tra loro le molecole per formare strutture più complesse. Quindi per effetto dell'ossidazione il bitume passa da una configurazione *sol* ad una configurazione *gel* irreversibile.

Essendo la temperatura elevata determinante per la velocità della reazione di ossidazione, è proprio durante le fasi di miscelazione e posa in opera del conglomerato che si verifica il maggior invecchiamento del bitume.

La prova Rolling Thin Film Oven Test (RTFOT) ha essenzialmente due scopi [17]:

- Produrre campioni di bitume invecchiato da poter sottoporre a test di rilevazione delle proprietà fisiche
- Determinare la quantità di oli leggeri volatilizzati durante il processo di invecchiamento (aging)

Questa prova consiste nel mettere piccole quantità di prodotto ($35 \pm 0,5$ g), poste in recipienti cilindrici all'interno di una stufa a tamburo rotante (15 giri/min), alla temperatura di $163 \pm 1^\circ\text{C}$, sottoposti per 85 minuti ad un getto di aria controllato (4000 ml/min) (figura 4.21 e 4.23).



Fig.4.21 – Preparazione provini



Fig.4.22 – Recipienti cilindrici per prova RTFOT

Al termine di questo trattamento il contenuto di due bottiglie viene pesato per stabilire la perdita in peso dovuta alla volatilizzazione degli oli leggeri, mentre gli altri campioni vengono riuniti per ottenere un sufficiente quantitativo di legante da utilizzarsi nelle successive prove di caratterizzazione fisica (figura 4.22).

Gli effetti del calore e dell'aria sono determinati in base alla variazione della massa (espressa in percentuale), oppure come variazione delle caratteristiche del legante bituminoso, come la penetrazione, punto di rammollimento, la viscosità dinamica, prima o dopo la permanenza in stufa. La norma che regola questa prova è la UNI EN 12607-1.

Il parametro con cui più comunemente si indica la suscettibilità del bitume all'ossidazione è l'*ageing index*, ovvero il rapporto tra viscosità a 60°C del prodotto recuperato e l'analoga viscosità del prodotto iniziale [18].

Oltre a questa si misurano la penetrazione residua, l'incremento del punto di rammollimento e la tendenza del bitume a perdere prodotti leggeri durante la miscelazione, attraverso la verifica della differenza di peso dei recipienti.

- Rapporto delle viscosità dinamiche a 60°C:

$$\frac{\eta_2}{\eta_1} \quad (\text{eq.4.12})$$

Con:

η_2 = viscosità del legante dopo prova RTFOT

η_1 = viscosità del legante vergine

- Variazione di massa, in percentuale:

$$100 \cdot \frac{(M_2 - M_1)}{(M_1 - M_0)} \quad (\text{Contenitore A}) \quad (\text{eq.4.13})$$

Con:

M_0 = Massa contenitore di vetro (A)

M_1 = Massa contenitore di vetro (A) + bitume vergine

M_2 = Massa contenitore di vetro (A) + bitume dopo RTFOT

$$100 \cdot \frac{(M'_2 - M'_1)}{(M'_1 - M'_0)} \quad (\text{Contenitore } B) \quad (\text{eq.4.14})$$

Con:

M'_0 = Massa contenitore di vetro (B)

M'_1 = Massa contenitore di vetro (B) + bitume vergine

M'_2 = Massa contenitore di vetro (B) + bitume dopo RTFOT

- Percentuale del valore di penetrazione residua a 25°C:

$$100 \cdot \frac{P_2}{P_1} \quad (\text{eq.4.15})$$

Con:

P_2 = valore di penetrazione dopo prova RTFOT

P_1 = valore di penetrazione del legante vergine

- Innalzamento del punto di rammollimento:

$$T_2 - T_1 \quad (\text{eq.4.16})$$

Con:

T_2 = Temperatura punto di rammollimento dopo RTFOT

T_1 = Temperatura punto di rammollimento del legante vergine

Valori molto elevati di viscosità dopo la prova di invecchiamento sono talvolta dovuti all'evaporazione di leggeri durante il test. Un'elevata perdita in peso significa che il bitume si è indurito durante il riscaldamento sia per l'evaporazione di frazioni leggere sia per effetto dell'ossidazione.

Attribuire una elevata suscettibilità all'ossidazione ad un bitume che mostra un elevato ageing index e anche una consistente perdita in peso non è corretto.

I risultati di un test RTFOT senza i valori della perdita in peso non sono da considerarsi completi e quindi non sono correttamente interpretabili.



Fig.4.23 – Apparecchiatura di laboratorio per la prova RTFOT

4.3.6 Pressure Ageing Vessel (PAV)

Tramite il Pressure Ageing Vessel test, si vuole simulare l'invecchiamento che il legante subisce nei primi 5-10 anni di vita della pavimentazione, ovvero vale a dire l'invecchiamento a lungo termine (vita utile). Il bitume viene prima sottoposto a invecchiamento RTFOT, poi colato nei relativi piatti metallici porta campione ($50 \pm 0,5$ g) (figura 4.24). Successivamente attraverso un raccogliitore vengono immessi nella camera principale e sottoposti ad una pressione di 2100 ± 100 KPa per 20 ore ad una temperatura di 90, 100 o 110°C , in funzione della massima temperatura di progetto della pavimentazione (UNI EN 14769) (figura 4.25).

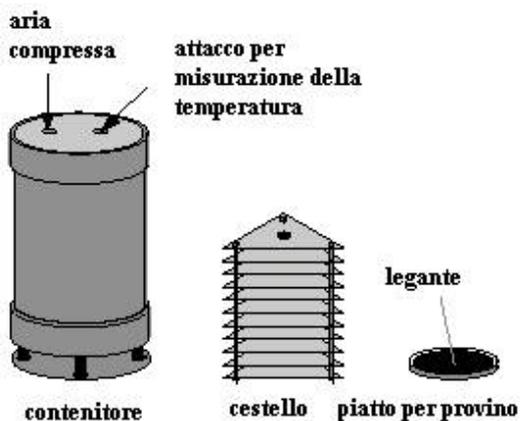


Fig.4.24 – Componenti PAV



Fig.4.25 – Apparecchiatura PAV

4.4 PERFORMANCE GRADE

Il progetto di ricerca statunitense SHRP ha segnato, ad oltre un ventennio dalla sua prima definizione concettuale, un profondo cambiamento culturale nel mondo del bitume, anche nel Vecchio Continente. Dalla formulazione di base fino alla prestazione in opera, dai progettisti ai confezionatori, seppur con diversi stimoli e con diverse aspettative, tutti i soggetti che partecipano con consapevolezza alla realizzazione di pavimentazioni stradali di qualità hanno subito il fascino e le significative trasformazioni che lo studio della reologia del bitume ha apportato nell'approccio alla qualificazione ed al miglioramento delle prestazioni dei leganti bituminosi. La norma SHRP, attraverso l'introduzione del concetto di Performance Grade del bitume stradale, ha avuto il merito di sintetizzare la complessa risposta reologica del legante ed il rigoroso approccio di analisi, in due semplici quanto essenziali "numeri": i valori di temperatura minima e massima che definiscono il campo di utilizzo su strada del bitume [19]. Anche e soprattutto i leganti dalle prestazioni superiori quali i bitumi modificati trovano il necessario riconoscimento qualitativo in un sistema di classificazione che evidenzia in modo chiaro e completo le notevoli prestazioni in opera, cose che le tradizionali prove empiriche non consentono di fare [20].

L'ottimizzazione del progetto delle sovrastrutture passa non solo attraverso la scelta dei materiali più idonei ma, in ugual modo, dall'opportuna conoscenza delle temperature di progetto.

Per questi motivi, e coerentemente con l'approccio proposto dalla normativa statunitense, è fondamentale avere a disposizione una mappatura meteo climatica del territorio nazionale, che suggerisca la tipologia di bitume più adatta per le pavimentazioni flessibili, tenendo conto dello specifico contesto climatico ed ambientale nelle quali tali opere si vanno ad inserire.

Gli studi compiuti sui materiali, in particolare sui bitumi, dai ricercatori del progetto SHRP e da tutti coloro i quali in diversi lustri hanno sviluppato e perfezionato i principi teorici di base, hanno individuato nella temperatura di

esercizio la condizione ambientale più decisiva sulla durata della vita utile delle pavimentazioni bituminose.

Le temperature di esercizio sono infatti responsabili in primis del meccanismo di formazione di ormaie e fessurazioni di origine termica [21-22].

La definizione dei Performance Grade parte dalla conoscenza, negli anni, dei valori di temperatura minima dell'aria e dei valori di temperatura media dell'aria calcolata nei 7 giorni consecutivi più caldi di ciascun anno considerato.

L'applicazione del modello SHRP per la determinazione del Performance Grade da richiedere ai bitumi stradali si basa sulla esecuzione dei seguenti passaggi concettuali:

- Calcolo della "Temperatura di progetto massima" a 20 mm di profondità dalla superficie della pavimentazione stradale
- Conoscenza della "Temperatura di progetto minima" sulla superficie della pavimentazione stradale
- Correzione statistica delle temperature alla ricerca di un grado di affidabilità pari ad almeno il 98%
- Determinazione del grado PG_{MAX} e PG_{MIN}

Queste sono le temperature utilizzate per la individuazione delle classi di legante, ad esempio per un legante PG 64-22 (PG sta per Performance Grade, che possiamo tradurre come "categoria di prestazione"), 64°C rappresenta la massima temperatura alla quale ci si aspetta che il legante dovrà lavorare, -22°C sarà la minima temperatura attesa.

Determinazione del PG_{MAX} :

La temperatura massima al suolo è funzione di una serie di fattori quali vento, orientamento delle radiazioni solari, radiazioni diffuse, convezione, conduzione, radiazioni del corpo nero. Il bilancio energetico sulla superficie della pavimentazione, oltre a dipendere da tutti questi fattori, è strettamente legato alle condizioni climatiche della zona in esame.

Al fine di calcolare la temperatura sulla superficie della pavimentazione durante i 7 giorni consecutivi più caldi dell'anno, all'assorbimento solare, alle radiazioni

trasmesse attraverso l'aria, alle radiazioni dell'atmosfera ed alla velocità del vento vengono assegnati i seguenti valori convenzionali:

- Assorbimento solare = 0,90
- Trasmissione attraverso l'aria = 0,82
- Radiazione atmosferica = 0,70
- Velocità del vento = 4,5 m/s

Con tali premesse, attraverso la validazione di uno studio teorico mediante risultanze sperimentali, Huber [23] quantifica la differenza tra temperatura sulla superficie stradale (T_{surf} in gradi centigradi) e quella dell'aria (T_{air} in gradi centigradi) in funzione della latitudine locale espressa in gradi sessagesimali (Lat):

$$T_{Surf} - T_{Air} = -0,00618Lat^2 + 0,2289Lat + 24,4 \quad (\text{eq.4.17})$$

Solo dati sperimentali sono alla base della formulazione proposta da SHRP che identifica il valore di temperatura ($^{\circ}F$) con la profondità (inch) rispetto alla superficie stradale:

$$T(d) = T_{Surf}(1 - 0,063d + 0,007d^2 - 0,0004d^3) \quad (\text{eq.4.18})$$

Convertendo in unità del Sistema Internazionale e calcolando la temperatura alla profondità di riferimento di 20 mm, l'equazione diventa:

$$T_{20mm} = 0,9545(T_{Surf} + 17,78) - 17,78 \quad (\text{eq.4.19})$$

Nell'ipotesi di una frequenza di distribuzione statistica di tipo gaussiano delle temperature in esame e ricercando una affidabilità del 98% sul valore del risultato finale proposto, è necessario introdurre la correzione:

$$T_{Pav} = T_{20mm} + z\delta_{Air} \quad (\text{eq.4.20})$$

Dove:

T_{Pav} = Temperatura massima della pavimentazione corretta con il grado di affidabilità del 98% in gradi centigradi

T_{20mm} = Temperatura massima della pavimentazione, 20 mm sotto la superficie in gradi centigradi

δ_{Air} = Deviazione standard delle temperature dell'aria massime di 7 giorni consecutivi in gradi centigradi

$z = 2,055$ (dalla tabella della distribuzione normale standard – affidabilità 98%)

Determinazione del PG_{MIN} :

Per quanto riguarda la determinazione del limite inferiore di Performance Grade, la temperatura sulla superficie stradale viene assunta coincidente con la locale temperatura dell'aria:

$$T_{Surf} = T_{Air} \quad (\text{eq.4.21})$$

Nel caso delle sollecitazioni indotte da abbassamenti significativi della temperatura nelle pavimentazioni stradali, la condizione critica, dunque, è quella che si verifica direttamente sulla superficie. Anche per le temperature minime è necessario effettuare una correzione dei risultati trovati, per garantire un livello di affidabilità pari al 98%:

$$T_{Pav} = T_{Surf} - z\delta_{Air} \quad (\text{eq.4.22})$$

Dove:

T_{Pav} = Temperatura minima della pavimentazione corretta con il grado di affidabilità del 98% in gradi centigradi

T_{Surf} = Temperatura minima della pavimentazione sulla superficie stradale in gradi centigradi

δ_{Air} = Deviazione standard delle temperature dell'aria minime in gradi centigradi

$z = 2,055$ (dalla tabella di distribuzione normale standard – affidabilità del 98%)

Per la temperatura minima di progetto, la tabella SHRP indica il limite inferiore dell'intervallo di performance grade quale valore di temperatura strettamente

più basso di quello appena calcolato, attingendo dai valori proposti in corrispondenza del PG_{MAX} sopra calcolato.

La singolarità delle condizioni climatiche di alcune regioni degli Stati Uniti hanno messo in luce possibili limiti del modello SHRP per quanto riguarda il calcolo del Performance Grade nel caso delle temperature massime di esercizio. Anni di esperienza hanno evidenziato, infatti, che alcuni tipi di bitumi avrebbero dovuto assicurare prestazioni superiori rispetto a quanto dedotto dal calcolo del PG_{MAX} . La persistenza di temperature particolarmente elevate per periodi dell'anno, non solo superiori a sette giorni consecutivi ma addirittura protratti per mesi, ha richiesto un diverso approccio di calcolo della resistenza all'ormaiamento dei bitumi stradali.

Un recente proposta scientifica suggerisce un approccio al calcolo del PG_{MAX} basato sull'analisi del danno da ormaiamento. In pratica si tratta di calcolare la temperatura alla quale il danno, inteso come profondità dell'ormaia, è tollerabile.

4.5 IL REOMETRO RT10

Per la determinazione dei dati necessari all'analisi descritta in questo elaborato è stato utilizzato il reometro rotazionale Haake Rotovisco RT10 (figura 4.26).

Il principio di funzionamento del reometro rotazionale, in condizioni di temperatura controllata, prevede che ad un provino di bitume avente simmetria assiale venga applicato un momento sollecitante M , variabile secondo una legge predefinita. Corrispondentemente sono misurate le rotazioni angolari ϕ del provino.

Lo strumento preso in esame è un reometro del tipo *Control Stress* che opera quindi in controllo di sollecitazione, misurando le deformazioni ad esse conseguenti. Esso può anche operare in regime di *Control Rate* mediante il quale il provino è soggetto ad un certo gradiente di velocità di deformazione angolare e conseguentemente vengono misurate le corrispondenti sollecitazioni tangenziali.

Esiste inoltre un'ulteriore modalità di funzionamento detta *Oscillatory* in cui la tensione tangenziale applicata al provino varia con legge sinusoidale.



Fig.4.26 – Rotovisco RT10

L'applicazione della sollecitazione avviene mediante un motore elettrico capace di imporre e controllare una coppia predefinita all'albero motore. Il motore elettrico è il componente più affidabile della macchina, sia perché non sono presenti al suo interno parti meccaniche o ingranaggi soggetti ad usura, sia perché i più piccoli valori di coppia utilizzati nelle prove sono maggiori di due ordini di grandezza rispetto alla sua risoluzione pari a $8 \cdot 10^{-8}$ N·m; mentre la coppia massima che può venire applicata è pari a $8 \cdot 10^4$ μ N·m. Per tutti i sistemi di misura il legame tra tensioni τ e coppia applicata M è:

$$\tau = A \cdot M \quad (\text{eq.4.23})$$

Dove il fattore di forma A è variabile per ogni tipo di sistema di misura.

Le letture di deformazione avvengono mediante un trasduttore posizionato al di sotto del motore elettrico che controlla il movimento dell'albero motore.

Il trasduttore effettua misure di rotazione mediante la lettura dell'arco s , descritto da un punto della circonferenza esterna del disco amplificatore di raggio ρ , che è direttamente calettato sull'albero motore.

L'angolo di rotazione ϕ vale:

$$\Phi = \frac{s}{\rho} \quad (\text{eq.4.24})$$

Inoltre la risoluzione massima del trasduttore è pari a $6 \cdot 10^{-5}$ radianti. Il disco amplificatore risulta essere suddiviso in 2500 archi uguali, all'interno di ciascuno dei quali un interpolatore elettronico è in grado di effettuare 400 punti di misura. Utilizzando il reometro nella modalità Control Stress il trasduttore ha la risoluzione di un millesimo di giro ($2500 \cdot 400$ impulsi/giro); se invece si utilizza il modo di prova Control Rate l'interpolatore non è attivo e quindi la risoluzione è inferiore di 400 volte. Bisogna inoltre ricordare che il sistema di sospensione delle parti in movimento è dotato di un cuscinetto a sfere di zaffiro che quando è posto in rotazione produce un non trascurabile attrito volvente.

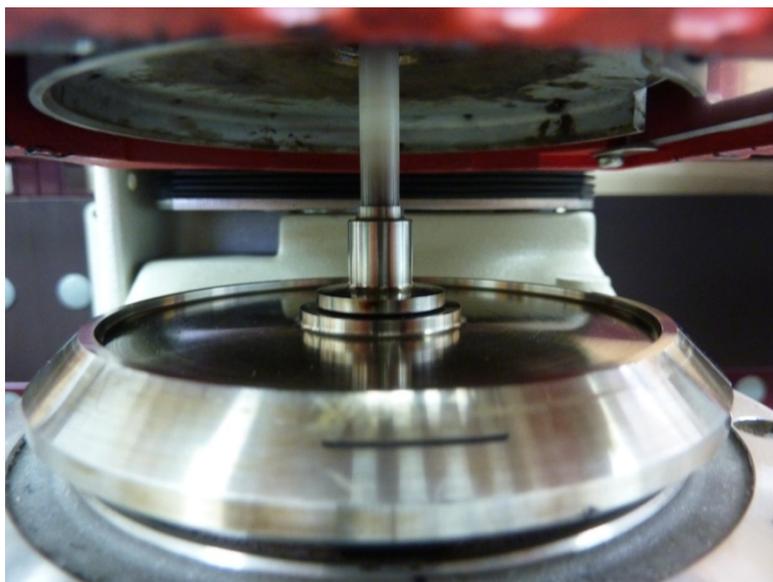


Fig.4.27 – Piatto-piatto da 20 mm di diametro

Nell'uso corrente le geometrie di prova maggiormente diffuse sono quelle a piatti paralleli o piatto-cono. Le prove effettuate in questa tesi sono state svolte con il sistema piatto-piatto da 20 mm di diametro (figura 4.27).

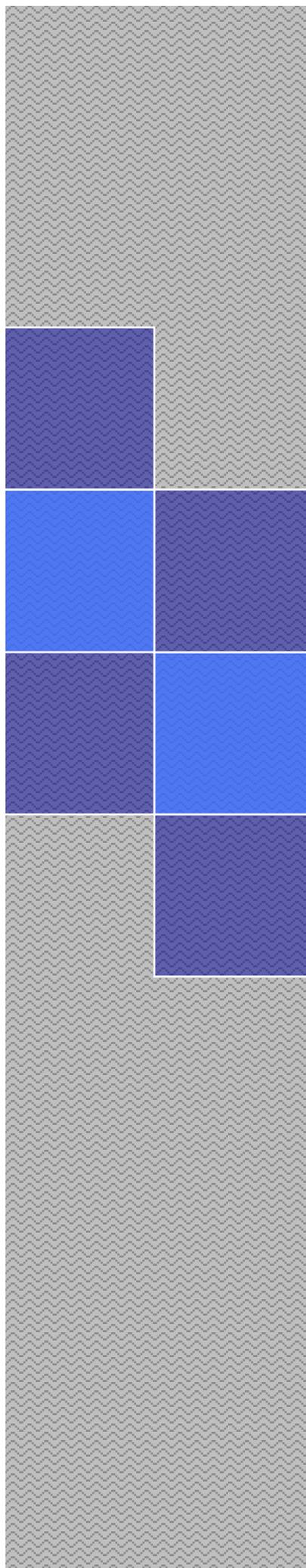
Il sistema di misura a piatti paralleli permette di variare l'altezza (detta gap) del provino di bitume, ma presenta l'inconveniente di imporre ad esso una deformazione che è linearmente variabile con la distanza r dall'asse del campione cilindrico secondo la relazione seguente:

$$\gamma = \frac{r \cdot \Phi}{h} \quad (\text{eq.4.25})$$

Nel corso delle misure eseguite con tale sistema di misura si fa riferimento alle deformazioni corrispondenti ai punti per i quali r risulta pari a $R/2$, dove R è il raggio del sistema di misura.

Capitolo 5

Analisi dei risultati



5.1 INTRODUZIONE

Nel presente capitolo sono esposte le modalità con le quali sono stati preparati i provini di bitume da sottoporre ai test, nonché i risultati ottenuti dalle prove reometriche eseguite in regime oscillatorio con il Dynamic Shear Rheometer. Successivamente vengono presentate ed analizzate le elaborazioni numeriche ottenute dai dati delle suddette prove.

L'analisi dei dati, di seguito illustrate, sono derivanti da una serie di test svolti presso il laboratorio Valli Zabban S.p.A. dello stabilimento di Bologna.

5.2 PREPARAZIONE DEI LEGANTI

Le esigenze primarie che si hanno in laboratorio durante una ricerca sperimentale sono quelle di avere accuratezza e affidabilità dei dati misurati. Pertanto nell'eseguire le prove reometriche si è seguito un ben preciso protocollo di prova; facendo ciò si è limitato al minimo indispensabile le procedure di preparazione e di condizionamento del campione, contemporaneamente si è svolto il maggior numero di prove consentito dalla natura del legante sul medesimo campione. Infatti come già citato il bitume è molto sensibile alla temperatura e un ripetuto riscaldamento può influire sull'esito della misura. Sarebbe sempre indispensabile, per non derogare mai al rigore scientifico, che gli operatori osservassero alcune accortezze nei riguardi del materiale al fine di restringere al minimo la dispersione dei risultati e favorire quindi la ripetibilità e la riproducibilità del dato, entrambi indicatori di fiducia verso il laboratorio.

Una volta uscito dall'impianto di produzione è necessario che il bitume sia contenuto in un barattolo metallico (non trasparente alla luce) chiuso ermeticamente, inoltre bisogna evitare di sottoporre il bitume a choc termici, in quanto per la particolare struttura chimica è sensibile anche alla storia termica. Sono stati prelevati dalle cisterne di stoccaggio 4 barattoli da 1 Kg di bitume tal quale (1 barattolo di bitume con penetrazione pari a 70/100 dmm, 2 da 50/70

dmm e 1 da 30/50 dmm); dopodiché si è provveduto a modificarli al fine di ottenere i materiali necessari per lo studio di questa tesi.

La modifica dei bitumi è avvenuta seguendo questa procedura:

- I 4 barattoli sono stati messi in forno a 140°C per 20 minuti
- La formazione del Drenoal Hard M è avvenuta mettendo il barattolo del bitume con grado di penetrazione pari al 50/70 dmm sul fornello con un agitatore e versando il 5,5% di polimero SBS; lasciando agire la miscelazione per un ora (figura 5.5)
- La formazione del Lowval è avvenuta mettendo il barattolo del bitume con grado di penetrazione pari al 50/70 dmm sul fornello con un agitatore e versando il 4,5% di polimero SBS e circa il 2% di additivo. Dopodiché si lascia agitare per un ora (figura 5.6)
- La formazione del Lowval HM 40 è avvenuta mettendo il barattolo del bitume con grado di penetrazione pari al 30/50 dmm sul fornello con un agitatore e versando il 4,5% di polimero SBS e circa il 2% di additivo. Dopodiché si lascia agitare per un ora (figura 5.7)



Fig.5.1 – Formazione bitumi modificati

- Una volta pronti vengono versati all'interno di formelle metalliche in alluminio, più pratiche da utilizzare. Sono state ottenute 28 formelle, 7 per ogni materiale (figura 5.2 e 5.3)



Fig.5.2 e 5.3 – Preparazione delle formelle



Fig.5.4 – Bitume 70/100 dmm



Fig.5.5 – Drenoval Hard M



Fig.5.6 - Lowval



Fig.5.7 – Lowval HM40

5.3 INVECCHIAMENTO DEL BITUME

Per la produzione di campioni di bitume invecchiato da utilizzare per lo studio delle proprietà reologiche è stata impiegata la prova Rolling Thin Film Oven Test (RTFOT).

Per ogni tipo di legante vengono versati dentro a recipienti cilindrici $35 \text{ g} \pm 5 \text{ g}$ di materiale (figura 5.8), in seguito sono stati messi in forno a termostatare per 10 minuti alla temperatura di $163^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$. Trascorso il tempo di termostatazione si è avviata la prova che consiste nel far ruotare per 85 minuti i campioni sottoponendoli ad un getto d'aria controllato (4000 ml/min) in forno alla temperatura di $163^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ (figura 5.10). Al termine di tale prova il bitume invecchiato è stato colato all'interno di 4 formelle in alluminio.



Fig.5.8 – Recipienti cilindrici prima RTFOT



Fig.5.9 – Recipiente cilindrico dopo RTFOT



Fig.5.10 – Prova RTFOT

5.4 PREPARAZIONE DEI PROVINI

Per i bitumi modificati è necessario mescolare la sostanza una volta liquefatta al fine di omogeneizzare ed attivare il polimero che potrebbe non essere uniformemente disperso nel bitume.

Lo spessore dei provini di bitume varia a seconda della temperatura a cui viene effettuata la prova e può variare tra 1 mm e 1,8 mm:

- Gap = 1 mm per le temperature di 55°C e 40°C
- Gap = 1,8 mm per le temperature di 25°C, 10°C e 0°C

Per le analisi con gap di 1 mm il bitume viene colato direttamente sul reometro (figura 5.11), mentre per quelle con gap di 1,8 mm il bitume viene colato dentro ad una fustella, ed una volta raffreddato attraverso l'utilizzo di una lama calda si asporta il materiale in eccesso (figura 5.12 e 5.13).



Fig.5.11 – Provino con gap = 1mm



Fig.5.12 – Provino con gap = 1,8mm

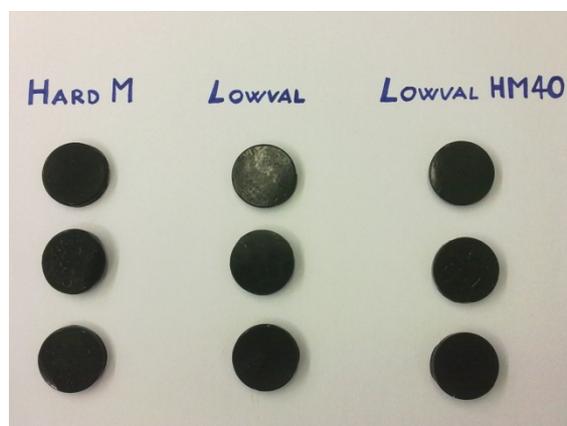


Fig.5.13 – Provini per bitumi modificati con gap = 1,8mm

5.5 PROVE CON DYNAMIC SHEAR RHEOMETER

5.5.1 Procedura di prova

Le specifiche SHRP prevedono di eseguire prove in regime oscillatorio con frequenza variabile tra 0,1 e 100 rad/sec alle temperature di -35°C, -25°C, -15°C, -5°C, 5°C, 15°C, 35°C, 45°C, 60°C.

Il reometro Haake RT10 non essendo stato progettato specificatamente per studiare bitumi non consente di eseguire le frequency sweep alle frequenze proposte da SHRP, inoltre la centralina elettronica TC500 di controllo della temperatura non consente di andare sotto a 0°C.

I bitumi sono stati testati con prove in scansione di frequenza variabile tra 0,01 Hz e 10 Hz; il limite inferiore di frequenza prescelto è dettato dal fatto che in tal modo la durata della prova non è eccessiva (50-60 minuti), mentre come limite superiore si è scelto 10 Hz dato che il software di gestione del reometro oltre tale frequenza non è in grado di apportare correzioni all'angolo di fase δ per tenere conto dell'attrito dei cuscinetti posti sull'albero motore.

Alle basse frequenze tale inconveniente non viene avvertito in quanto le armoniche lette hanno ampiezza ridotta rispetto alla fondamentale e possono essere corrette dall'analisi di Fourier; oltre i 10 Hz tale correzione diventa paragonabile al valore assoluto dell'angolo di fase δ e le misure ne risentono in termini di affidabilità.

Come temperature di prova sono state scelte quelle a 0°C, 10°C, 25°C, 40°C e 55°C al fine di coprire un ampio range di valori e garantire una simmetria rispetto alla temperatura di riferimento (25°C), poiché il software richiede almeno 5 temperature per creare le master curve.

Per lo svolgimento dei test sono stati seguiti i seguenti passi:

- 1) Calibrazione dello strumento
- 2) Termostatazione del provino
- 3) Misurazione in frequency sweep
- 4) Misurazione in stress sweep

5.5.1.1 Calibrazione dello strumento

Prima di colare il bitume sul piatto inferiore, o nel caso di basse temperature avendo un gap maggiore, di porlo sul piatto superiore del reometro occorre preparare quest'ultimo in maniera idonea al fine di evitare che la misura sia affetta da errore, stando attenti a piccole accortezze:

- Si porta il reometro alla temperatura di prova
- Si effettua lo *zero point*, cioè si portano a contatto i piatti del sistema di misura, alla temperatura di prova (figura 5.14)
- I piatti del reometro vengono portati ad una temperatura idonea (60°C bitumi modificati, 50°C bitume tal quale) per colare o ad attaccare il bitume, in modo tale da evitare il fenomeno dello *slippage* che consiste nella non perfetta adesione tra campione e sistemi di misura (piatti)
- Viene colato il bitume sul piatto inferiore (per prove con gap = 1mm) o attaccato al piatto superiore (per prove con gap = 1,8mm)
- Fatte queste operazioni preliminari non si dà inizio alla prova vera e propria ma inizia la fase di termostatazione del provino.

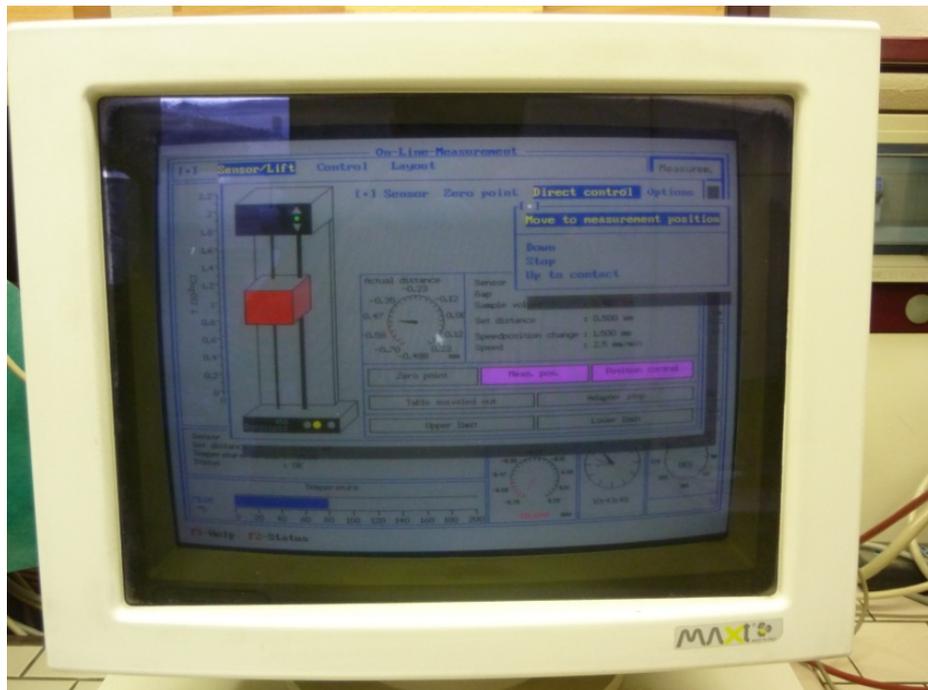


Fig.5.14 – Procedura di zero point

5.5.1.2 Termostatazione del provino

Il bitume è un materiale molto sensibile alla temperatura, la consistenza ne risente fino al decimo di grado centigrado. Ne consegue che il controllo della temperatura del campione è uno dei punti più delicati della sperimentazione reologica su questi tipi di materiali. I leganti bituminosi infatti associano ad un'elevata suscettività termica una conducibilità termica piuttosto ridotta, ciò fa sì che risulti difficile condizionare un campione ad una data temperatura e che gli errori, anche piccoli, commessi in tale operazione abbiano un effetto notevole sulle proprietà reologiche misurate.

Per cui lo scopo del condizionamento è quello di eliminare il gradiente termico che si viene a creare all'interno del provino. Il legante bituminoso viene versato sui piatti ad una temperatura di 165°C per i bitumi modificati e 135°C per i bitumi tal quali, la prova potrà avere inizio solo una volta che la macchina sia in grado di mantenere il materiale stabilmente alla temperatura alla quale si intende studiarne il comportamento.

I protocolli di prova proposti dalla normativa SHRP risolvono questo problema imponendo il condizionamento del campione mediante un bagno d'acqua. Purtroppo lo strumento utilizzato nella presente ricerca non possiede la capacità di alloggiare la cella per eseguire il bagno d'acqua ma è dotato comunque di un controllo della temperatura completamente elettronico, comandato da una centralina connessa con il reometro.

La temperatura è rilevata appena al di sotto del piatto inferiore mediante due termoresistenze al platino, dette PT100 (100W a 0°C), aventi una risoluzione in valore assoluto pari a 0,02°C.

I sistemi di misura sono inoltre contenuti in una cella termostatica all'interno della quale a temperature superiori agli 80°C può essere introdotto un flusso di azoto per evitare l'ossidazione del legante durante lo svolgersi delle prove.

Per le temperature inferiori a 30°C occorre azionare il sistema raffreddante in modo tale da far funzionare correttamente il reometro.

Una volta versato il bitume sui piatti e dopo aver portato questi ultimi in posizione di misura si dà inizio alla fase di condizionamento (termostatazione).

Partendo dal menu principale si effettuano i seguenti passi:

- *Measurement*
- *Measurement definition*
- Dentro alla tabella si imposta *Measuring mode (OSC)*
- *Temperature setting*, con la quale si imposta la temperatura di prova con la relativa tolleranza; questa fase si conclude quando il campione termina il tempo di termostatazione (1800 secondi) e la temperatura si trova nell'intorno del valore esatto (figura 5.15)
- *Time curve* in controllo di deformazione (autostrain), della durata di 180 secondi, mediante cui si "solletica" il campione favorendo la formazione di un flusso laminare grazie al quale si dissipa il gradiente di temperatura presente all'interno del campione; tale fase deve avvenire limitando la deformazione per non deteriorare il campione da sottoporre alle prove successive, perciò si assume la deformazione imposta γ_0 pari ad una frazione molto esigua (10%) della deformazione limite che definisce il campo viscoelastico lineare (figura 5.16)

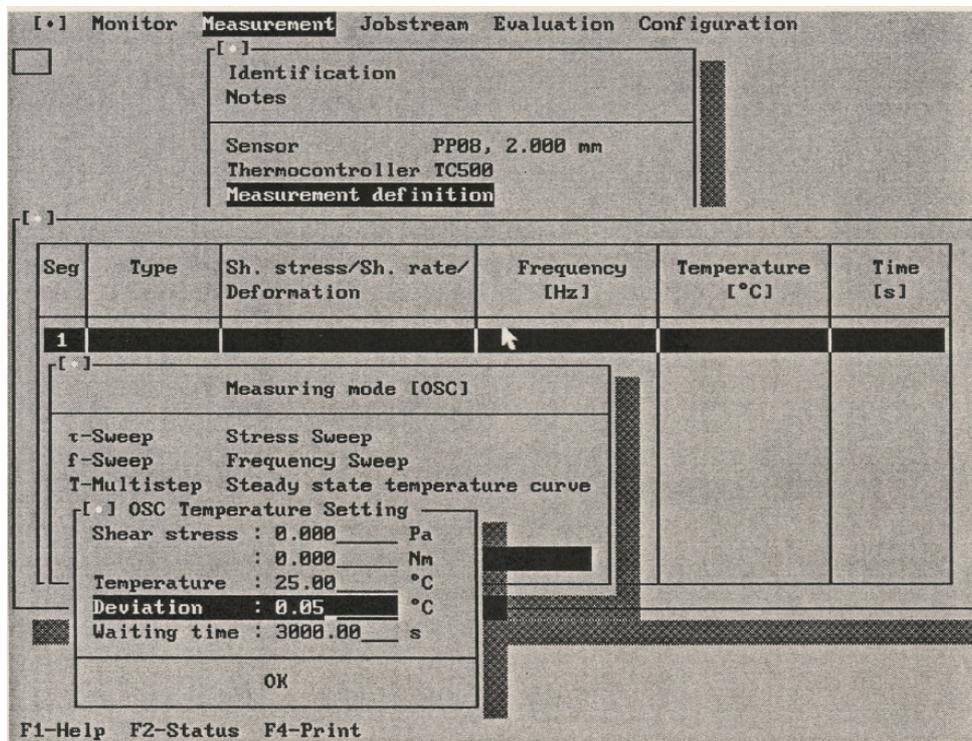


Fig.5.15 – Temperature setting

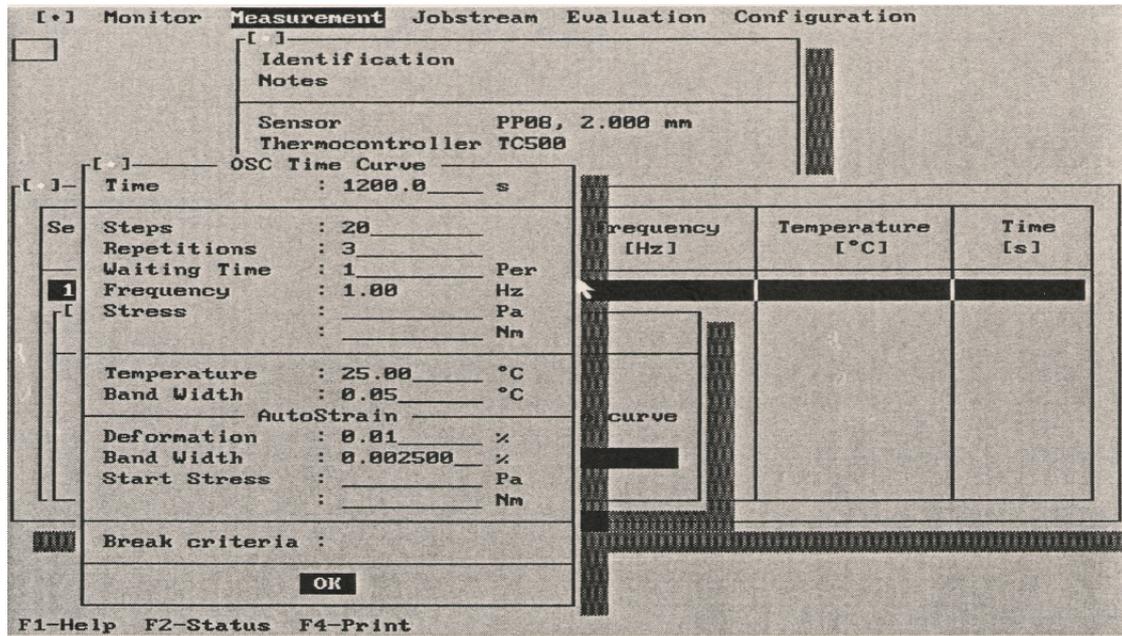


Fig.5.16 – Time curve

Terminata la time curve si può procedere all'esecuzione delle prove in scansione di frequenza (frequency sweep) da cui successivamente verranno ricavate le master curve.

Di seguito sono riportati i valori utilizzati alle diverse temperature per la temperature setting (tabella 5.1) e per la time curve (tabella 5.2).

| | Shear Stress [Pa] | Temperature [°C] | Deviation [°C] | Waiting Time [s] |
|------------|----------------------|---------------------|-------------------|---------------------|
| Temp. 0°C | 0,000 | 0,00 | 0,00 | 1800 |
| Temp. 10°C | 0,000 | 10,00 | 0,00 | 1800 |
| Temp. 25°C | 0,000 | 25,00 | 0,00 | 1800 |
| Temp. 40°C | 0,000 | 40,00 | 0,00 | 1800 |
| Temp. 55°C | 0,000 | 55,00 | 0,00 | 1800 |

Tab.5.1 – Parametri per la temperature setting

| | Temp. 0°C | Temp. 10°C | Temp. 25°C | Temp. 40°C | Temp. 55°C |
|--------------------|--------------|---------------|---------------|---------------|---------------|
| Time [s] | 180 | 180 | 180 | 180 | 180 |
| Steps | 20 | 20 | 20 | 20 | 20 |
| Repetitions | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 |
| Waiting Time [Per] | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 |
| Frequency [Hz] | 1,47 | 1,47 | 1,47 | 1,47 | 1,47 |
| Temperature [°C] | 0,00 | 10,00 | 25,00 | 40,00 | 55,00 |
| Band Width [°C] | 0,20 | 0,050 | 0,050 | 0,050 | 0,050 |
| Deformation [%] | 0,015 | 0,02 | 0,04 | 0,4 | 0,5 |

Tab.5.2 – Parametri per la time curve

5.5.1.3 Misurazione in frequency sweep

Le scansioni in *frequency sweep* avvengono in controllo di deformazione (autostrain), in tal modo si applica al campione di bitume una deformazione tale per cui non si esca dalla zona di viscoelasticità lineare.

Durante l'esecuzione della frequency sweep si consiglia di impostare il campionamento dei dati con i seguenti parametri (figura 5.17):

- 6 frequenze per ogni unità logaritmica
- 3 cicli di oscillazione per ognuna delle quali viene rilevata la deformazione e la cui media dà il risultato del campionamento
- 1 ciclo di attesa avente lo scopo di stabilizzare il valore della misura

Nella tabella 5.3 sono riportati i valori utilizzati alle diverse temperature per le misurazioni in frequency sweep.

Nell'allegato A sono riportati i valori numerici ottenuti dalle misurazioni in frequency sweep sui bitumi testati alle diverse temperature.

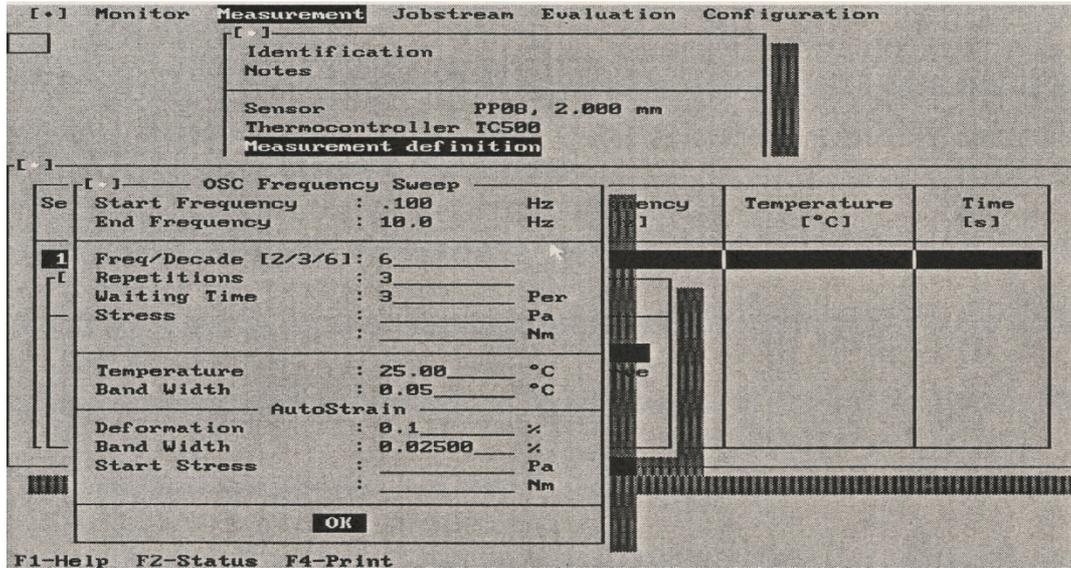


Fig.5.17 – Frequency sweep

| | Temp. 0°C | Temp. 10°C | Temp. 25°C | Temp. 40°C | Temp. 55°C |
|----------------------|--------------|---------------|---------------|---------------|---------------|
| Start Frequency [Hz] | 0,0100 | 0,0100 | 0,0100 | 0,0100 | 0,0100 |
| End Frequency [Hz] | 10,0 | 10,0 | 10,0 | 10,0 | 10,0 |
| Freq/Decade [2/3/6] | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 |
| Repetitions | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 |
| Waiting Time [Per] | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 |
| Temperature [°C] | 0,00 | 10,00 | 25,00 | 40,00 | 55,00 |
| Band Width [°C] | 0,20 | 0,050 | 0,050 | 0,050 | 0,050 |
| Deformation [%] | 0,15 | 0,2 | 0,4 | 4 | 5 |

Tab.5.3 – Parametri per la frequency sweep

5.5.1.4 Misurazione in stress sweep

Per determinare la deformazione limite che definisce il campo viscoelastico lineare si è seguito il protocollo messo a punto da SHRP e si è eseguita una prova in scansione di tensione (*stress sweep*) alla frequenza di 1,47 Hz. La tensione viene gradualmente aumentata fintanto che il modulo

complesso G^* non diminuisce del 30% rispetto al massimo valore misurato, ciò fa sì che la prova si concluda dentro la regione non lineare.

La deformazione limite, calcolata seguendo la normativa SHRP, è quella a cui corrisponde un valore di G' pari al 95% del massimo modulo misurato; tale deformazione cambia valore al variare del tipo di bitume e della temperatura alla quale si testa il legante (figura 5.18).

La deformazione che generalmente viene applicata ai campioni nell'effettuare le prove di frequency sweep non è superiore al 75% della deformazione limite, poiché quando ci si avvicina a tale valore si ha che il flusso che si crea all'interno del materiale da laminare diventa turbolento, quindi le equazioni differenziali che reggono tale fenomeno risultano essere non lineari.

Nella tabella 5.4 vengono riportati i valori utilizzati per il calcolo dello stress sweep alle diverse temperature.

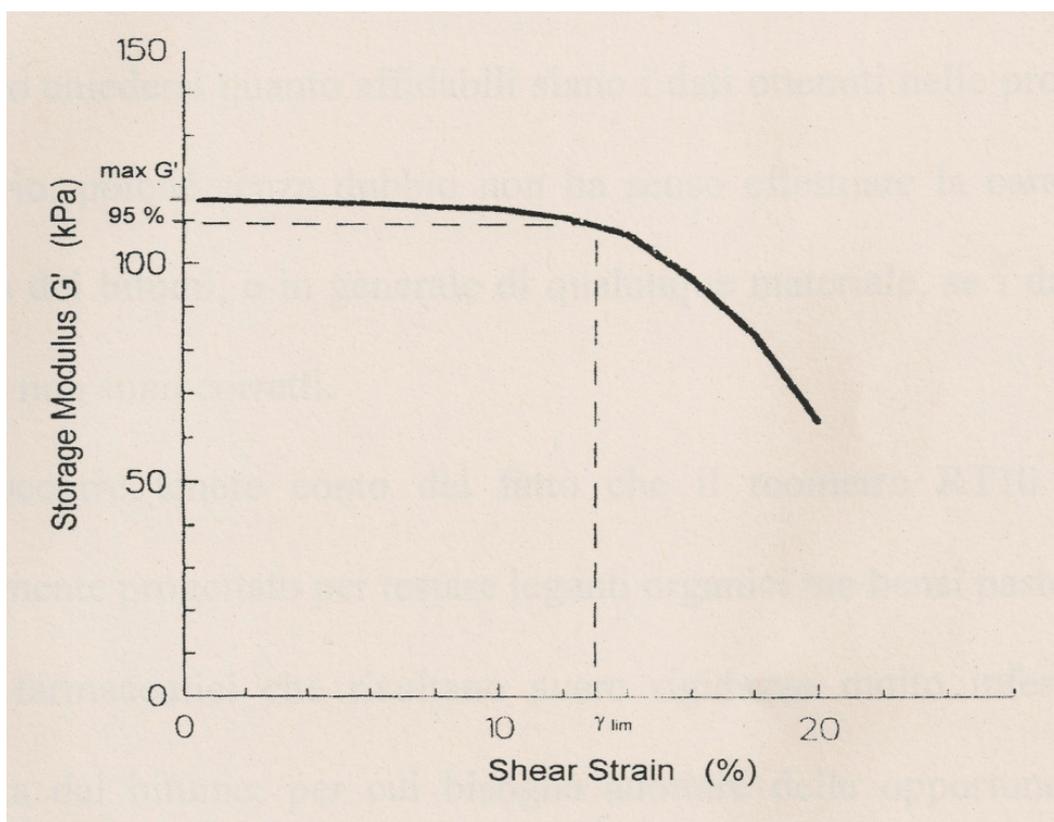


Fig.5.18 – Deformazione limite

| | Temp. 0°C | Temp. 10°C | Temp. 25°C | Temp. 40°C | Temp. 55°C |
|--------------------|--------------|---------------|---------------|---------------|---------------|
| Start Stress [Pa] | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| End Stress [Pa] | 50000 | 20000 | 10000 | 2000 | 1500 |
| Steps | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| Distribution | [Lin] | [Lin] | [Lin] | [Lin] | [Lin] |
| Repetitions | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 |
| Waiting Time [Per] | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 |
| Frequency [Hz] | 1,47 | 1,47 | 1,47 | 1,47 | 1,47 |
| Temperature [°C] | 0,00 | 10,00 | 25,00 | 40,00 | 55,00 |
| Band Width [°C] | 0,20 | 0,050 | 0,050 | 0,050 | 0,050 |

Tab.5.4 – Parametri per lo stress sweep

5.6 MASTER CURVE

Le master curve sono curve ottenute dall'unione mediante la traslazione dei dati misurati alle diverse temperature di prova che stabiliscono l'andamento della funzione viscoelastica in esame in un nuovo dominio, più esteso rispetto a quello delle singole curve iniziali, e nel quale effetti del tempo e della temperatura coesistono. Le curve maestre possono così essere utilizzate per rappresentare il comportamento del materiale in un ampio intervallo di tempi o frequenze di carico dove l'andamento sperimentale determinato dall'unica curva racchiude entrambi gli effetti del tempo e della temperatura.

5.6.1 Shift Factors

Per costruire una master curve, i dati raccolti alle diverse temperature devono essere traslati lungo l'asse delle frequenze in modo che le diverse isoterme si vadano ad allineare formando un'unica curva maestra. L'entità della traslazione è rappresentata proprio dal parametro chiamato *shift factor* (equazione di Williams-Landel-Ferry, eq.1.25).

$$a_T = \frac{f_r}{f} \quad (\text{eq.5.1})$$

Dove:

f = frequenza di sollecitazione a cui è stata eseguita la prova, letta sull'isoterma da testare

f_r = "frequenza ridotta" (reduced frequency), corrisponde a f ma letta sull'isoterma di riferimento

a_T = shift factor

In altri termini lo shift factor (eq.5.1) è il rapporto tra la frequenza relativa ad un dato valore di modulo, letto sull'isoterma di riferimento, e la frequenza sull'isoterma originale (non traslata), che restituisce lo stesso valore di modulo. Esso è quindi il parametro su cui si basa l'operazione di traslazione dei dati, necessaria ai fini della costruzione di un'unica curva maestra (tabella 5.5).

| Bitume 70/100 | | | RTFOT Bitume 70/100 | | |
|---------------|--------------|---------------|---------------------|--------------|---------------|
| T | a(T) | $\Delta a(T)$ | T | a(T) | $\Delta a(T)$ |
| 0 | 4,716598E+03 | 6,276416E+02 | 0 | 6,108102E+02 | 4,636727E+01 |
| 10 | 3,120215E+01 | 1,568727E+00 | 10 | 3,764972E+01 | 1,391019E+00 |
| 25 | 1,000000E+00 | 0,000000E+00 | 25 | 1,000000E+00 | 0,000000E+00 |
| 40 | 1,389578E-02 | 5,253988E-04 | 40 | 1,224887E-02 | 3,058264E-04 |
| 55 | 9,623226E-04 | 4,291789E-05 | 55 | 6,309047E-04 | 1,859660E-05 |

| Hard M | | | RTFOT Hard M | | |
|--------|--------------|---------------|--------------|--------------|---------------|
| T | a(T) | $\Delta a(T)$ | T | a(T) | $\Delta a(T)$ |
| 0 | 1,232468E+03 | 8,554881E+01 | 0 | 3,753329E+03 | 3,796565E+02 |
| 10 | 7,616668E+01 | 2,790196E+00 | 10 | 8,025547E+01 | 4,591158E+00 |
| 25 | 1,000000E+00 | 0,000000E+00 | 25 | 1,000000E+00 | 0,000000E+00 |
| 40 | 1,566808E-02 | 4,893066E-04 | 40 | 7,499617E-03 | 2,442523E-04 |
| 55 | 7,398109E-04 | 2,950331E-05 | 55 | 1,638890E-04 | 6,789431E-06 |

| Lowval | | | RTFOT Lowval | | |
|--------|--------------|---------------|--------------|--------------|---------------|
| T | a(T) | $\Delta a(T)$ | T | a(T) | $\Delta a(T)$ |
| 0 | 4,336900E+03 | 5,198448E+02 | 0 | 6,700863E+03 | 4,707607E+02 |
| 10 | 1,791222E+02 | 1,148951E+01 | 10 | 1,067557E+02 | 3,078510E+00 |
| 25 | 1,000000E+00 | 0,000000E+00 | 25 | 1,000000E+00 | 0,000000E+00 |
| 40 | 2,081809E-02 | 9,246703E-04 | 40 | 9,281171E-03 | 1,835661E-04 |
| 55 | 9,575248E-04 | 5,599316E-05 | 55 | 1,939957E-04 | 5,021203E-06 |

| Lowval HM 40 | | | RTFOT Lowval HM 40 | | |
|--------------|--------------|---------------|--------------------|--------------|---------------|
| T | a(T) | $\Delta a(T)$ | T | a(T) | $\Delta a(T)$ |
| 0 | 5,224785E+03 | 5,280489E+02 | 0 | 2,057321E+04 | 3,733824E+03 |
| 10 | 2,134886E+02 | 1,557399E+01 | 10 | 9,824315E+01 | 1,286483E+01 |
| 25 | 1,000000E+00 | 0,000000E+00 | 25 | 1,000000E+00 | 0,000000E+00 |
| 40 | 2,095717E-02 | 4,275023E-04 | 40 | 8,700800E-03 | 4,119325E-04 |
| 55 | 1,258464E-03 | 3,117299E-05 | 55 | 4,742592E-04 | 2,709674E-05 |

Tab.5.5 – Valori dei Shift factors

5.6.2 Master Curve pre RTFOT

In questo paragrafo sono riportati i grafici ottenuti dalle prove in frequency sweep effettuate dai 4 materiali testati, prima dell'invecchiamento del legante. Il primo confronto eseguito è stato quello fra il bitume avente grado di penetrazione 70/100 con il bitume modificato tramite il 5,5% di SBS (Hard M), successivamente i due leganti aventi lo stesso tipo di modifica e additivazione (Lowval e Lowval HM 40), ed infine il confronto fra tutti e 4 i leganti.

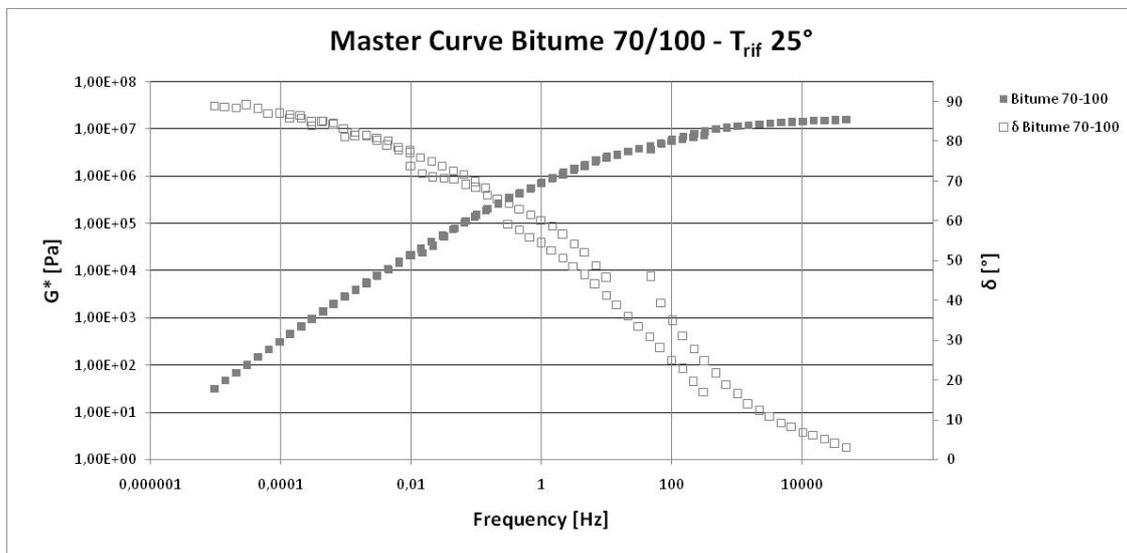


Fig.5.19 – Master Curve Bitume 70/100

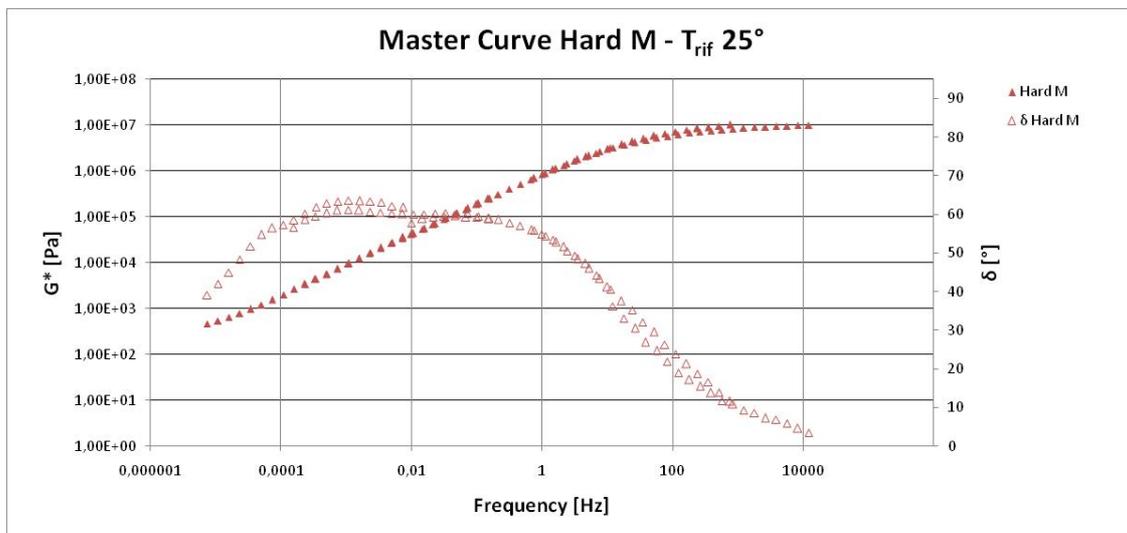


Fig.5.20 – Master Curve Hard M

Paragonando il bitume tradizionale, avente penetrazione di 70/100 dmm (figura 5.19), con quello modificato, avente come detto in precedenza, una quantità di polimero SBS pari al 5,5% (Hard M, figura 5.20) si denotano differenti caratteristiche di resistenza meccanica in risposta alla sollecitazione oscillatoria indotta dal DSR.

Alle basse frequenze, corrispondenti alle alte temperature grazie al principio di sovrapposizione, per il bitume Hard M si ha un angolo di fase minore rispetto a quello del non modificato. Il fenomeno è dovuto all'aggiunta del polimero SBS che altera il comportamento del materiale, aumentandone le proprietà elastiche anche alle alte temperature in cui la componente elastica ritardata da il suo contributo. Si ha quindi una componente elastica maggiore alle basse frequenze ed un accumulo di deformazione irreversibile minore. Il modulo complesso G^* dell'Hard M è circa un ordine di grandezza più grande del bitume non modificato.

Aumentando la frequenza, quindi andando ad investigare temperature d'esercizio minori, gli angoli di fase decrescono mentre i moduli complessi crescono e mostrano valori del tutto simili tendenti asintoticamente al modulo vetroso

Alle alte frequenze di carico, corrispondenti alle basse temperature, il bitume non si comporta più come un fluido ma come solido. L'angolo di fase assume valori bassi tendenti a 0° , il che è dovuto all'irrigidimento del materiale che esplica quasi totalmente la sua componente elastica. In valore assoluto, i moduli complessi mostrano dei risultati paragonabili tra i due materiali (figura 5.19, 5.20).

Nell'allegato B sono riportati i valori delle Master Curve per i diversi tipi di materiali testati.

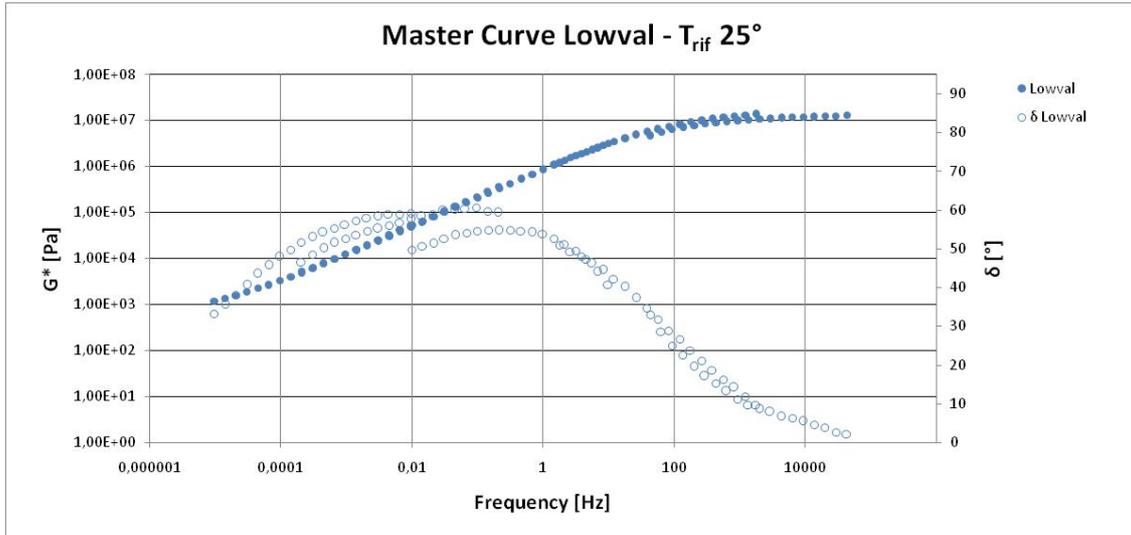


Fig.5.21 – Master Curve Lowval

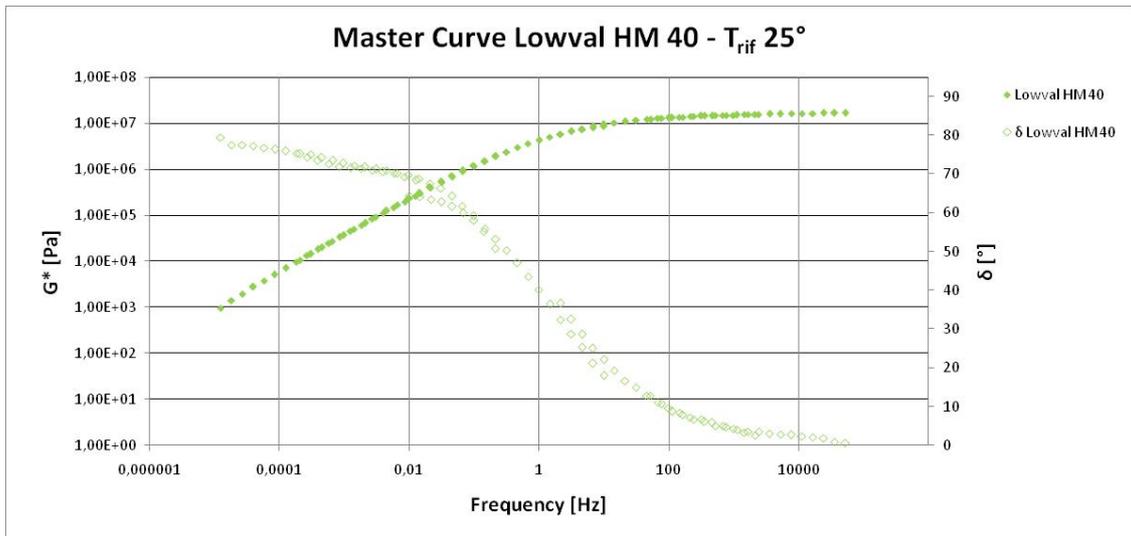


Fig.5.22 – Master Curve Lowval HM 40

In parallelo a quanto analizzato fino ad ora, sono stati testati due materiali aventi lo stesso tipo di modifica, sia come percentuale di polimero (4,5%) che di additivo (~2,0%), ma aventi un differente grado di durezza del bitume di partenza (50/70 dmm per il Lowval, figura 5.21; 30/50 dmm per il Lowval HM 40, figura 5.22).

Alle basse frequenze si denotano le differenze sostanziali tra i due leganti, il Lowval, materiale più soft, mostra un angolo di fase minore rispetto a quello del Lowval HM 40, quindi in termini di comportamento presenta una componente

elastica maggiore. Analizzando i valori del modulo complesso in valore assoluto si hanno dei risultati paragonabili.

Spostando lo spettro di frequenza verso valori maggiori, il Lowval HM 40 esplica un flesso marcato nell'andamento dell'angolo di fase, ciò sta a significare un inversione di comportamento del materiale che passa da una fase prevalentemente viscosa ad una essenzialmente elastica. Il Lowval presenta un comportamento più graduale nel passaggio dalla componente viscosa a quella elastica, qualitativamente è mostrato nel grafico dalla differente pendenza del flesso. Una spiegazione logica ma non confermata, può essere data dal fatto che il polimero non è stato attivato adeguatamente all'atto della miscelazione. Per giustificare quanto detto occorrerebbe svolgere dei test aggiuntivi per verificarne l'omogeneità del campione precedentemente testato.

Avvicinandoci allo spettro delle alte frequenze le due curve tendono a convergere asintoticamente in maniera simile al modulo vetroso. Anche per questi materiali, la modifica del polimero non crea sostanziali differenze di comportamento, in quanto prevale l'irrigidimento del materiale. Quindi a parità di modifica, sia polimerica che di additivazione, alle basse frequenze il bitume hard (Lowval HM 40 30/50 dmm) mette in mostra maggiormente la sua componente viscosa a scapito di quella elastica.

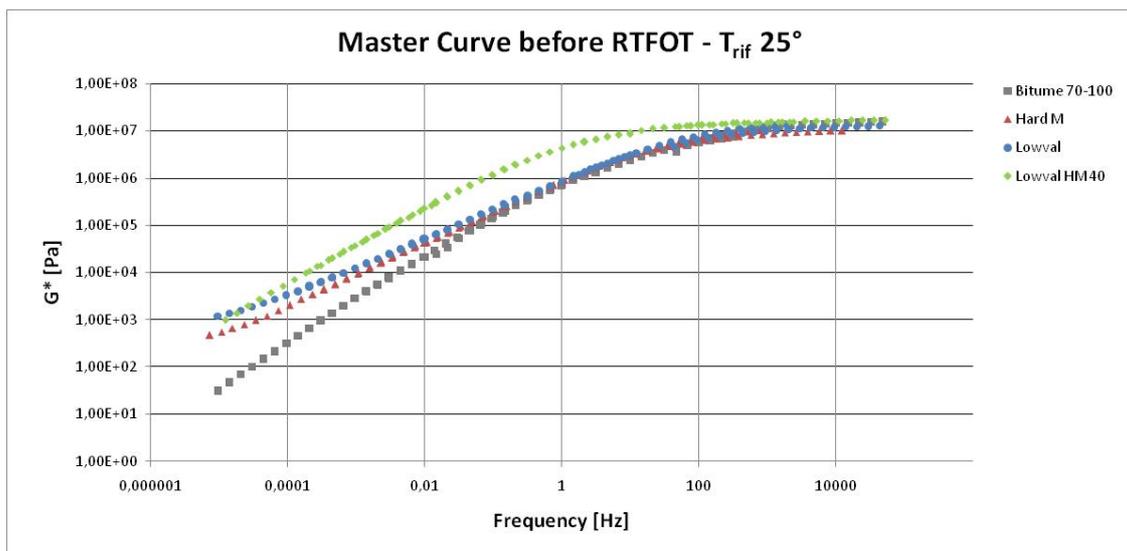


Fig.5.23 – Master Curve pre RTFOT

Confrontando tra loro le master curve dei quattro materiali (3 modificati e 1 non modificato, figura 5.23) si possono effettuare le seguenti considerazioni in termini di resistenza meccanica.

Alle basse frequenze, momento in cui si sente maggiormente l'influenza della modifica, si evidenzia la differenza tra il bitume non modificato da quelli modificati (circa un ordine di grandezza di differenza), il che si traduce in una resistenza maggiore del materiale, all'accumulo delle deformazioni irreversibili. Alle medie frequenze, spettro di sollecitazione direttamente rapportabile alle frequenze generate dal traffico veicolare ed in particolare dei mezzi pesanti, si nota come il modulo complesso G^* del Lowval HM 40 sia maggiore rispetto a quello degli altri tre materiali. Tale differenza potrebbe rappresentare oggetto di studi futuri affinché si evinca il motivo per cui, a parità di modifica polimerica e di additivazione, il materiale più duro abbia caratteristiche prestazionali migliori. Alle alte frequenze i materiali tendono asintoticamente al modulo vetroso e si comportano in maniera analoga come già spiegato nei grafici precedenti.

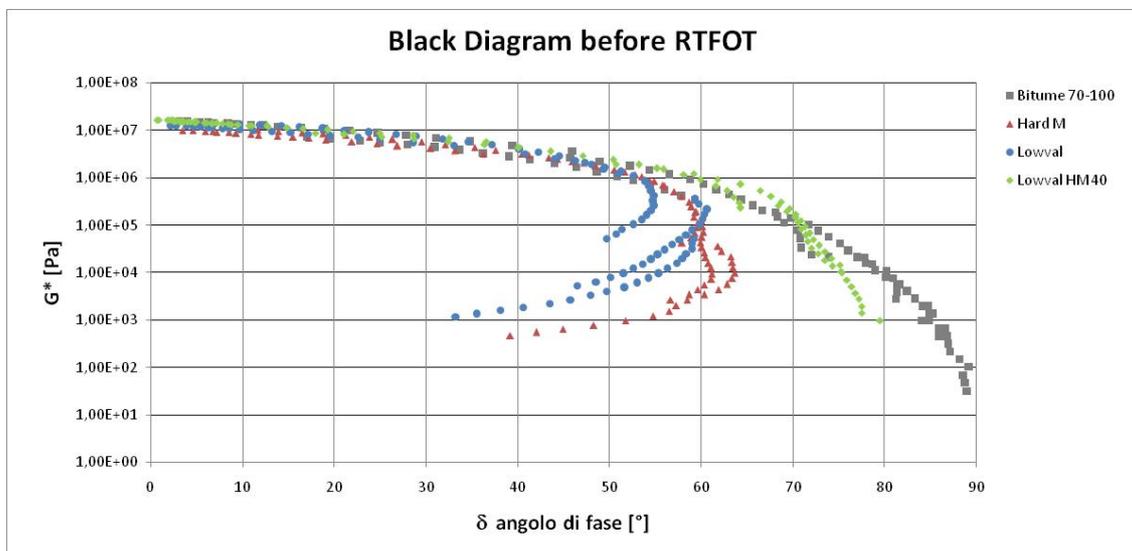


Fig.5.24 – Black Diagram pre RTFOT

Una rappresentazione alternativa dei risultati ottenuti dalle prove in regime oscillatorio sinusoidale è attraverso il Black Diagram nel quale vengono messi in relazione l'angolo di fase con il modulo complesso G^* . Per i bitumi modificati si può notare un andamento tipicamente a campana, mentre per il

bitume non modificato si ha un andamento più lineare in cui non compare la tipica componente elastica ritardata (figura 5.24). Tendenzialmente per i bitumi modificati l'angolo di fase non supera mai un valore variabile intorno ai 60° , il che sta a significare che si ha una componente elastica maggiore rispetto a quella di un bitume tradizionale.

Meritata una nota il fatto che il campione di bitume Lowval HM 40 testato non presenta il tipico andamento, come esplicitato dagli altri campioni. Il che potrebbe essere dovuto a dei problemi di *machine compliance*, ma il fenomeno andrebbe totalmente investigato.

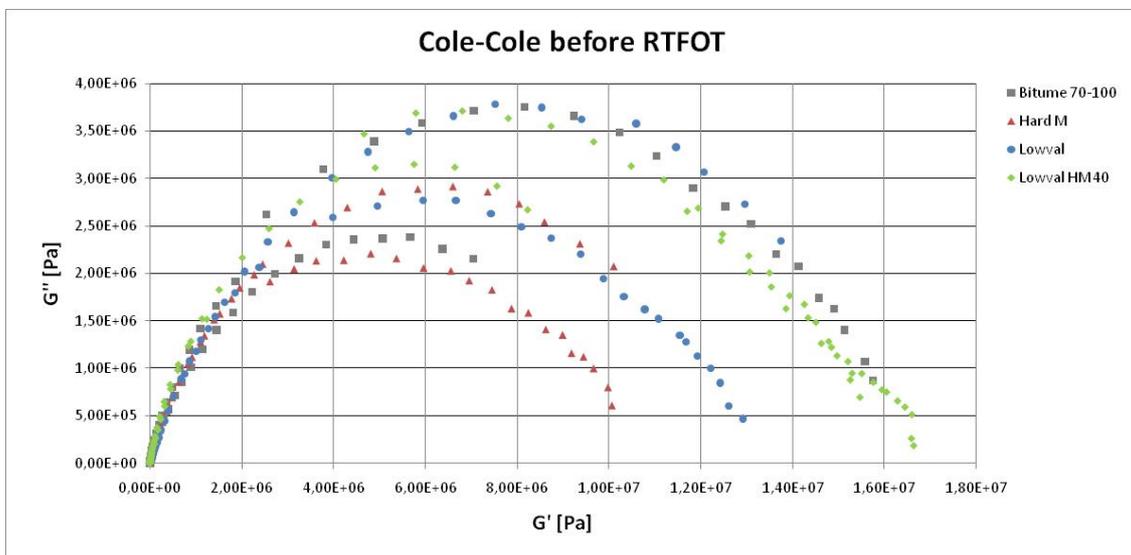


Fig.5.25 – Cole-Cole pre RTFOT

Nel piano di Cole-Cole vengono messi in relazione il modulo di immagazzinamento G' ed il modulo di dissipazione G'' . Facendo riferimento ai modelli meccanici equivalenti di base (solido elastico, liquido viscoso, corpo di Maxwell, corpo di Kelvin Voight) si può studiare il comportamento dei materiali testati. Dal grafico in figura 5.25 si può desumere che i quattro leganti hanno un comportamento viscoelastico. Nel tratto iniziale i quattro materiali presentano un andamento omogeneo, poi l'influenza della modifica polimerica crea una variazione di picco delle campane mostrando come il bitume Hard M, a parità di modulo G' , quindi di componente elastica, abbia un modulo G'' nettamente inferiore rispetto agli altri materiali.

5.6.3 Master Curve post RTFOT

In questo paragrafo vengono riportati i grafici ottenuti dalle prove in frequency sweep eseguite sui 4 materiali invecchiati attraverso la prova RTFOT vista in precedenza.

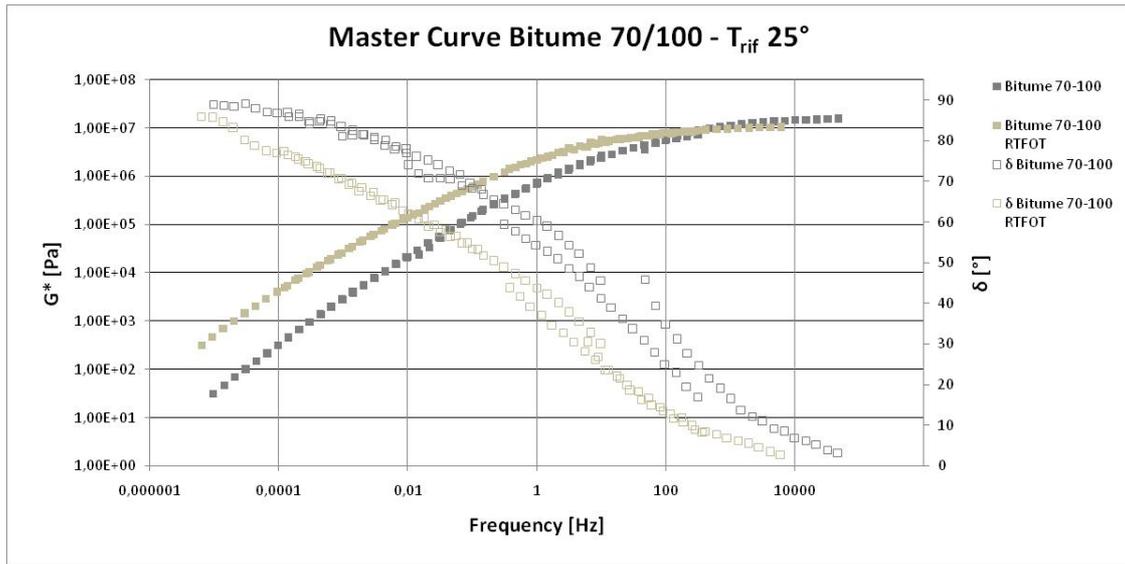


Fig.5.26 – Master Curve Bitume 70/100 post RTFOT

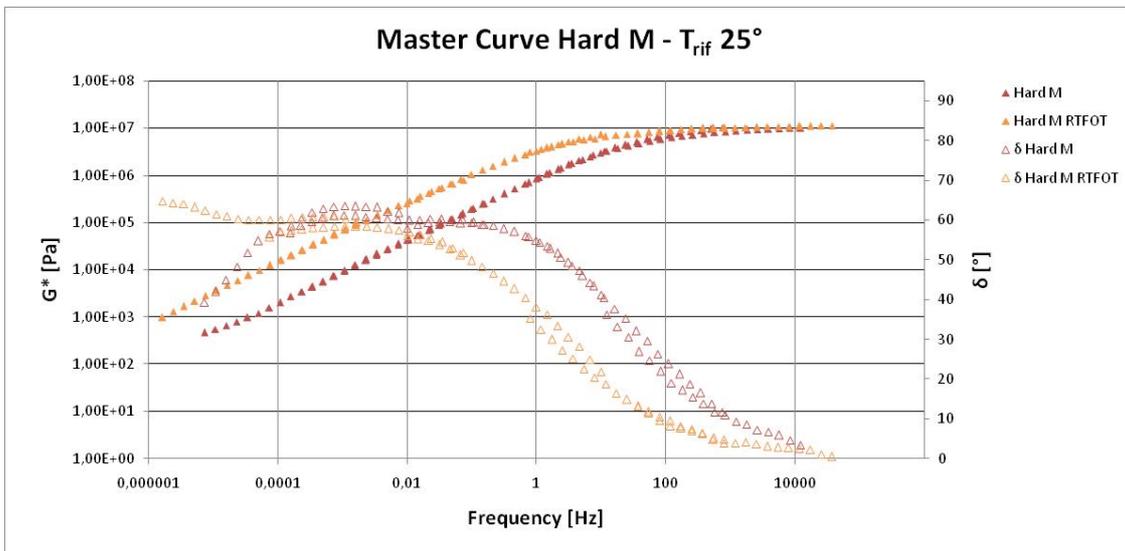


Fig.5.27 – Master Curve Hard M post RTFOT

Attraverso la prova RTFOT si è simulato l'invecchiamento a breve termine del legante bituminoso, per mezzo della quale si provoca un

indurimento del materiale paragonabile a quello che avviene nelle fasi di miscelazione e stesa. Confrontando tutti e quattro i bitumi si può verificare come ci sia un incremento del modulo complesso G^* del bitume invecchiato rispetto a quello non invecchiato. Al contrario si nota una diminuzione dell'angolo di fase del materiale invecchiato poiché il legante essendo più duro ha una rigidità maggiore e comportamento che più si avvicina a quello di un solido elastico. Confrontando i grafici 5.26 e 5.27 di un bitume tradizionale e di uno Hard M, entrambi dopo RTFOT, si possono evidenziare alcune differenze di caratteristica meccanica.

Anche in questo caso alle basse frequenze si può notare come il valore dell'angolo di fase dell'Hard M sia minore di quello di un bitume tradizionale, questo è dovuto all'aggiunta del polimero nella miscela. Alle basse frequenze si ha una componente elastica maggiore ed un accumulo di deformazione irreversibile minore. Per quanto riguarda il modulo complesso dopo prova RTFOT il gap tra i due materiali diminuisce, nonostante che l'Hard M abbia un modulo maggiore.

Alle alte frequenze, ovvero basse temperature, l'angolo di fase tende a 0° ed il materiale si comporta in modo elastico. Per i moduli complessi si raggiungono valori simili ai precedenti e in questo caso non si sente più di tanto l'effetto dell'invecchiamento.

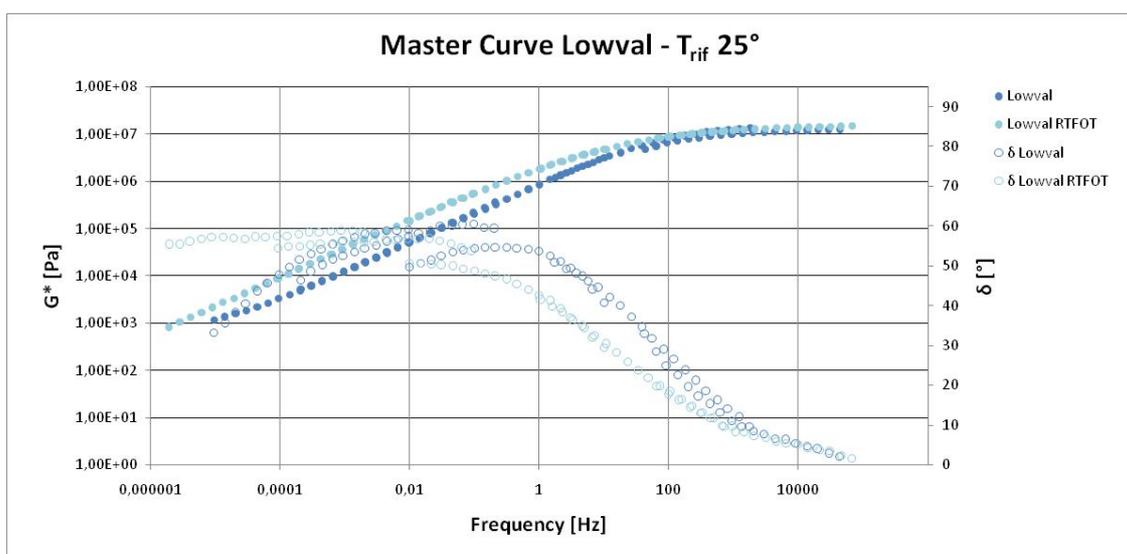


Fig.5.28 – Master Curve Lowval post RTFOT

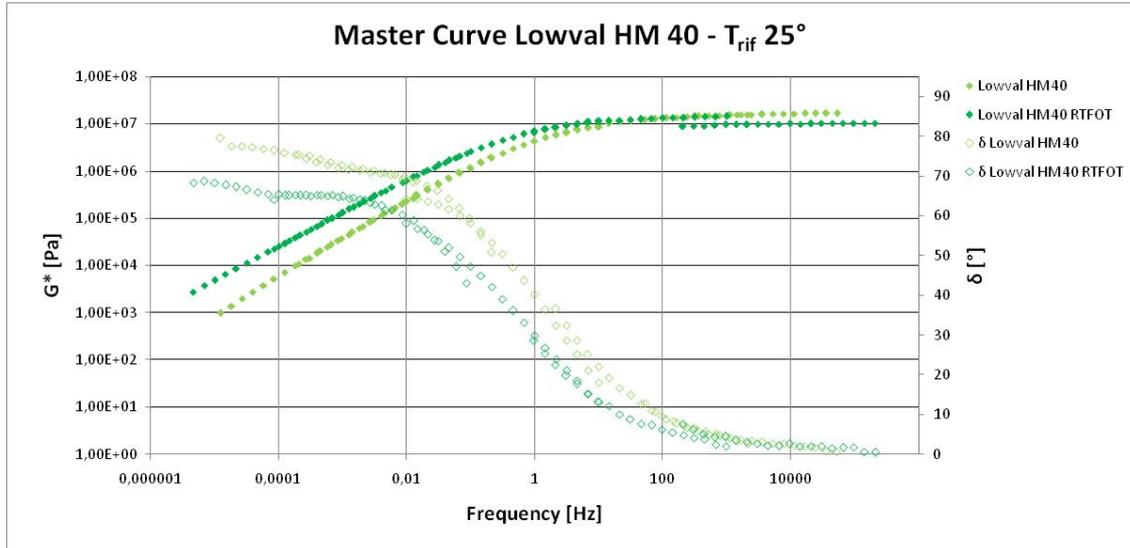


Fig.5.29 – Master Curve Lowval HM 40 post RTFOT

Vengono ora confrontati tra loro i due materiali aventi stesso tipo di modifica, sia come percentuale di polimero che di additivo, dopo la prova di invecchiamento (figura 5.28, 5.29, 5.30 e 5.31).

Alle basse frequenze il Lowval presenta un angolo di fase massimo di circa 60° mentre quello del Lowval HM 40 arriva fino a 70°, questo si traduce in una componente elastica minore nel Lowval, il che provoca una riduzione della resistenza all'ormaiamento quindi all'accumulo del danno irreversibile.

Valutando i valori del modulo complesso risultano paragonabili, avendo valori leggermente superiori da parte del Lowval HM 40.

Nello spettro delle alte frequenze le due curve tendono asintoticamente al modulo vetroso. È da notare come la frequenza di crossover ω_c sia notevolmente differente tra i due materiali, tale valore rappresenta il punto in cui il modulo di immagazzinamento G' e il modulo di dissipazione G'' si equivalgono.

Prendendo come esempio l'arco di frequenze tra 1 e 10 Hz, che sono quelle direttamente rapportabili a quelle create dal traffico veicolare, l'angolo di fase del Lowval HM 40 presenta dei valori inferiori rispetto al Lowval.

Ciò significa che il legante più duro ha comportamento più elastico rispetto a quello più tenero, quest'ultimo però riesce a mantenere valori dell'angolo di fase

più bassi nell'arco delle basse frequenze quindi alle alte temperature di esercizio.

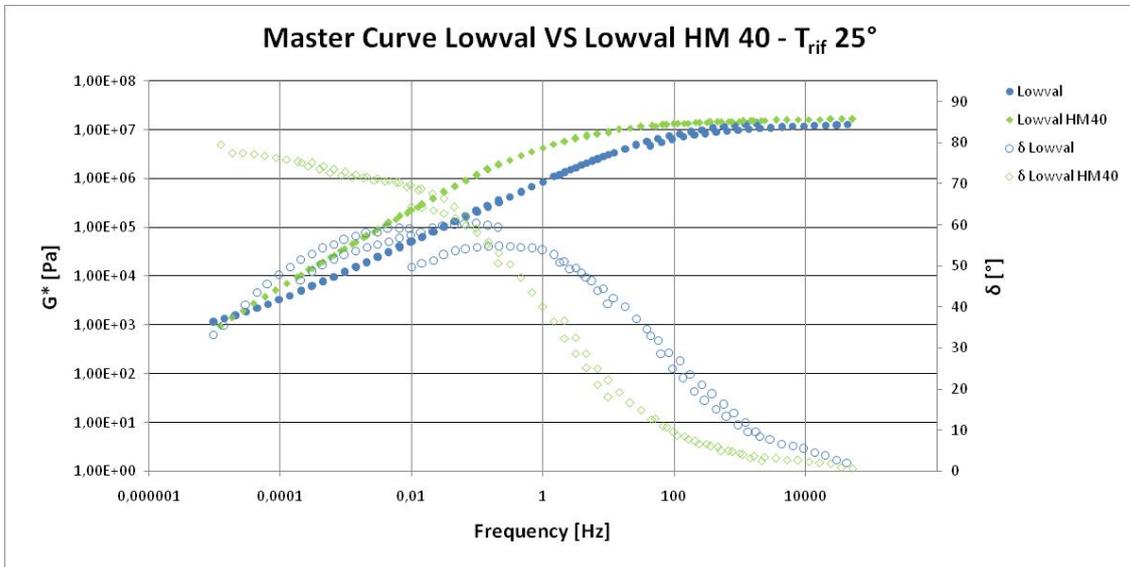


Fig.5.30 – Master Curve Bitume Lowval VS Lowval HM40 pre RTFOT

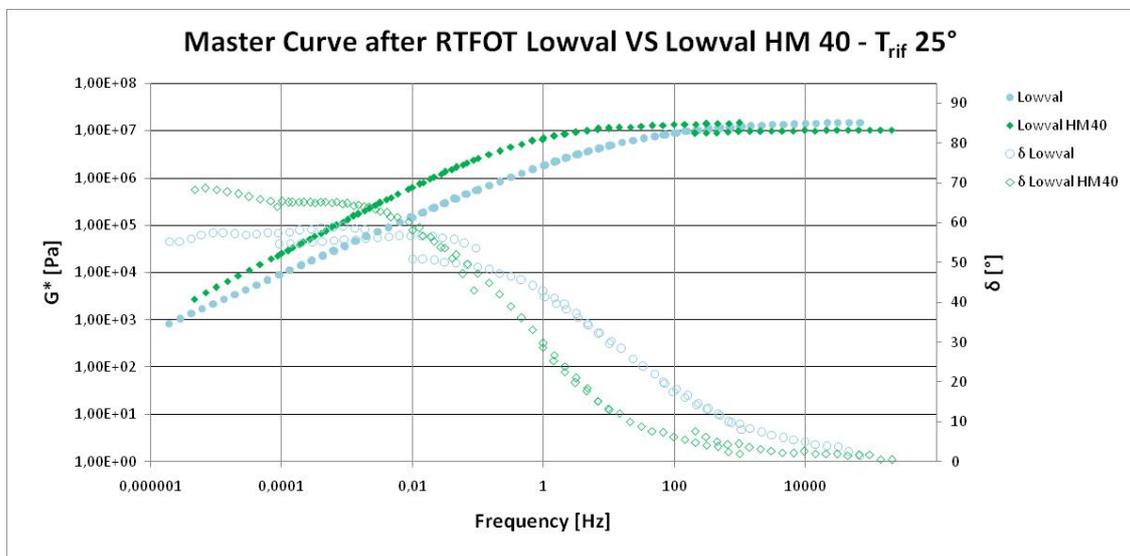


Fig.5.31 – Master Curve Bitume Lowval VS Lowval HM40 post RTFOT

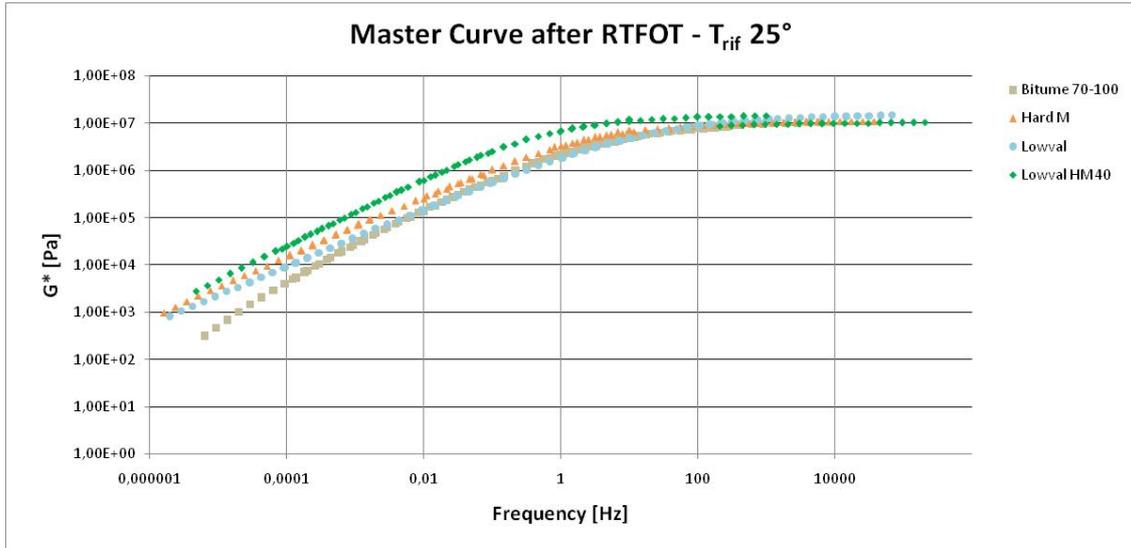


Fig.5.32 – Master Curve post RTFOT

Paragonando tra loro le quattro master curve dei materiali testati si può notare come, successivamente al processo di invecchiamento da RTFOT, i valori dei moduli complessi tendano ad uniformarsi (figura 5.32).

Alle basse frequenze si nota come l'effetto dell'invecchiamento non vada ad innalzare il valore del modulo complesso dei bitumi modificati, mentre al contrario incrementa notevolmente il valore di quello non modificato (un ordine di grandezza) riflettendosi in un peggioramento delle caratteristiche meccaniche.

Per le medie frequenze, il Lowval HM 40 ha un incremento inferiore del modulo complesso se paragonato con gli altri tre materiali, subendo quindi un influenza minore del processo di invecchiamento.

Alle alte frequenze tutti e quattro i materiali convergono verso l'asintoto vetroso.

Attraverso il Black Diagram dopo prova RTFOT (figura 5.33) si nota come i valori degli angoli di fase dei bitumi modificati raggiungano valori di picco medio di circa 60° , valori simili mostrati prima dell'invecchiamento (figura 5.24).

Si nota però come si abbia una notevole riduzione della campana, in particolare i valori ottenuti dell'angolo di fase, alle basse frequenze, tendono ad essere mediamente più alti.

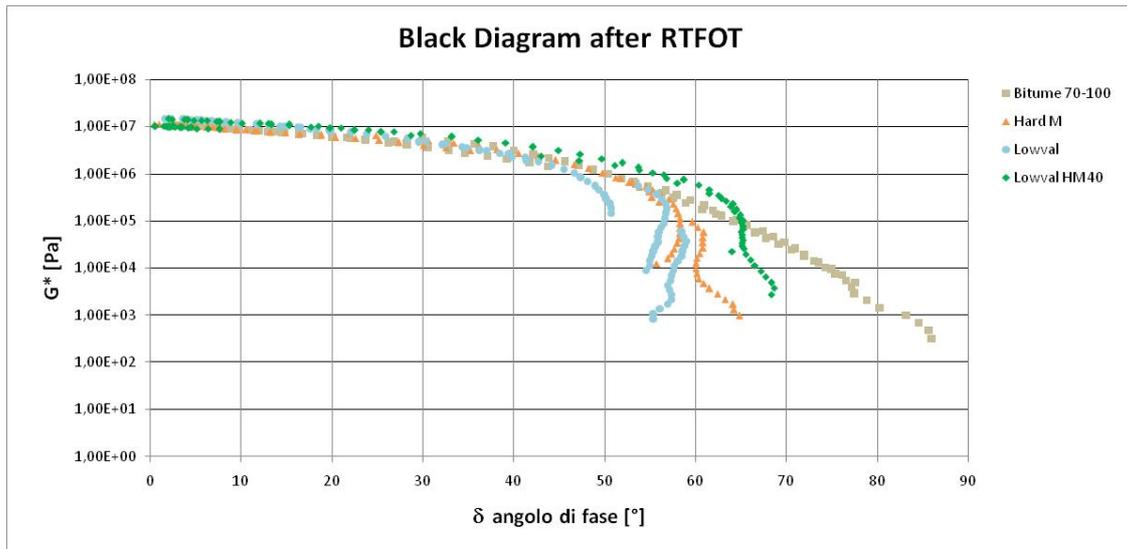


Fig.5.33 – Black Diagram post RTFOT

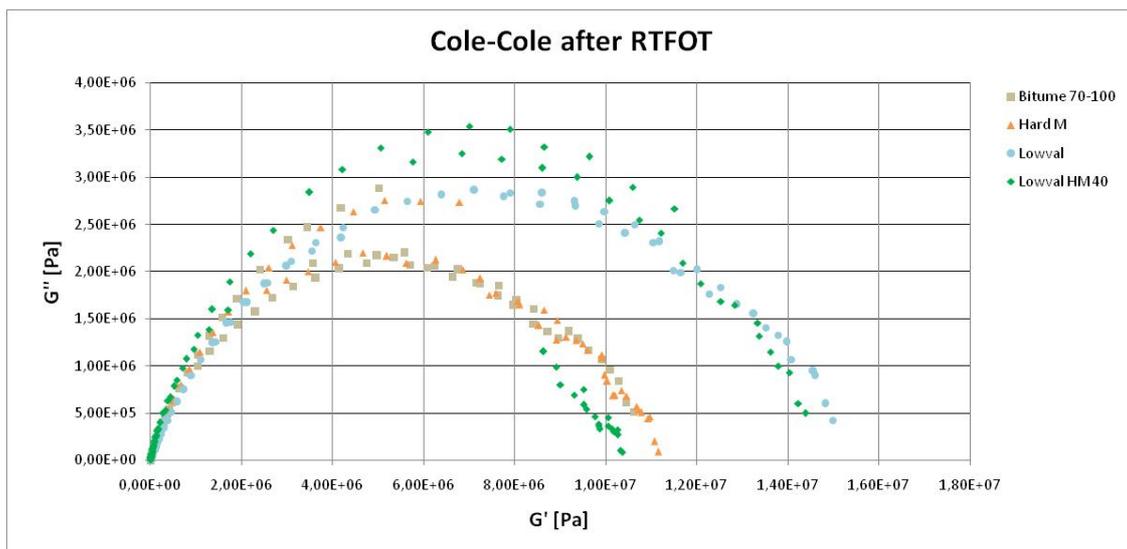


Fig.5.34 – Cole-Cole post RTFOT

Nel piano di Cole-Cole dopo RTFOT riportato in figura 5.34 si continua a notare come nel tratto iniziale i quattro materiali presentino un andamento omogeneo, e poi con l'influenza del polimero presentano valori diversi di picco. Si può rilevare un lieve incremento del valore di G' da parte di tutti i materiali dovuto all'indurimento del legante che esplica una componente elastica maggiore dovuta comunque alla maggior rigidità in seguito all'invecchiamento.

5.6.4 Master Curve Lowval vs Hard M

In figura 5.35 e 5.36 vengono confrontati due materiali aventi lo stesso bitume iniziale con grado di penetrazione pari a 50/70 dmm, ma con modifica diversa. L'Hard M ha una modifica del 5,5% di polimero SBS, mentre il Lowval ha un 4,5% di SBS più un 2% di additivo per variarne la viscosità.

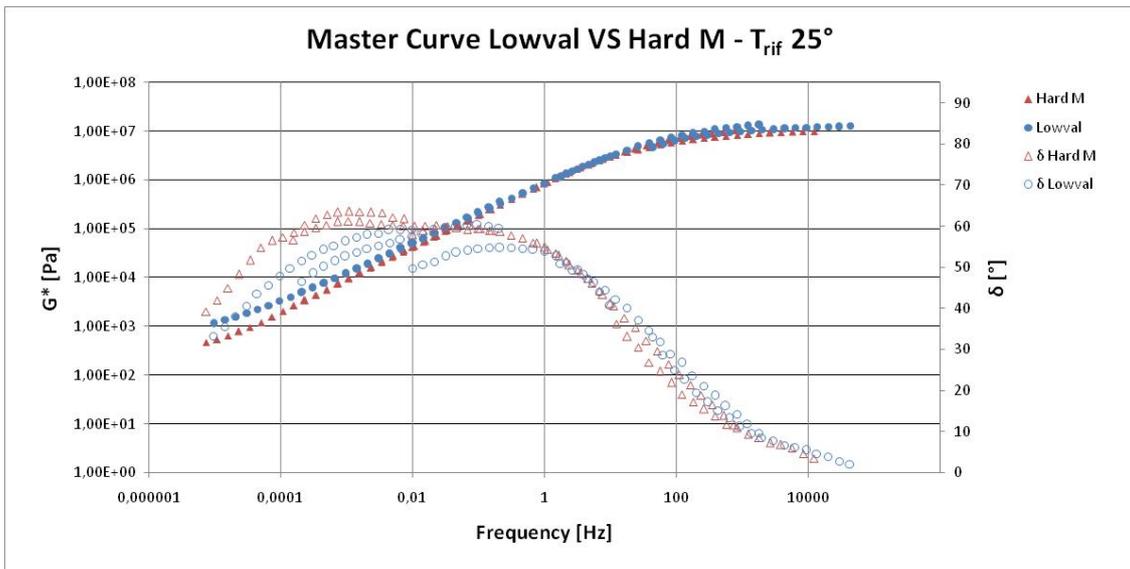


Fig.5.35 – Master Curve Bitume Lowval VS Hard M pre RTFOT

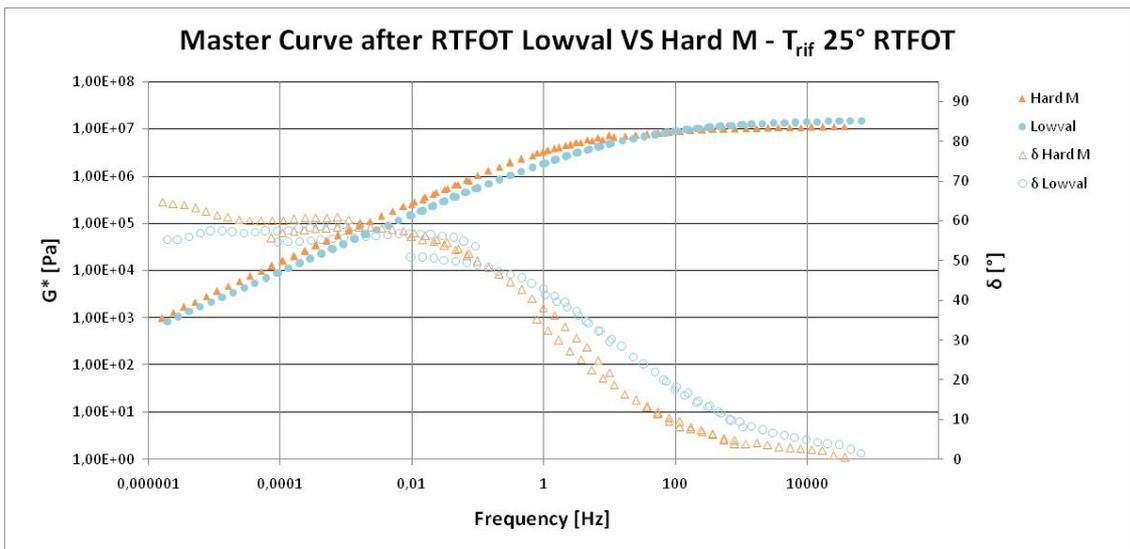


Fig.5.36 – Master Curve Bitume Lowval VS Hard M post RTFOT

Alle basse frequenze si può notare come l'Hard M presenti angoli di fase maggiori sia pre che post RTFOT, questo indica che il comportamento è prevalentemente viscoso (modulo di dissipazione G'' maggiore), perciò ha minor capacità di resistere all'ormaiamento. Per quanto riguarda i moduli complessi G^* nella fase pre RTFOT si nota che il Lowval ha valori maggiori, questo può essere attribuito alla differente percentuale di polimero introdotta nella miscela. Al contrario nella fase post RTFOT ha valori maggiori l'Hard M. Alle alte frequenze i due materiali hanno comportamenti del tutto simili sia in valori che andamento delle curve, sia pre che post RTFOT.

5.7 ZERO-SHEAR VISCOSITY

Ricerche attuali hanno dimostrato che i test a carico sinusoidale reversibile non sono adeguati per la definizione dell'energia dissipata. Allo scopo di ottenere le proprietà meccaniche collegate al comportamento a danno alle alte temperature, l'energia dissipata deve essere ancora considerata come la via corretta, ma per un giusto approccio reometrico ci si basa sull'analisi del comportamento in condizioni di creep. In questo caso l'analisi della risposta meccanica del materiale, nel caso di sollecitazione statica e continua (creep), ipotizza la determinazione di un'unica relazione fra sforzi e deformazioni definita da un opportuna funzione J :

$$\gamma(t, T) = J(t, T) \cdot \tau \quad (\text{eq.5.2})$$

L'equazione (eq.5.3) che deriva dalla risposta meccanica in condizioni di creep per mezzo del modello di Burger (figura 5.37), permette la separazione della componente non reversibile della risposta (J_v) dai contributi elastici (J_e) ed elastici ritardati (J_{de}):

$$J(t) = J_e + J_{de} + J_v = \frac{1}{G_0} + \frac{1}{G_1} \left(1 - e^{-t \frac{G_1}{\eta_1}} \right) + \frac{1}{\eta_0} t \quad (\text{eq.5.3})$$

Dove G_0 , G_1 , η_1 e η_2 sono i parametri del modello, mentre t è il tempo.

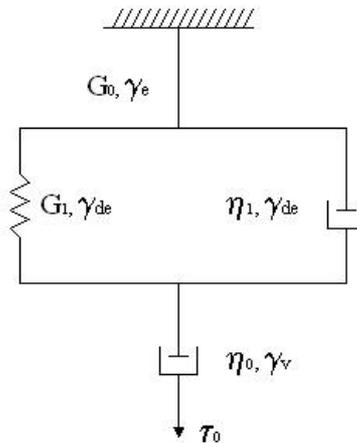


Fig.5.37 – Modello di Burger

Per determinare il problema occorre quindi conoscere come variano le funzioni di riferimento nel dominio del tempo e della temperatura. Se consideriamo che la temperatura rimanga costante l'espressione di J può essere vista come somma di tre contributi, uno indipendente dal tempo t , uno legato ad e^{-t} ed uno direttamente proporzionale a t

$$J(t, T) = \frac{1}{G_0} + \frac{1}{G_1} \left(1 - e^{-t \frac{G_1}{\eta_1}} \right) + \frac{1}{\eta_0} t = K_1 + K_2(1 - e^{-\alpha t}) + K_3 \cdot t \quad (\text{eq.5.4})$$

Si nota che per tempi molto piccoli le componenti che dipendono dal tempo danno luogo ad un contributo trascurabile rispetto a quello elastico istantaneo, in particolare per tempo di carico tendente a zero si ottiene:

$$\lim_{t \rightarrow 0} K_2(1 - e^{-\alpha t}) = 0 \quad , \quad \lim_{t \rightarrow 0} K_3 \cdot t = 0 \quad (\text{eq.5.5})$$

In queste condizioni J tende al valore costante $1/G_0$ e si comporta come un solido elastico:

$$\lim_{t \rightarrow 0} J(t, T) = \frac{1}{G_0} = K_1 \quad (\text{eq.5.6})$$

Al contrario, al crescere del tempo di carico le componenti viscoso danno luogo a deformazioni sempre più grandi, quindi per tempi crescenti si ha un continuo incremento di J . Si nota che in corrispondenza di carichi che permangono per lungo tempo l'unico contributo significativo è quello della componente viscosa, in quanto, la componente della deformazione elastica ritardata tende ad un valore finito, pari al massimo valore di deformazione ammessa dalla molla 2, e per questo motivo trascurabile per lungo tempo di carico:

$$\lim_{t \rightarrow \infty} K_2(1 - e^{-\alpha t}) = K_2 \quad (\text{eq.5.7})$$

In queste condizioni J aumenta indefinitamente ed il comportamento del bitume tende a quello di un liquido viscoso con viscosità pari a $1/K_3 = \eta_0$:

$$\lim_{t \rightarrow \infty} J(t, T) = \lim_{t \rightarrow \infty} \left(\frac{1}{\eta_0} \cdot t \right) = +\infty \quad (\text{eq.5.8})$$

Dalle considerazioni effettuate risulta che la deformabilità ha un andamento crescente con l'aumentare del tempo di carico, e per tempi elevati mostra un asintoto obliquo il cui coefficiente angolare è $1/\eta_0$.

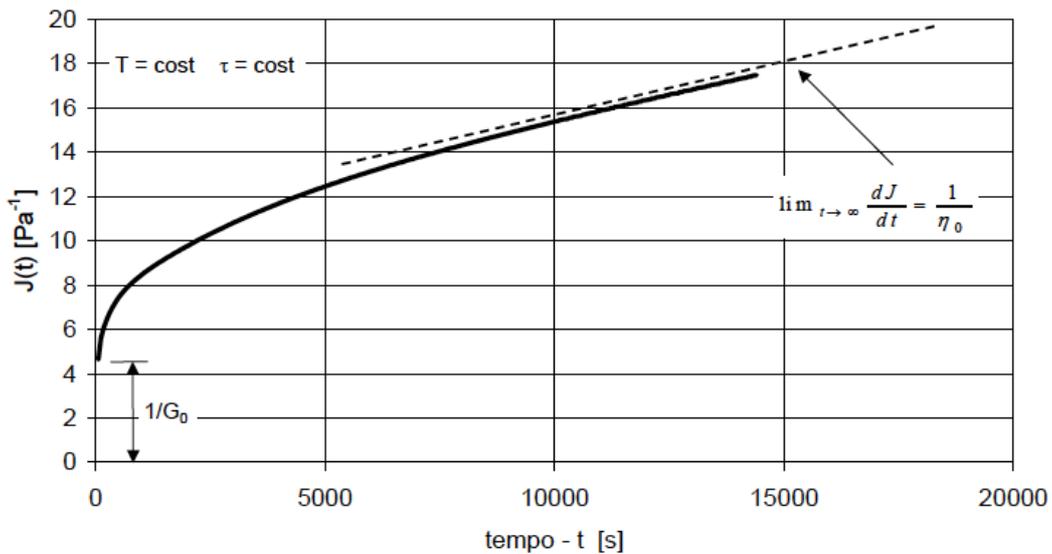


Fig.5.38 – Deformabilità in funzione del tempo di carico secondo il modello di Burger

Nell'ambito della ricerca sui materiali stradali, la determinazione della Zero-Shear Viscosity è stata oggetto di diversi studi tramite test con Dynamic Shear Rheometer in diverse condizioni di prova. Un primo approccio è basato sull'analisi della viscosità in regime continuo attraverso il modello di Cross [24][25]. In questi casi la ZSV viene determinata come inverso della pendenza della funzione di creep $J(t)$ misurata per un lungo tempo di carico:

$$\frac{d\gamma}{dt} \rightarrow 0, \quad t \rightarrow \infty \Rightarrow \left(\frac{dJ(t)}{dt} \right)^{-1} \rightarrow \eta_0 \quad (\text{eq.5.9})$$

Un diverso approccio di analisi è rappresentato dall'esecuzione di misure nel regime oscillatorio alle basse frequenze, dove l'angolo di fase assume valori prossimi a 90° e dove viene raggiunto uno stato stazionario. Per questo caso la rigidità del materiale è unicamente riconducibile alla componente viscosa (G_v), e la componente elastica ritardata è da considerarsi trascurabile. Il comportamento del materiale viene descritto dall'asintoto viscoso della curva maestra e la ZSV è identificata dalla viscosità dello stato stazionario (η_{ss}), definita dal limite del rapporto fra modulo complesso (G^*) e frequenza di oscillazione (ω):

$$\eta^* = \frac{|\tau|}{|\dot{\gamma}|} = \frac{|\tau|}{\omega \cdot |\gamma|} = \frac{|G^*|}{\omega}, \quad \omega \rightarrow 0 \Rightarrow \frac{|G^*|}{\omega} \approx \frac{|G''|}{\omega} \rightarrow \eta_0 \quad (\text{eq.5.10})$$

Dalle ricerche effettuate si evince che la Zero-Shear Viscosity rappresenta una proprietà intrinseca dei bitumi ed è legata alla relativa resistenza alle deformazioni non reversibili di natura viscosa.

5.7.1 Viscosità per prove in regime oscillatorio sinusoidale

Il parametro η_0 può essere definito sulla base dei dati di viscosità complessi ottenuti da prove in regime oscillatorio sinusoidale nel dominio delle basse frequenze. Attraverso le prove in frequency sweep eseguite alla temperatura di riferimento a 25°C è possibile determinare i valori di viscosità

complessa per i diversi tipi di materiali. Per la determinazione di η_0 possono essere utilizzati i seguenti metodi:

- Misura diretta del rapporto

$$\frac{|G^*|}{\omega} \quad \text{per } \omega=1 \text{ rad/s}$$

- Misura diretta del rapporto

$$\frac{|G''|}{\omega} \quad \text{per } \omega=1 \text{ rad/s}$$

- Analisi delle curve sperimentali col modello di Cross:

$$\eta^*(\omega) = \frac{\eta_0 - \eta_\infty}{1 + (K\omega)^\mu} + \eta_\infty \quad (\text{eq.5.11})$$

- Analisi delle curve sperimentali basata col modello di Carreau-Yasuda:

$$\eta^*(\omega) = \frac{\eta_0 - \eta_\infty}{[1 + (\lambda\omega)^a]^{\frac{\eta-1}{a}}} + \eta_\infty \quad (\text{eq.5.12})$$

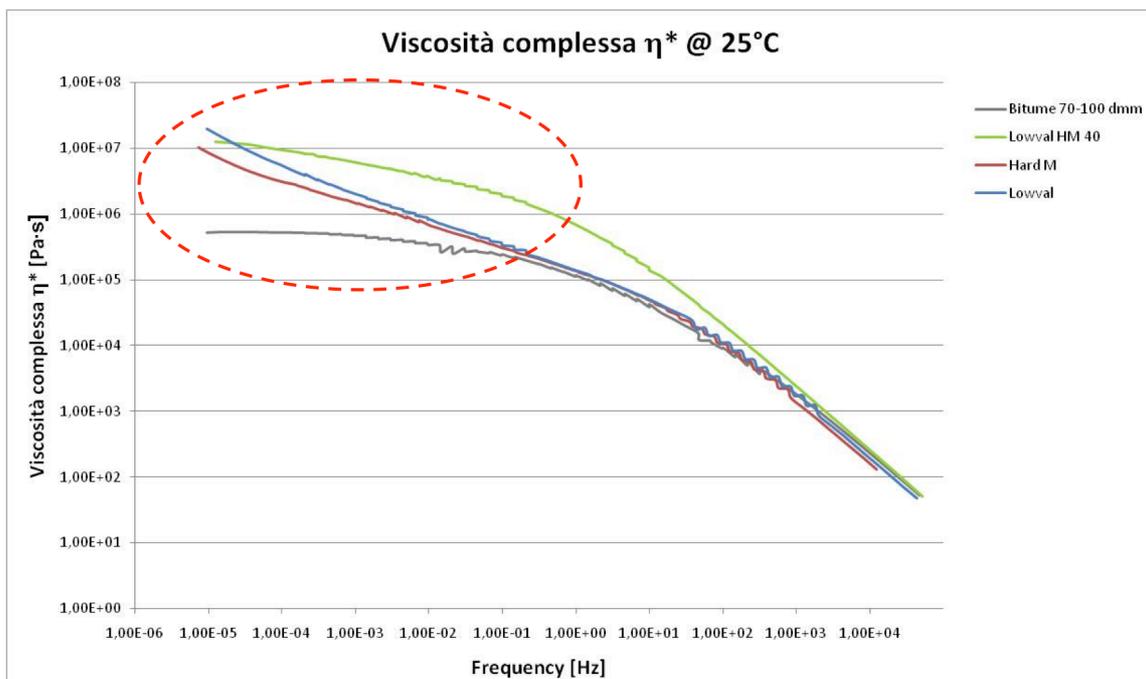


Fig.5.39 – Viscosità complessa

In figura 5.39 è mostrata la viscosità complessa dei materiali testati; come si può notare alle alte frequenze (basse temperature) i materiali si comportano tutti allo stesso modo, come se fossero un corpo solido quasi elastico. Nel grafico si vede che le differenze sostanziali si verificano alle basse frequenze.

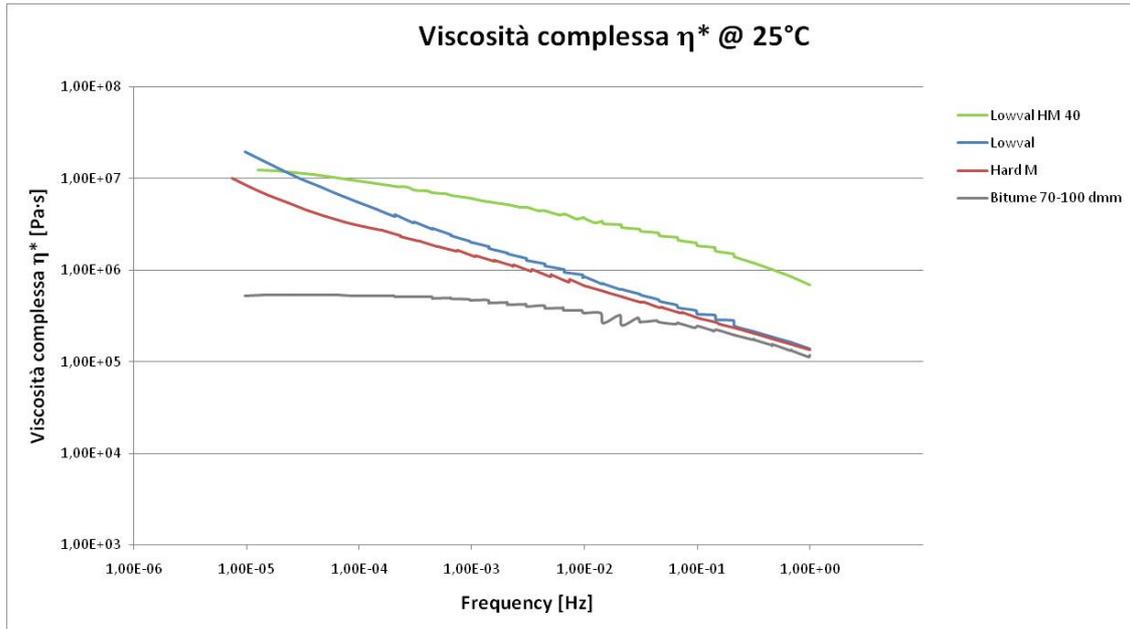


Fig.5.40 – Viscosità complessa alle basse frequenze

In figura 5.40 vengono mostrati i comportamenti dei materiali alle basse frequenze dove si notano distintamente le differenze di comportamento dei materiali modificati da quelli non modificati.

Per il bitume non modificato l'andamento della viscosità complessa ammette l'esistenza di un plateau Newtoniano. Al contrario i riscontri sperimentali mostrano come gli effetti della modifica con SBS provochi importanti variazioni nel comportamento del legante. In particolare la curva che descrive la funzione $\eta^*(\omega)$ devia il suo andamento nella regione delle basse frequenze, dove il gradiente diviene elevato, mentre l'asintoto ruota da una posizione orizzontale che identifica il raggiungimento dello stato stazionario nei leganti tradizionali, ad uno subverticale.

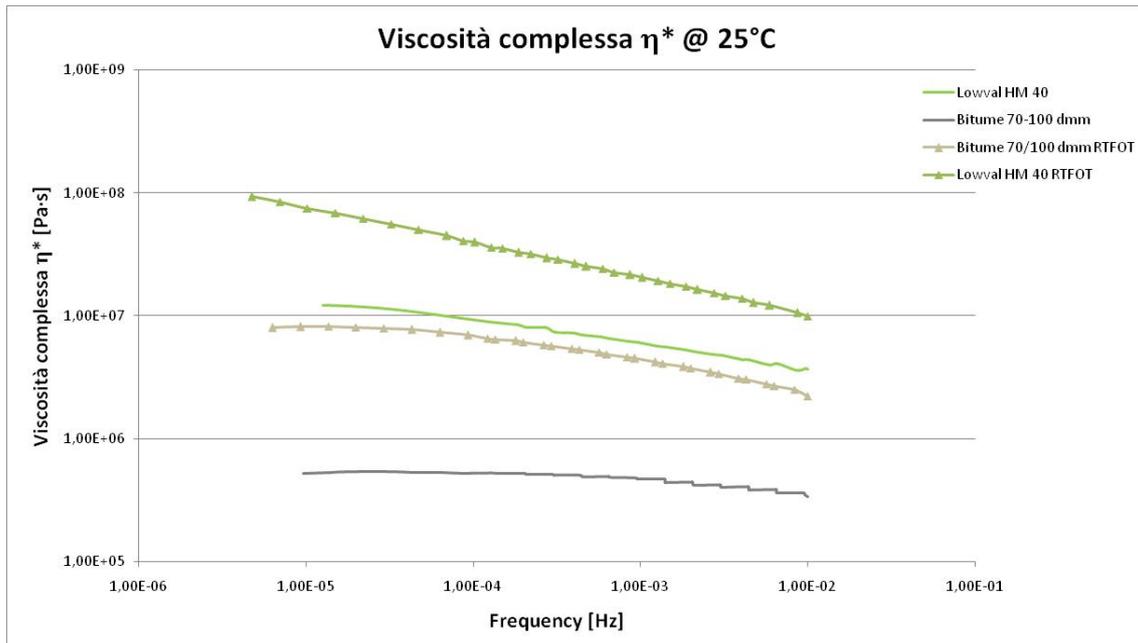


Fig. 5.41 – Confronto fra Bitume 70/100 e Lowval HM 40

In figura 5.41 viene analizzato il diverso comportamento del bitume 70/100 dmm da quello con modifica SBS e additivo (Lowval HM 40). Si nota come il legante tradizionale tenda ad un asintoto orizzontale mentre quello modificato ad un asintoto subverticale. Si verifica che tra i due leganti prima della prova RTFOT c'è una differenza in valori massimi del 96% che si riduce al 91% dopo RTFOT. Dopo la prova d'invecchiamento si evidenzia un incremento della pendenza delle curve, denotandone un incremento del range di valori della viscosità complessa.

5.7.2 Risultati sperimentali: Zero-Shear Viscosity

La normativa UNI CEN/TS 15325 descrive la procedura per la determinazione della viscosità a sforzo di taglio zero (ZSV), η_0 , su campioni di bitumi e altri leganti bituminosi, utilizzando preferibilmente temperature di prove per cui la ZSV è compresa tra 100 Pa·s e 50000 Pa·s. La temperatura di riferimento è di 60°C ma la normativa prevede anche l'impiego di valori differenti (ad esempio 45°C o 50°C). Le prove riportate in questo capitolo sono state svolte alla temperatura di 60°C, con un gap tra i piatti di 1 mm e con

sforzo pari a 50,94 Pa. Nella presente tesi, tutte le prove di Zero-Shear Viscosity sui diversi materiali, sono state svolte in regime di *control stress (CS)*. Per le misurazioni in frequency sweep a controllo di sollecitazione (CS) è stata presa come ampiezza di tensione τ_0 il valore di 50,94 Pa in quanto il reometro impiegato non poteva scendere sotto valori inferiori che sarebbero stati più adeguati.

Per svolgere la prova sono stati seguiti i seguenti passi:

- Il DSR è stato portato alla temperatura di 60°C
- Viene eseguito lo zero point dello strumento (calibrazione dei piatti)
- Il provino di bitume viene colato sui piatti
- Si esegue una termostatazione di 1800 secondi del materiale come riportato in tabella 5.6

| Temperature | | |
|--------------|-------|----|
| Shear stress | 0,000 | Pa |
| Temperature | 60,00 | °C |
| Deviation | 0,00 | °C |
| Waiting time | 1800 | s |

Tab.5.6 – Valori della termostatazione

- Terminata la termostatazione viene avviata la misurazione in controllo di deformazione (τ - step creep) con i valori indicati in tabella 5.7

| τ - step creep | | |
|---------------------|-------|----|
| Shear stress | 50,94 | Pa |
| Time | 14400 | s |
| Measuring point | 480 | |
| Distribution | [Log] | |
| Temperature | 60,00 | °C |
| Deviation | 0,050 | °C |

Tab.5.7 – Valori di τ - step creep

La normativa UNI CEN/TS 15325 stabilisce il seguente metodo per la determinazione della Zero-Shear Viscosity:

$$\eta_i = \frac{\Delta t}{\Delta J} = \frac{900}{(J_{end} - J_{15 \text{ min before end}})} \quad (\text{eq.5.13})$$

Con:

J_{end} = deformazione finale

$J_{15 \text{ min before end}}$ = deformazione a 15 minuti dalla fine

Per i materiali testati sono stati ricavati i seguenti valori di Zero-Shear Viscosity pre e post invecchiamento (tabella 5.8):

| Materiale | ZSV pre RTFOT [Pa·s] | ZSV post RTFOT [Pa·s] |
|----------------------|---------------------------------|----------------------------------|
| Bitume 70/100 | 2,25E+02 | 2,07E+03 |
| Hard M | 4,50E+04 | 3,05E+04 |
| Lowval | 4,19E+05 | 1,06E+05 |
| Lowval HM 40 | 3,60E+04 | 1,64E+05 |

Tab.5.8 – Valori di ZSV pre e post RTFOT

Di seguito vengono riportati ed analizzati i grafici ricavati dalle prove sperimentali di laboratorio relativi alla Zero-Shear Viscosity.

In figura 5.42 sono rappresentati i 4 leganti utilizzati per le prove, in base al loro grado di penetrazione crescente.

Si parte dal Lowval HM 40 che è prodotto partendo da un bitume più duro, con indice di penetrazione 30/50 dmm, poi si passa al Lowval e all'Hard M che hanno un bitume con indice di penetrazione 50/70 dmm, fino ad arrivare al più tenero che è il bitume tradizionale non modificato con indice di penetrazione 70/100 dmm.

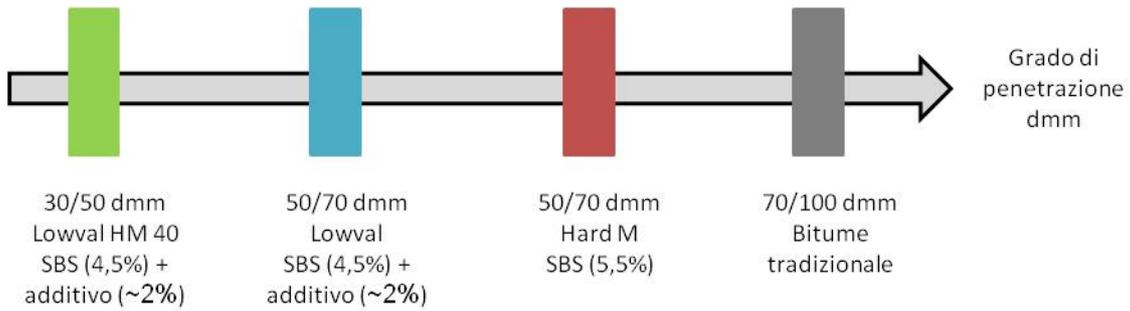


Fig.5.42 – Grado di penetrazione dei materiali testati

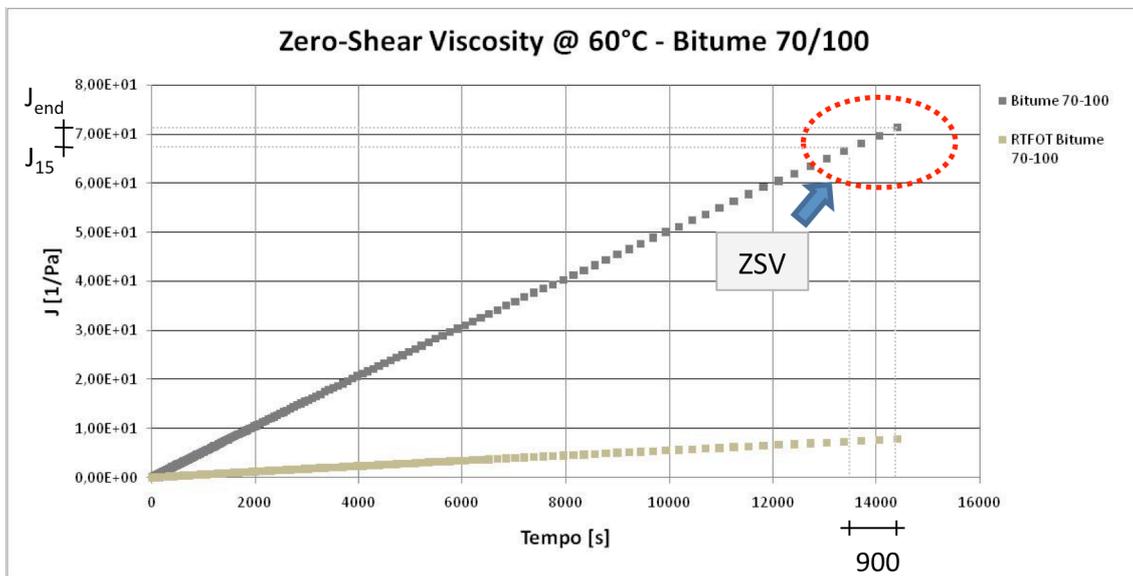


Fig.5.43 – ZSV Bitume 70/100

In figura 5.43 viene rappresentato il grafico della Zero-Shear Viscosity del bitume tradizionale avente indice di penetrazione pari a 70/100 dmm. In ascissa viene riportato il tempo mentre in ordinata la deformabilità J. Il grafico viene rappresentato fuori scala rispetto agli altri materiali poiché i valori massimi risultano più elevati di diversi ordini di grandezza.

Nell'area evidenziata viene mostrato graficamente come si determina la Zero-Shear Viscosity. Sull'asse delle ordinate sono riportati i valori J_{end} e J_{15} che rappresentano la deformabilità finale dopo 14400 secondi e la deformabilità a 15 minuti dalla fine (13500 secondi); sull'asse delle ascisse invece viene riportato il periodo di tempo per cui si calcola la ZSV, ovvero gli ultimi 900 secondi del test.

Richiamando quanto detto nell'equazione 5.13 la Zero-Shear Viscosity si ottiene come rapporto tra la differenza dei due valori di J misurati ed il tempo dell'intervallo di analisi.

La ZSV non è altro che la pendenza dell'ultimo tratto della curva di deformabilità quando si suppone raggiunto lo stato di flusso stazionario, legato univocamente alla deformazione per scorrimento.

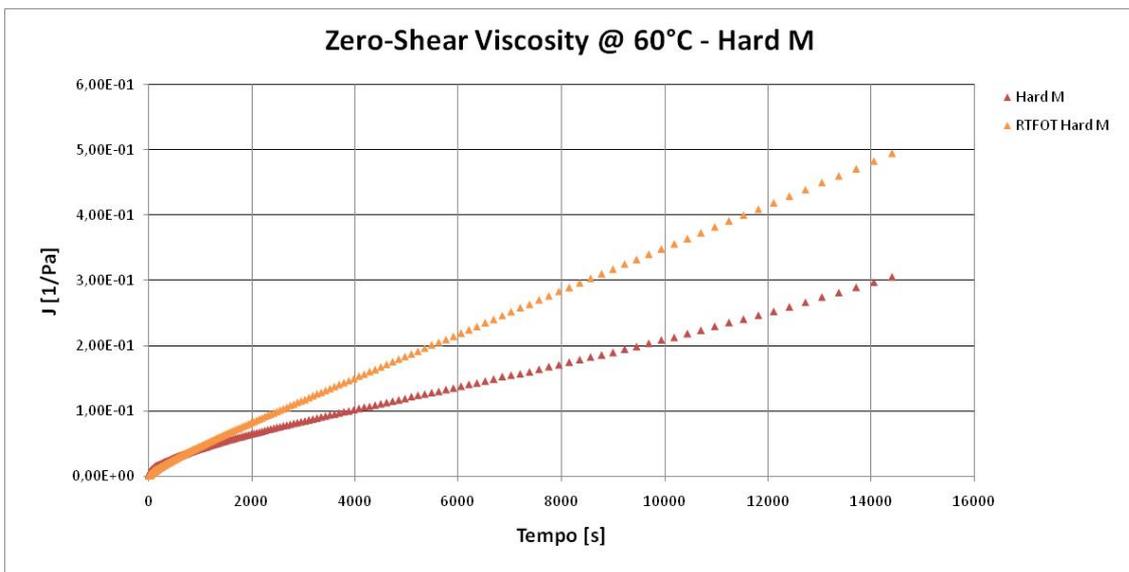


Fig.5.44 – ZSV Bitume Hard M

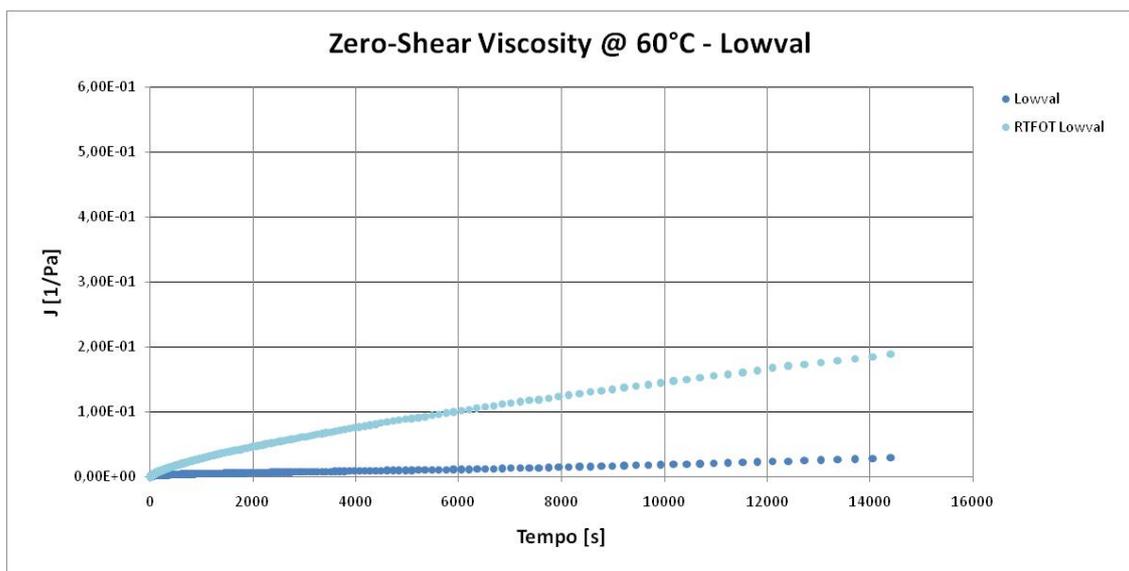


Fig.5.45 – ZSV Bitume Lowval

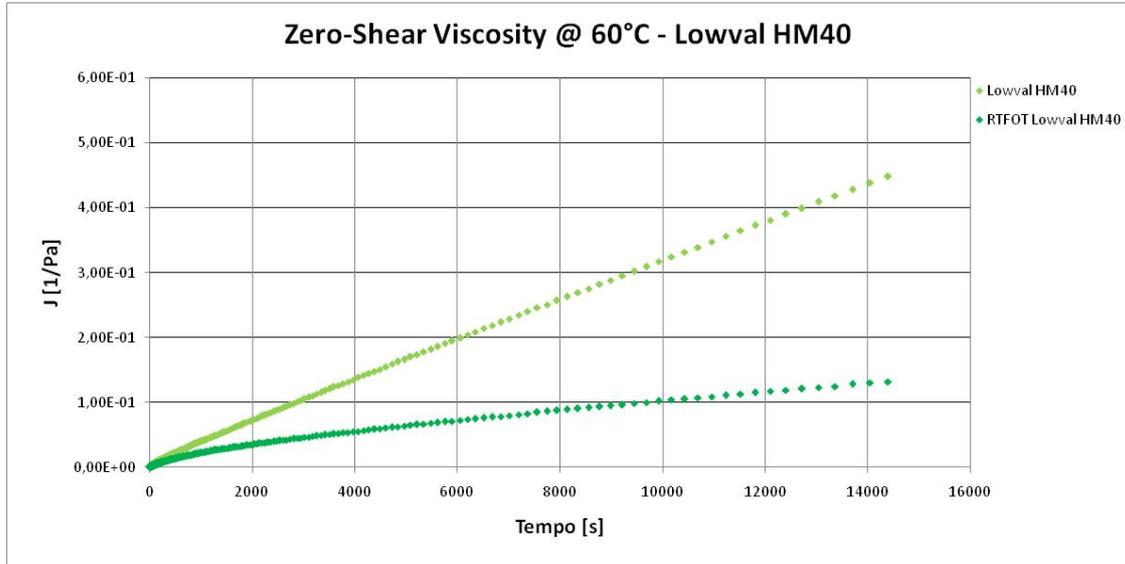


Fig.5.46 – ZSV Bitume Lowval HM40

Confrontando i 4 materiali (figure 5.43, 5.44, 5.45 e 5.46), si riscontra dai risultati che i leganti mostrano una risposta differente in termini di prestazioni conseguentemente alla prova di invecchiamento.

Per il bitume con indice di penetrazione 70/100 dmm e il Lowval HM 40 le curve post RTFOT vanno a posizionarsi su valori di deformabilità inferiori rispetto a quelle eseguite pre RTFOT. Per quanto riguarda l'Hard M e il Lowval vi è una inversione di tendenza nei risultati rispetto a quelli analizzati in precedenza. Le curve di deformabilità post RTFOT risultano superiori a quelle realizzate pre invecchiamento.

Il valore di ZSV del bitume tradizionale dopo RTFOT ha un incremento di circa un ordine di grandezza rispetto a quello pre, mentre il valore dell'Hard M rimane circa lo stesso. Tale fenomeno potrebbe essere riconducibile alla differente sensibilità del materiale alle variazioni di temperatura e più precisamente in questo caso alla prova d'invecchiamento.

A questo punto, andando ad analizzare il valore di ZSV del Lowval, si trova che vi è una differenza 4 volte superiore in valore assoluto post RTFOT. È degno di nota richiamare quanto detto al capitolo 3, in quanto i bitumi tiepidi (Lowval e Lowval HM 40) hanno temperature di miscelazione e messa in opera nettamente inferiori rispetto ad un bitume tradizionale (circa 160°C) o ad un bitume modificato (circa 180°C).

Queste temperature risultano essere molto distanti dai 100°-110°C dei WMA e soprattutto totalmente differenti da quella tenuta per la prova d'invecchiamento.

Confrontano i due materiali aventi stesso tipo di modifica (SBS al 4,5%) e additivo (~2%) si evidenziano valori di deformabilità in valore assoluto maggiori del Lowval HM 40 (figure 5.45 e 5.46). L'unica spiegazione plausibile è riconducibile al diverso grado di penetrazione del bitume di partenza. Il Lowval, che viene prodotto partendo da un bitume più tenero, è meno sensibile alla temperatura, mentre il Lowval HM 40, che è realizzato con un bitume di base più duro avente una frazione di asfaltini più elevata, è più sensibile alle variazioni di temperatura.

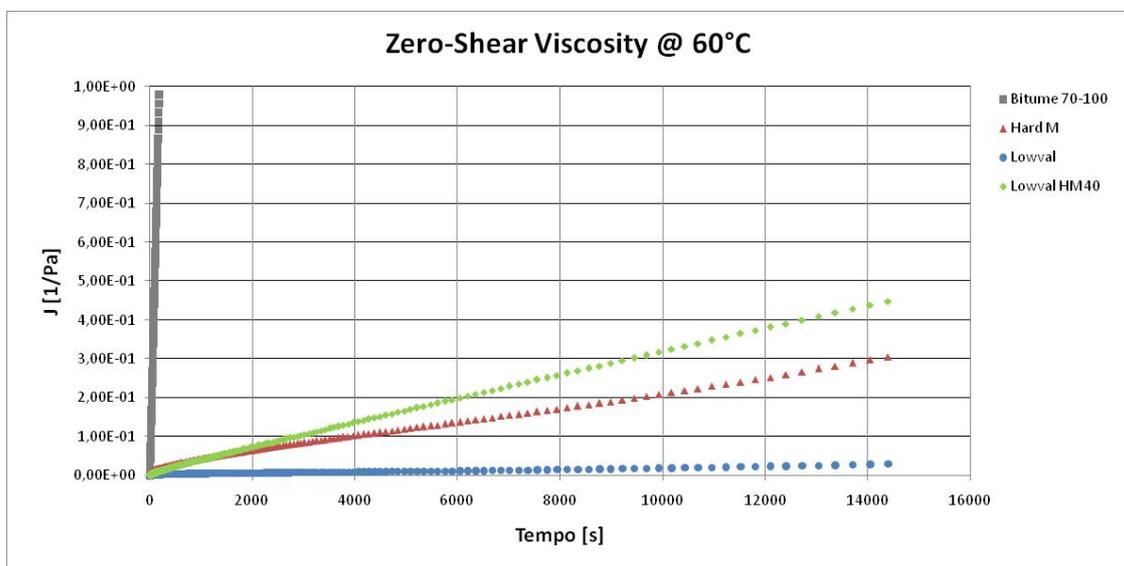


Fig.5.47 – ZSV

Nella figura 5.47 viene mostrato il comportamento dei diversi leganti prima dell'invecchiamento. Si vede come il Lowval presenti valori di deformabilità molto minori rispetto all'Hard M, al Lowval HM 40 e soprattutto al bitume con indice di penetrazione 70/100 dmm.

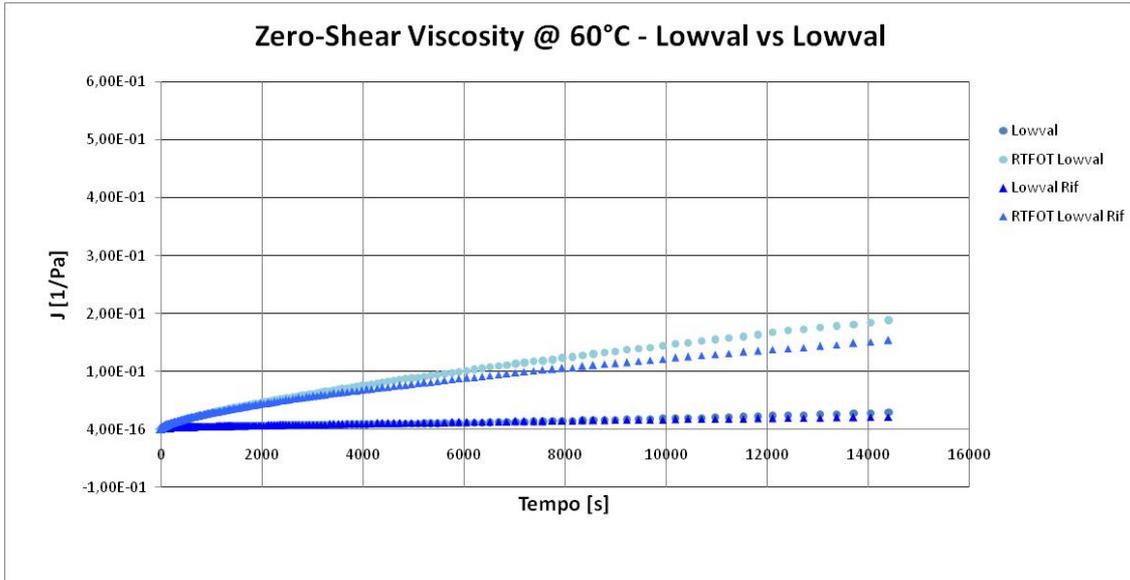
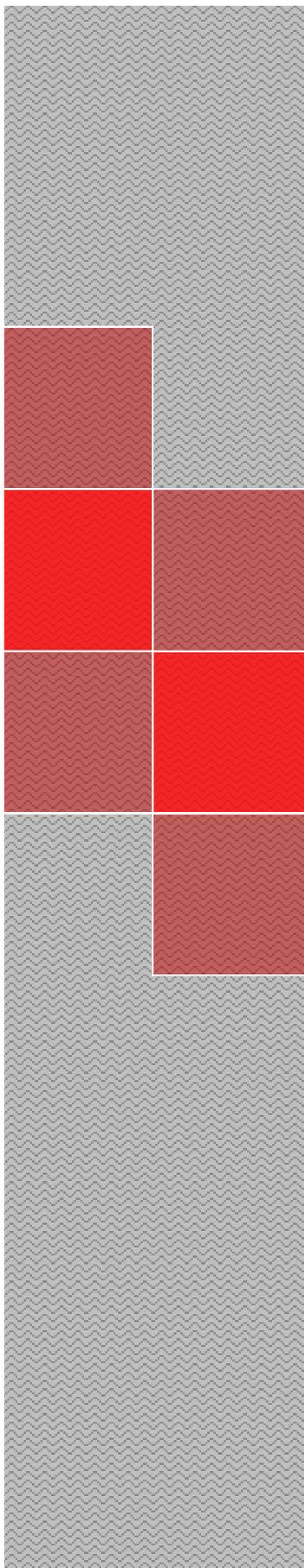


Fig.5.48 – Lowval vs Lowval

Le prove sul Lowval sono state ripetute per verificare la ripetibilità del dato e si è riscontrato che l'andamento delle curve rimane il medesimo. L'unica differenza esaustiva riscontrabile è il cambiamento dei valori assoluti di picco delle curve (figura 5.48).

Capitolo 6

Conclusioni



6.1 CONCLUSIONI

L'evoluzione dell'ingegneria stradale, in termini di prestazioni dei materiali costituenti la pavimentazione, ha comportato una evoluzione parallela delle prove di laboratorio affinché le miscele realizzate soddisfino le esigenze di chi le gestisce. Inoltre la mancanza di manutenzione, a causa delle ridotte risorse economiche degli enti gestori, lo spreco di materiali vergini e il deterioramento funzionale delle pavimentazioni, lasciano sempre più il compito al progettista stradale di scegliere con cura i materiali al fine di realizzare un'opera che abbia la vita utile più lunga possibile. Quindi per la realizzazione di conglomerati bituminosi, ed in primis con la scelta del legante bituminoso da impiegare, il ruolo del progettista è diventato ormai fondamentale. Risulta necessaria una accurata caratterizzazione in laboratorio al fine di poter correlare i risultati dei test con le effettive prestazioni dei materiali in opera.

Negli anni la caratterizzazione prestazionale dei bitumi ha assunto un significato sempre più importante, poiché i materiali hanno avuto e tutt'ora stanno avendo un continuo sviluppo tecnologico. Il comportamento meccanico di tali materiali non rientra nelle classiche leggi della viscosità o della sola elasticità. Alcuni scienziati si resero conto che questi erano in grado di esibire nel contempo sia le proprietà tipiche dei liquidi, sia quelle dei solidi, in ragione delle condizioni di prova cui erano sottoposti, nacque così la moderna reologia. Conoscere il comportamento del materiale in relazione alle condizioni di temperatura e carico cui è sottoposto è oggi di grande importanza per la scelta progettuale. I risultati delle prove di caratterizzazione reologica, infatti, consentono concretamente di arrivare a parametri di progetto delle sovrastrutture che ne spieghino la resistenza nei riguardi dei più frequenti fenomeni di degrado e correlazione ai parametri climatici.

Da questi presupposti è nata la presente tesi di laurea, nella quale sono stati esposti i risultati ottenuti da un'indagine sperimentale riguardante la caratterizzazione delle proprietà reologiche di leganti modificati e non. Con la continua evoluzione dei metodi di analisi e progettazione delle pavimentazioni stradali vengono richieste altrettante moderne procedure di

caratterizzazione dei materiali. Le prove tradizionali, quali penetrazione, punto di rammollimento, punto di rottura Fraass, sono più idonee ad una scelta prescrittiva commerciale del materiale in quanto non forniscono vere proprietà fisiche bensì solo misure convenzionali ad esse correlate. Le nuove prove reologiche, Dynamic Shear Rheometer, Bending Beam Rheometer, Rotational Viscometer, Direct Tension Test, Rolling Thin Film Oven Test, Pressure Ageing Vessel, al contrario forniscono reali proprietà fisiche del legante come il modulo complesso, l'angolo di fase e la viscosità.

Sulla base di quanto detto fino ad ora, il progetto di ricerca si è basato sulla caratterizzazione prestazionale di differenti leganti bituminosi aventi natura totalmente differente affinché si potessero mettere in luce le differenze che le varie modifiche a cui sono stati sottoposti hanno prodotto in termini di risposta meccanica. I materiali testati sono stati: un bitume tradizionale con grado di penetrazione 70/100 dmm, un Drenoval Hard M con il 5,5% di modifica SBS e due aventi lo stesso tipo di modifica, 4,5% di polimero SBS e circa 2% di additivo che ne ha modificato la viscosità rendendoli ad alta lavorabilità, ma aventi diverso grado di penetrazione del bitume di partenza (50/70 dmm per il Lowval, 30/50 dmm per il Lowval HM 40).

Le proprietà reologiche dei leganti sono state valutate mediante il reometro rotazionale Haake RT10. Il Dynamic Shear Rheometer permette di ricavare il modulo complesso G^* e l'angolo di fase δ dei leganti bituminosi e consente di effettuare misurazioni in controllo di deformazione e in controllo di tensione; le procedure e i dati di tali misurazioni sono contenute nel capitolo 5.

Uno degli aspetti più significativi riscontrati nella realizzazione di indagini reometriche è la procedura di preparazione del campione di prova ed, in particolare, il percorso termico da esso subito durante la fase di riscaldamento, soprattutto se costituito da un legante modificato. Si è perciò visto che, non solo il modo di produrre e posizionare il materiale sullo strumento sono importanti, ma soprattutto, la temperatura da esso raggiunta in tale fase.

La natura macromolecolare del legante bituminoso comporta la rottura di legami chimici all'innalzamento della temperatura e la formazione o meno, di

configurazioni strutturate o non strutturate durante il raffreddamento; ciò è esaltato dalla presenza di polimeri e dall'invecchiamento subito.

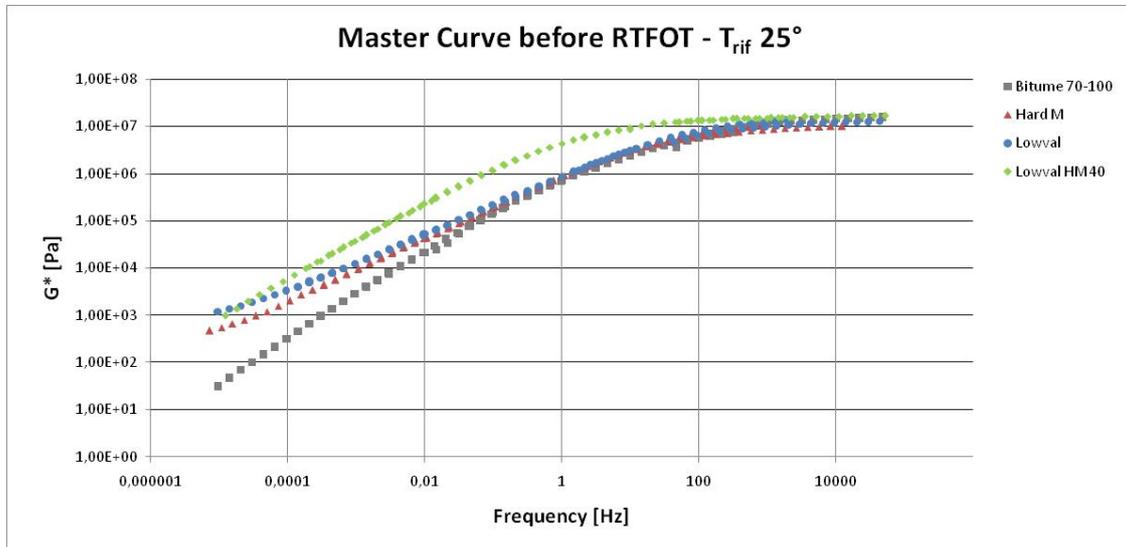


Fig.6.1 – Master Curve pre RTFOT

Dai grafici delle Master Curve ricavati nei test eseguiti pre invecchiamento si nota come alle alte temperature, momento in cui si sente maggiormente l'influenza della modifica, sia marcata la differenza tra i bitumi modificati da quello non modificato, pari circa ad un ordine di grandezza. Ciò si traduce in una resistenza maggiore del materiale modificato, all'accumulo delle deformazioni irreversibili.

Questo è riscontrabile anche dal Black Diagram, dove i leganti modificati alle alte temperature presentano un andamento tipicamente a campana, mentre per il bitume non additivato si ha un andamento più lineare. Vi è un caso anomalo riguardante il Lowval HM 40 che non presenta il tipico andamento, il che potrebbe essere ricondotto a problemi di machine compliance.

Per le medie temperature, rapportabili alle frequenze generate dal traffico veicolare, si nota come il modulo complesso del Lowval HM 40 sia maggiore rispetto a quello degli altri tre materiali.

Alle basse temperature i bitumi non si comportano più come fluidi ma come solidi e i loro moduli convergono asintoticamente al modulo vetroso.

Gli angoli di fase assumono valori bassi tendenti a 0° dovuti proprio all'irrigidimento del materiale.

Attraverso la prova RTFOT, si è simulato l'invecchiamento a breve termine del legante bituminoso, per mezzo della quale si provoca un indurimento del materiale paragonabile a quello che avviene nelle fasi di miscelazione e posa. Confrontando tutti e quattro i bitumi si può verificare come ci sia un incremento del modulo complesso G^* del bitume invecchiato rispetto a quello pre RTFOT.

Analizzando i valori assoluti delle curve si nota che il bitume più duro (Lowval HM 40) ha un incremento minore del modulo complesso se paragonato agli altri materiali. Al contrario si nota una diminuzione dell'angolo di fase del materiale invecchiato poiché il legante essendo più duro ha una rigidità maggiore e comportamento che più si avvicina a quello di un solido elastico.

Per mezzo delle Master Curve è possibile registrare le differenze delle caratteristiche meccaniche dei diversi materiali, ed analizzare il modulo complesso a seconda delle frequenze e quindi delle temperature. Le Master Curve sono un ottimo strumento di supporto per la progettazione in quanto attraverso di esse è possibile determinare le differenze tra i leganti modificati e non modificati, stabilendo quale dei materiali sia il migliore. Concludendo si vede come la modifica tenda a migliorare le prestazioni del materiale, soprattutto alle basse frequenze, momento in cui si sente maggiormente il comportamento del polimero.

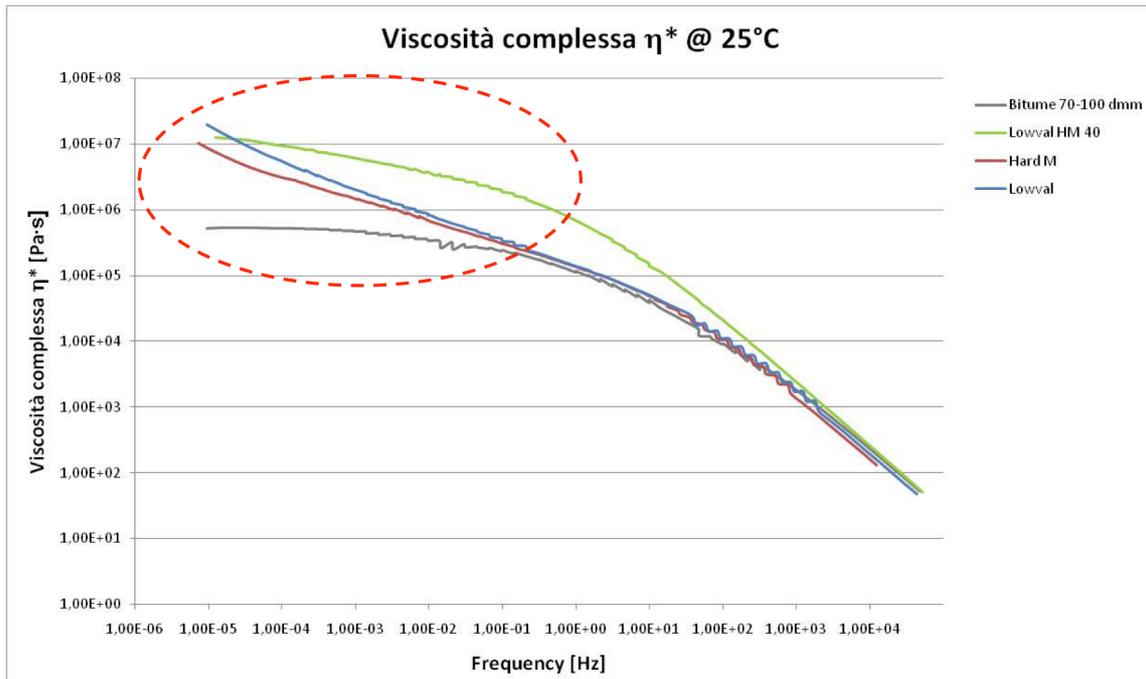


Fig.6.2 – Viscosità complessa

Attraverso la valutazione della viscosità complessa si deduce che i materiali hanno un differente comportamento, soprattutto alle alte temperature. Da ciò è possibile individuare quale dei materiali abbia miglior lavorabilità al momento della stesa in opera, nel caso in esame il Lowval e il Lowval HM 40 presentano miglior capacità di lavorabilità dovuta all'aggiunta dell'additivo.

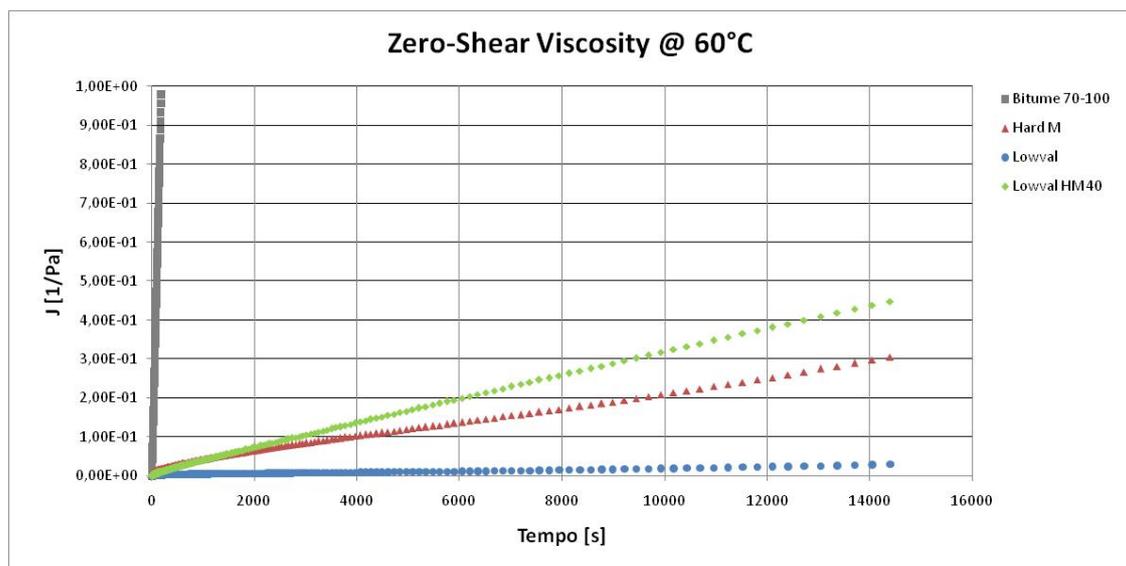


Fig.6.3 – ZSV

La ZSV è in grado di fornire utili indicazioni circa la natura ed il comportamento del legante bituminoso. Essa traduce in termini numerici la resistenza allo scorrimento viscoso del legante che riproduce la capacità del bitume nel contrastare l'accumulo delle deformazioni permanenti. Dai valori ottenuti si dimostra come la ZSV sia discriminante tra leganti puri e modificati e si dimostra anche sensibile all'entità della modifica stessa, come mostrano i valori di deformabilità del Lowval HM 40 maggiori rispetto a quelli degli altri materiali modificati.

L'utilità della Zero-Shear Viscosity è quella di verificare le capacità del materiale di resistere alle deformazioni permanenti, quindi la deformabilità per lunghi periodi di carico o per quelli agenti alle alte temperature, momento in cui subentra la componente puramente viscosa della miscela che porta all'accumulo delle deformazioni.

Questi test necessitano di ulteriori verifiche in quanto per bitumi modificati la normativa stabilisce valori di sollecitazione compresi fra 10 e 50 Pa, mentre lo strumento utilizzato non ha permesso di scendere a valori di tensione inferiori a 50 Pa. Questi dati possono essere affetti da errori di machine compliance.

Un sviluppo futuro di questi test potrebbe essere quello di eseguire le prove di Low-Shear Viscosity (LSV), ovvero andare ad analizzare un range di valori compresi nel campo di viscoelasticità lineare maggiore e non definito in un unico punto come al ZSV. Inoltre sarebbe adeguato verificare la ripetibilità del dato andando ad effettuare molteplici prove affinché si abbia una conferma su quanto studiato e analizzato.

Dai dati ottenuti è emerso che la prova d'invecchiamento Rolling Thin Film Oven Test effettuata alla temperatura di 163°C sia corretta per bitumi tradizionali, mentre risulta perdere di significato per i materiali ad alta lavorabilità, in quanto è noto che le temperature di stesa e miscelazione di questi ultimi sono nettamente inferiori (circa 100°-110°C).

ALLEGATO A

Nel seguente allegato sono riportati i valori ottenuti dalle prove in frequency sweep con il reometro RT10 alle diverse temperature prima e dopo RTFOT.

| Bitume 70/100 Temperatura 0°C | | | | | |
|-------------------------------|-----------|-----------|-----------|--------|-------|
| f | G* | G' | G'' | δ | T |
| [Hz] | [Pa] | [Pa] | [Pa] | [°] | [°C] |
| 0,010 | 3,646E+06 | 2,538E+06 | 2,618E+06 | 45,894 | 0,000 |
| 0,015 | 4,884E+06 | 3,774E+06 | 3,099E+06 | 39,390 | 0,000 |
| 0,022 | 5,945E+06 | 4,885E+06 | 3,390E+06 | 34,758 | 0,000 |
| 0,032 | 6,932E+06 | 5,933E+06 | 3,585E+06 | 31,139 | 0,000 |
| 0,046 | 7,973E+06 | 7,053E+06 | 3,717E+06 | 27,790 | 0,000 |
| 0,068 | 8,976E+06 | 8,154E+06 | 3,752E+06 | 24,710 | 0,000 |
| 0,100 | 9,930E+06 | 9,231E+06 | 3,660E+06 | 21,630 | 0,000 |
| 0,147 | 1,079E+07 | 1,022E+07 | 3,488E+06 | 18,851 | 0,000 |
| 0,215 | 1,150E+07 | 1,103E+07 | 3,240E+06 | 16,368 | 0,000 |
| 0,316 | 1,218E+07 | 1,183E+07 | 2,896E+06 | 13,754 | 0,000 |
| 0,464 | 1,282E+07 | 1,253E+07 | 2,707E+06 | 12,189 | 0,000 |
| 0,681 | 1,333E+07 | 1,309E+07 | 2,519E+06 | 10,890 | 0,000 |
| 1,000 | 1,382E+07 | 1,364E+07 | 2,203E+06 | 9,172 | 0,000 |
| 1,470 | 1,428E+07 | 1,412E+07 | 2,078E+06 | 8,371 | 0,000 |
| 2,150 | 1,467E+07 | 1,457E+07 | 1,743E+06 | 6,822 | 0,000 |
| 3,160 | 1,499E+07 | 1,490E+07 | 1,630E+06 | 6,244 | 0,000 |
| 4,640 | 1,520E+07 | 1,513E+07 | 1,403E+06 | 5,297 | 0,000 |
| 6,810 | 1,561E+07 | 1,557E+07 | 1,068E+06 | 3,925 | 0,000 |
| 10,000 | 1,576E+07 | 1,574E+07 | 8,732E+05 | 3,176 | 0,000 |

| RTFOT Bitume 70/100 Temperatura 0°C | | | | | |
|-------------------------------------|-----------|-----------|-----------|--------|-------|
| f | G* | G' | G'' | δ | T |
| [Hz] | [Pa] | [Pa] | [Pa] | [°] | [°C] |
| 0,010 | 4,133E+06 | 3,564E+06 | 2,093E+06 | 30,417 | 0,000 |
| 0,015 | 4,855E+06 | 4,333E+06 | 2,189E+06 | 26,802 | 0,000 |
| 0,022 | 5,426E+06 | 4,971E+06 | 2,176E+06 | 23,639 | 0,000 |
| 0,032 | 5,993E+06 | 5,573E+06 | 2,204E+06 | 21,583 | 0,000 |
| 0,046 | 6,414E+06 | 6,081E+06 | 2,040E+06 | 18,546 | 0,000 |
| 0,068 | 6,920E+06 | 6,640E+06 | 1,946E+06 | 16,330 | 0,000 |
| 0,100 | 7,403E+06 | 7,159E+06 | 1,885E+06 | 14,755 | 0,000 |
| 0,147 | 7,875E+06 | 7,655E+06 | 1,851E+06 | 13,590 | 0,000 |
| 0,215 | 8,129E+06 | 7,960E+06 | 1,648E+06 | 11,700 | 0,000 |
| 0,316 | 8,569E+06 | 8,418E+06 | 1,603E+06 | 10,783 | 0,000 |
| 0,464 | 8,826E+06 | 8,720E+06 | 1,366E+06 | 8,906 | 0,000 |
| 0,681 | 9,294E+06 | 9,192E+06 | 1,370E+06 | 8,478 | 0,000 |
| 1,000 | 9,468E+06 | 9,379E+06 | 1,293E+06 | 7,848 | 0,000 |
| 1,470 | 9,691E+06 | 9,621E+06 | 1,164E+06 | 6,897 | 0,000 |
| 2,150 | 9,971E+06 | 9,913E+06 | 1,071E+06 | 6,169 | 0,000 |
| 3,160 | 1,013E+07 | 1,009E+07 | 9,615E+05 | 5,444 | 0,000 |
| 4,640 | 1,031E+07 | 1,028E+07 | 8,374E+05 | 4,658 | 0,000 |
| 6,810 | 1,047E+07 | 1,045E+07 | 6,097E+05 | 3,338 | 0,000 |
| 10,000 | 1,062E+07 | 1,061E+07 | 5,140E+05 | 2,774 | 0,000 |

| Bitume 70/100 Temperatura 10°C | | | | | |
|--------------------------------|-----------|-----------|-----------|--------|--------|
| f | G* | G' | G'' | δ | T |
| [Hz] | [Pa] | [Pa] | [Pa] | [°] | [°C] |
| 0,010 | 3,410E+05 | 1,741E+05 | 2,932E+05 | 59,300 | 10,010 |
| 0,015 | 4,316E+05 | 2,302E+05 | 3,651E+05 | 57,762 | 10,003 |
| 0,022 | 5,569E+05 | 3,110E+05 | 4,619E+05 | 56,045 | 9,980 |
| 0,032 | 7,006E+05 | 4,077E+05 | 5,697E+05 | 54,409 | 10,013 |
| 0,046 | 8,957E+05 | 5,446E+05 | 7,111E+05 | 52,552 | 9,980 |
| 0,068 | 1,097E+06 | 6,934E+05 | 8,500E+05 | 50,794 | 10,013 |
| 0,100 | 1,350E+06 | 8,926E+05 | 1,013E+06 | 48,603 | 9,947 |
| 0,147 | 1,660E+06 | 1,144E+06 | 1,203E+06 | 46,430 | 10,043 |
| 0,215 | 2,022E+06 | 1,455E+06 | 1,403E+06 | 43,958 | 9,950 |
| 0,316 | 2,408E+06 | 1,809E+06 | 1,590E+06 | 41,313 | 10,033 |
| 0,464 | 2,869E+06 | 2,231E+06 | 1,804E+06 | 38,954 | 10,037 |
| 0,681 | 3,383E+06 | 2,730E+06 | 1,997E+06 | 36,184 | 9,957 |
| 1,000 | 3,901E+06 | 3,249E+06 | 2,160E+06 | 33,625 | 9,980 |
| 1,470 | 4,480E+06 | 3,843E+06 | 2,304E+06 | 30,943 | 10,057 |
| 2,150 | 5,026E+06 | 4,439E+06 | 2,358E+06 | 27,971 | 9,967 |
| 3,160 | 5,594E+06 | 5,068E+06 | 2,368E+06 | 25,040 | 9,943 |
| 4,640 | 6,146E+06 | 5,666E+06 | 2,381E+06 | 22,792 | 10,027 |
| 6,810 | 6,760E+06 | 6,372E+06 | 2,257E+06 | 19,505 | 10,033 |
| 10,000 | 7,363E+06 | 7,041E+06 | 2,156E+06 | 17,025 | 9,967 |

| RTFOT Bitume 70/100 Temperatura 10°C | | | | | |
|--------------------------------------|-----------|-----------|-----------|--------|--------|
| f | G* | G' | G'' | δ | T |
| [Hz] | [Pa] | [Pa] | [Pa] | [°] | [°C] |
| 0,010 | 1,442E+06 | 1,043E+06 | 9,962E+05 | 43,696 | 9,990 |
| 0,015 | 1,738E+06 | 1,298E+06 | 1,156E+06 | 41,683 | 10,003 |
| 0,022 | 2,056E+06 | 1,594E+06 | 1,298E+06 | 39,163 | 10,010 |
| 0,032 | 2,387E+06 | 1,905E+06 | 1,439E+06 | 37,076 | 9,977 |
| 0,046 | 2,783E+06 | 2,291E+06 | 1,581E+06 | 34,598 | 9,963 |
| 0,068 | 3,189E+06 | 2,681E+06 | 1,726E+06 | 32,766 | 10,063 |
| 0,100 | 3,631E+06 | 3,128E+06 | 1,842E+06 | 30,496 | 9,963 |
| 0,147 | 4,105E+06 | 3,618E+06 | 1,938E+06 | 28,175 | 10,053 |
| 0,215 | 4,611E+06 | 4,137E+06 | 2,037E+06 | 26,209 | 10,020 |
| 0,316 | 5,189E+06 | 4,750E+06 | 2,089E+06 | 23,737 | 9,977 |
| 0,464 | 5,759E+06 | 5,343E+06 | 2,150E+06 | 21,923 | 9,943 |
| 0,681 | 6,066E+06 | 5,701E+06 | 2,074E+06 | 19,989 | 10,063 |
| 1,000 | 6,573E+06 | 6,241E+06 | 2,064E+06 | 18,299 | 10,030 |
| 1,470 | 7,048E+06 | 6,750E+06 | 2,026E+06 | 16,710 | 10,007 |
| 2,150 | 7,473E+06 | 7,235E+06 | 1,870E+06 | 14,491 | 9,983 |
| 3,160 | 7,821E+06 | 7,624E+06 | 1,748E+06 | 12,913 | 9,957 |
| 4,640 | 8,215E+06 | 8,038E+06 | 1,697E+06 | 11,920 | 9,933 |
| 6,810 | 8,534E+06 | 8,411E+06 | 1,444E+06 | 9,739 | 10,027 |
| 10,000 | 9,046E+06 | 8,953E+06 | 1,295E+06 | 8,231 | 10,060 |

| Bitume 70/100 Temperatura 25°C | | | | | |
|--------------------------------|-----------|-----------|-----------|--------|--------|
| f | G* | G' | G'' | δ | T |
| [Hz] | [Pa] | [Pa] | [Pa] | [°] | [°C] |
| 0,010 | 2,136E+04 | 5,929E+03 | 2,052E+04 | 73,888 | 25,027 |
| 0,015 | 2,430E+04 | 7,504E+03 | 2,311E+04 | 72,009 | 25,007 |
| 0,022 | 3,385E+04 | 1,106E+04 | 3,199E+04 | 70,934 | 25,003 |
| 0,032 | 5,365E+04 | 1,760E+04 | 5,068E+04 | 70,843 | 25,007 |
| 0,046 | 7,857E+04 | 2,627E+04 | 7,405E+04 | 70,466 | 25,010 |
| 0,068 | 1,131E+05 | 4,047E+04 | 1,056E+05 | 69,036 | 24,973 |
| 0,100 | 1,536E+05 | 5,691E+04 | 1,426E+05 | 68,251 | 25,003 |
| 0,147 | 2,054E+05 | 8,173E+04 | 1,884E+05 | 66,554 | 25,020 |
| 0,215 | 2,658E+05 | 1,100E+05 | 2,420E+05 | 65,554 | 24,997 |
| 0,316 | 3,485E+05 | 1,508E+05 | 3,141E+05 | 64,349 | 24,957 |
| 0,464 | 4,483E+05 | 2,035E+05 | 3,994E+05 | 62,996 | 25,030 |
| 0,681 | 5,698E+05 | 2,713E+05 | 5,011E+05 | 61,568 | 25,010 |
| 1,000 | 7,372E+05 | 3,660E+05 | 6,399E+05 | 60,233 | 25,003 |
| 1,470 | 9,406E+05 | 4,873E+05 | 8,046E+05 | 58,798 | 25,043 |
| 2,150 | 1,200E+06 | 6,621E+05 | 1,001E+06 | 56,522 | 24,970 |
| 3,160 | 1,472E+06 | 8,595E+05 | 1,195E+06 | 54,268 | 24,987 |
| 4,640 | 1,794E+06 | 1,100E+06 | 1,418E+06 | 52,212 | 25,040 |
| 6,810 | 2,203E+06 | 1,449E+06 | 1,659E+06 | 48,860 | 24,957 |
| 10,000 | 2,676E+06 | 1,869E+06 | 1,915E+06 | 45,697 | 24,947 |

| RTFOT Bitume 70/100 Temperatura 25°C | | | | | |
|--------------------------------------|-----------|-----------|-----------|--------|--------|
| f | G* | G' | G'' | δ | T |
| [Hz] | [Pa] | [Pa] | [Pa] | [°] | [°C] |
| 0,010 | 1,403E+05 | 6,539E+04 | 1,241E+05 | 62,217 | 24,970 |
| 0,015 | 1,767E+05 | 8,649E+04 | 1,540E+05 | 60,686 | 24,997 |
| 0,022 | 2,398E+05 | 1,239E+05 | 2,053E+05 | 58,895 | 24,983 |
| 0,032 | 3,094E+05 | 1,663E+05 | 2,609E+05 | 57,478 | 24,993 |
| 0,046 | 3,971E+05 | 2,203E+05 | 3,304E+05 | 56,308 | 24,967 |
| 0,068 | 4,948E+05 | 2,857E+05 | 4,040E+05 | 54,737 | 25,033 |
| 0,100 | 6,157E+05 | 3,674E+05 | 4,941E+05 | 53,369 | 24,977 |
| 0,147 | 7,856E+05 | 4,860E+05 | 6,172E+05 | 51,783 | 25,000 |
| 0,215 | 9,942E+05 | 6,345E+05 | 7,653E+05 | 50,338 | 25,003 |
| 0,316 | 1,232E+06 | 8,125E+05 | 9,265E+05 | 48,750 | 25,040 |
| 0,464 | 1,525E+06 | 1,037E+06 | 1,118E+06 | 47,147 | 24,947 |
| 0,681 | 1,850E+06 | 1,294E+06 | 1,322E+06 | 45,607 | 24,970 |
| 1,000 | 2,190E+06 | 1,580E+06 | 1,517E+06 | 43,827 | 25,010 |
| 1,470 | 2,555E+06 | 1,896E+06 | 1,713E+06 | 42,099 | 25,037 |
| 2,150 | 3,142E+06 | 2,405E+06 | 2,022E+06 | 40,049 | 24,960 |
| 3,160 | 3,820E+06 | 3,022E+06 | 2,337E+06 | 37,707 | 24,943 |
| 4,640 | 4,245E+06 | 3,450E+06 | 2,474E+06 | 35,641 | 24,993 |
| 6,810 | 4,963E+06 | 4,178E+06 | 2,678E+06 | 32,658 | 25,040 |
| 10,000 | 5,794E+06 | 5,025E+06 | 2,885E+06 | 29,858 | 25,053 |

| Bitume 70/100 Temperatura 40°C | | | | | |
|---------------------------------------|-------------|-------------|-------------|------------|-------------|
| f | G* | G' | G'' | δ | T |
| [Hz] | [Pa] | [Pa] | [Pa] | [°] | [°C] |
| 0,010 | 4,590E+02 | 2,571E+01 | 4,583E+02 | 86,790 | 40,003 |
| 0,015 | 6,694E+02 | 4,017E+01 | 6,682E+02 | 86,559 | 39,983 |
| 0,022 | 9,647E+02 | 1,007E+02 | 9,594E+02 | 84,011 | 40,017 |
| 0,032 | 1,397E+03 | 1,257E+02 | 1,392E+03 | 84,840 | 39,993 |
| 0,046 | 2,006E+03 | 1,868E+02 | 1,997E+03 | 84,656 | 40,003 |
| 0,068 | 2,863E+03 | 3,341E+02 | 2,843E+03 | 83,297 | 39,983 |
| 0,100 | 4,097E+03 | 5,390E+02 | 4,061E+03 | 82,440 | 40,000 |
| 0,147 | 5,697E+03 | 8,361E+02 | 5,636E+03 | 81,561 | 39,993 |
| 0,215 | 7,959E+03 | 1,363E+03 | 7,841E+03 | 80,139 | 40,040 |
| 0,316 | 1,125E+04 | 2,159E+03 | 1,104E+04 | 78,935 | 39,937 |
| 0,464 | 1,567E+04 | 3,287E+03 | 1,533E+04 | 77,894 | 39,980 |
| 0,681 | 2,149E+04 | 4,836E+03 | 2,093E+04 | 76,992 | 40,020 |
| 1,000 | 2,963E+04 | 7,168E+03 | 2,875E+04 | 76,001 | 40,053 |
| 1,470 | 4,151E+04 | 1,070E+04 | 4,011E+04 | 75,064 | 39,953 |
| 2,150 | 5,654E+04 | 1,565E+04 | 5,433E+04 | 73,932 | 39,963 |
| 3,160 | 7,667E+04 | 2,274E+04 | 7,322E+04 | 72,747 | 40,017 |
| 4,640 | 1,039E+05 | 3,267E+04 | 9,862E+04 | 71,671 | 40,047 |
| 6,810 | 1,405E+05 | 4,864E+04 | 1,318E+05 | 69,745 | 40,037 |
| 10,000 | 1,891E+05 | 7,059E+04 | 1,754E+05 | 68,079 | 39,963 |

| RTFOT Bitume 70/100 Temperatura 40°C | | | | | |
|---|-------------|-------------|-------------|------------|-------------|
| f | G* | G' | G'' | δ | T |
| [Hz] | [Pa] | [Pa] | [Pa] | [°] | [°C] |
| 0,010 | 5,002E+03 | 1,080E+03 | 4,884E+03 | 77,536 | 40,003 |
| 0,015 | 7,090E+03 | 1,698E+03 | 6,884E+03 | 76,146 | 39,997 |
| 0,022 | 9,566E+03 | 2,498E+03 | 9,234E+03 | 74,863 | 40,000 |
| 0,032 | 1,318E+04 | 3,749E+03 | 1,264E+04 | 73,478 | 40,000 |
| 0,046 | 1,801E+04 | 5,600E+03 | 1,711E+04 | 71,881 | 40,013 |
| 0,068 | 2,428E+04 | 8,125E+03 | 2,289E+04 | 70,453 | 39,983 |
| 0,100 | 3,220E+04 | 1,148E+04 | 3,008E+04 | 69,114 | 40,013 |
| 0,147 | 4,343E+04 | 1,646E+04 | 4,020E+04 | 67,735 | 39,967 |
| 0,215 | 5,720E+04 | 2,283E+04 | 5,245E+04 | 66,477 | 40,020 |
| 0,316 | 7,532E+04 | 3,154E+04 | 6,840E+04 | 65,248 | 40,040 |
| 0,464 | 9,936E+04 | 4,346E+04 | 8,935E+04 | 64,063 | 39,983 |
| 0,681 | 1,311E+05 | 5,986E+04 | 1,167E+05 | 62,844 | 39,953 |
| 1,000 | 1,691E+05 | 7,973E+04 | 1,492E+05 | 61,876 | 40,003 |
| 1,470 | 2,146E+05 | 1,042E+05 | 1,875E+05 | 60,933 | 40,047 |
| 2,150 | 2,750E+05 | 1,399E+05 | 2,368E+05 | 59,420 | 39,987 |
| 3,160 | 3,533E+05 | 1,877E+05 | 2,993E+05 | 57,898 | 39,950 |
| 4,640 | 4,456E+05 | 2,448E+05 | 3,724E+05 | 56,682 | 39,970 |
| 6,810 | 5,561E+05 | 3,213E+05 | 4,539E+05 | 54,703 | 39,983 |
| 10,000 | 6,782E+05 | 4,070E+05 | 5,425E+05 | 53,122 | 40,023 |

| Bitume 70/100 Temperatura 55°C | | | | | |
|--------------------------------|-----------|-----------|-----------|--------|--------|
| f | G* | G' | G'' | δ | T |
| [Hz] | [Pa] | [Pa] | [Pa] | [°] | [°C] |
| 0,010 | 3,162E+01 | 5,894E-01 | 3,162E+01 | 88,932 | 55,043 |
| 0,015 | 4,745E+01 | 1,079E+00 | 4,744E+01 | 88,697 | 55,000 |
| 0,022 | 6,966E+01 | 1,870E+00 | 6,964E+01 | 88,462 | 54,997 |
| 0,032 | 1,025E+02 | 1,548E+00 | 1,025E+02 | 89,135 | 54,993 |
| 0,046 | 1,499E+02 | 4,859E+00 | 1,498E+02 | 88,142 | 55,003 |
| 0,068 | 2,175E+02 | 1,103E+01 | 2,172E+02 | 87,092 | 54,990 |
| 0,100 | 3,180E+02 | 1,718E+01 | 3,175E+02 | 86,903 | 54,980 |
| 0,147 | 4,618E+02 | 3,328E+01 | 4,606E+02 | 85,868 | 55,003 |
| 0,215 | 6,672E+02 | 4,808E+01 | 6,655E+02 | 85,868 | 55,027 |
| 0,316 | 9,703E+02 | 8,781E+01 | 9,663E+02 | 84,807 | 54,963 |
| 0,464 | 1,383E+03 | 1,167E+02 | 1,378E+03 | 85,157 | 55,043 |
| 0,681 | 1,993E+03 | 2,066E+02 | 1,982E+03 | 84,052 | 54,970 |
| 1,000 | 2,834E+03 | 4,350E+02 | 2,800E+03 | 81,170 | 55,023 |
| 1,470 | 3,905E+03 | 5,924E+02 | 3,860E+03 | 81,275 | 55,057 |
| 2,150 | 5,479E+03 | 8,296E+02 | 5,416E+03 | 81,291 | 54,990 |
| 3,160 | 7,685E+03 | 1,215E+03 | 7,588E+03 | 80,902 | 54,943 |
| 4,640 | 1,075E+04 | 1,836E+03 | 1,060E+04 | 80,168 | 55,007 |
| 6,810 | 1,497E+04 | 2,949E+03 | 1,467E+04 | 78,635 | 55,013 |
| 10,000 | 2,110E+04 | 4,450E+03 | 2,063E+04 | 77,828 | 54,963 |

| RTFOT Bitume 70/100 Temperatura 55°C | | | | | |
|--------------------------------------|-----------|-----------|-----------|--------|--------|
| f | G* | G' | G'' | δ | T |
| [Hz] | [Pa] | [Pa] | [Pa] | [°] | [°C] |
| 0,010 | 3,170E+02 | 2,250E+01 | 3,162E+02 | 85,930 | 54,987 |
| 0,015 | 4,748E+02 | 3,673E+01 | 4,734E+02 | 85,563 | 54,997 |
| 0,022 | 6,956E+02 | 6,706E+01 | 6,924E+02 | 84,468 | 55,007 |
| 0,032 | 1,012E+03 | 1,210E+02 | 1,004E+03 | 83,133 | 54,993 |
| 0,046 | 1,459E+03 | 2,484E+02 | 1,437E+03 | 80,194 | 55,010 |
| 0,068 | 2,079E+03 | 4,052E+02 | 2,040E+03 | 78,764 | 54,980 |
| 0,100 | 2,905E+03 | 6,328E+02 | 2,835E+03 | 77,418 | 55,030 |
| 0,147 | 4,060E+03 | 9,054E+02 | 3,958E+03 | 77,115 | 55,023 |
| 0,215 | 5,464E+03 | 1,274E+03 | 5,314E+03 | 76,515 | 54,970 |
| 0,316 | 7,676E+03 | 1,949E+03 | 7,425E+03 | 75,289 | 55,053 |
| 0,464 | 1,044E+04 | 2,851E+03 | 1,005E+04 | 74,156 | 55,027 |
| 0,681 | 1,436E+04 | 4,201E+03 | 1,373E+04 | 72,988 | 54,987 |
| 1,000 | 1,938E+04 | 6,010E+03 | 1,843E+04 | 71,935 | 54,957 |
| 1,470 | 2,619E+04 | 8,550E+03 | 2,475E+04 | 70,945 | 54,993 |
| 2,150 | 3,496E+04 | 1,213E+04 | 3,279E+04 | 69,692 | 55,060 |
| 3,160 | 4,697E+04 | 1,725E+04 | 4,368E+04 | 68,456 | 55,023 |
| 4,640 | 6,216E+04 | 2,386E+04 | 5,740E+04 | 67,431 | 54,977 |
| 6,810 | 8,182E+04 | 3,383E+04 | 7,450E+04 | 65,576 | 54,970 |
| 10,000 | 1,067E+05 | 4,592E+04 | 9,632E+04 | 64,513 | 55,020 |

ALLEGATO B

| Bitume 70/100 | | | | | |
|---------------|----------|----------|----------|----------|------|
| f | G* | G' | G'' | Eta* | δ |
| [Hz] | [Pa] | [Pa] | [Pa] | [Pa s] | [°] |
| 9,62E-06 | 3,16E+01 | 5,89E-01 | 3,16E+01 | 5,23E+05 | 88,9 |
| 1,41E-05 | 4,75E+01 | 1,08E+00 | 4,74E+01 | 5,34E+05 | 88,7 |
| 2,07E-05 | 6,97E+01 | 1,87E+00 | 6,96E+01 | 5,36E+05 | 88,5 |
| 3,04E-05 | 1,03E+02 | 1,55E+00 | 1,03E+02 | 5,37E+05 | 89,1 |
| 4,47E-05 | 1,50E+02 | 4,86E+00 | 1,50E+02 | 5,34E+05 | 88,1 |
| 6,55E-05 | 2,18E+02 | 1,10E+01 | 2,17E+02 | 5,28E+05 | 87,1 |
| 9,62E-05 | 3,18E+02 | 1,72E+01 | 3,18E+02 | 5,26E+05 | 86,9 |
| 1,39E-04 | 4,59E+02 | 2,57E+01 | 4,58E+02 | 5,26E+05 | 86,8 |
| 1,41E-04 | 4,62E+02 | 3,33E+01 | 4,61E+02 | 5,20E+05 | 85,9 |
| 2,04E-04 | 6,69E+02 | 4,02E+01 | 6,68E+02 | 5,22E+05 | 86,6 |
| 2,07E-04 | 6,67E+02 | 4,81E+01 | 6,66E+02 | 5,13E+05 | 85,9 |
| 2,99E-04 | 9,65E+02 | 1,01E+02 | 9,59E+02 | 5,14E+05 | 84 |
| 3,04E-04 | 9,70E+02 | 8,78E+01 | 9,66E+02 | 5,08E+05 | 84,8 |
| 4,39E-04 | 1,40E+03 | 1,26E+02 | 1,39E+03 | 5,07E+05 | 84,8 |
| 4,47E-04 | 1,38E+03 | 1,17E+02 | 1,38E+03 | 4,93E+05 | 85,2 |
| 6,45E-04 | 2,01E+03 | 1,87E+02 | 2,00E+03 | 4,95E+05 | 84,7 |
| 6,55E-04 | 1,99E+03 | 2,07E+02 | 1,98E+03 | 4,84E+05 | 84,1 |
| 9,46E-04 | 2,86E+03 | 3,34E+02 | 2,84E+03 | 4,81E+05 | 83,3 |
| 9,62E-04 | 2,83E+03 | 4,35E+02 | 2,80E+03 | 4,69E+05 | 81,2 |
| 1,39E-03 | 4,10E+03 | 5,39E+02 | 4,06E+03 | 4,69E+05 | 82,4 |
| 1,41E-03 | 3,91E+03 | 5,92E+02 | 3,86E+03 | 4,39E+05 | 81,3 |
| 2,04E-03 | 5,70E+03 | 8,36E+02 | 5,64E+03 | 4,44E+05 | 81,6 |
| 2,07E-03 | 5,48E+03 | 8,30E+02 | 5,42E+03 | 4,22E+05 | 81,3 |
| 2,99E-03 | 7,96E+03 | 1,36E+03 | 7,84E+03 | 4,24E+05 | 80,1 |
| 3,04E-03 | 7,69E+03 | 1,22E+03 | 7,59E+03 | 4,02E+05 | 80,9 |
| 4,39E-03 | 1,13E+04 | 2,16E+03 | 1,10E+04 | 4,08E+05 | 78,9 |
| 4,47E-03 | 1,08E+04 | 1,84E+03 | 1,06E+04 | 3,83E+05 | 80,2 |
| 6,45E-03 | 1,57E+04 | 3,29E+03 | 1,53E+04 | 3,87E+05 | 77,9 |
| 6,55E-03 | 1,50E+04 | 2,95E+03 | 1,47E+04 | 3,64E+05 | 78,6 |
| 9,46E-03 | 2,15E+04 | 4,84E+03 | 2,09E+04 | 3,61E+05 | 77 |
| 9,62E-03 | 2,11E+04 | 4,45E+03 | 2,06E+04 | 3,49E+05 | 77,8 |
| 1,00E-02 | 2,14E+04 | 5,93E+03 | 2,05E+04 | 3,40E+05 | 73,9 |
| 1,39E-02 | 2,96E+04 | 7,17E+03 | 2,88E+04 | 3,39E+05 | 76 |
| 1,47E-02 | 2,43E+04 | 7,50E+03 | 2,31E+04 | 2,63E+05 | 72 |
| 2,04E-02 | 4,15E+04 | 1,07E+04 | 4,01E+04 | 3,23E+05 | 75,1 |
| 2,15E-02 | 3,39E+04 | 1,11E+04 | 3,20E+04 | 2,51E+05 | 70,9 |
| 2,99E-02 | 5,65E+04 | 1,57E+04 | 5,43E+04 | 3,01E+05 | 73,9 |
| 3,16E-02 | 5,37E+04 | 1,76E+04 | 5,07E+04 | 2,70E+05 | 70,8 |
| 4,39E-02 | 7,67E+04 | 2,27E+04 | 7,32E+04 | 2,78E+05 | 72,7 |
| 4,64E-02 | 7,86E+04 | 2,63E+04 | 7,41E+04 | 2,70E+05 | 70,5 |
| 6,45E-02 | 1,04E+05 | 3,27E+04 | 9,86E+04 | 2,56E+05 | 71,7 |
| 6,81E-02 | 1,13E+05 | 4,05E+04 | 1,06E+05 | 2,64E+05 | 69 |
| 9,46E-02 | 1,41E+05 | 4,86E+04 | 1,32E+05 | 2,36E+05 | 69,7 |
| 1,00E-01 | 1,54E+05 | 5,69E+04 | 1,43E+05 | 2,44E+05 | 68,3 |
| 1,39E-01 | 1,89E+05 | 7,06E+04 | 1,75E+05 | 2,17E+05 | 68,1 |
| 1,47E-01 | 2,05E+05 | 8,17E+04 | 1,88E+05 | 2,22E+05 | 66,6 |
| 2,15E-01 | 2,66E+05 | 1,10E+05 | 2,42E+05 | 1,97E+05 | 65,6 |
| 3,12E-01 | 3,41E+05 | 1,74E+05 | 2,93E+05 | 1,74E+05 | 59,3 |
| 3,16E-01 | 3,49E+05 | 1,51E+05 | 3,14E+05 | 1,76E+05 | 64,3 |
| 4,59E-01 | 4,32E+05 | 2,30E+05 | 3,65E+05 | 1,50E+05 | 57,8 |
| 4,64E-01 | 4,48E+05 | 2,04E+05 | 3,99E+05 | 1,54E+05 | 63 |
| 6,71E-01 | 5,57E+05 | 3,11E+05 | 4,62E+05 | 1,32E+05 | 56 |
| 6,81E-01 | 5,70E+05 | 2,71E+05 | 5,01E+05 | 1,33E+05 | 61,6 |
| 9,86E-01 | 7,01E+05 | 4,08E+05 | 5,70E+05 | 1,13E+05 | 54,4 |
| 1,00E+00 | 7,37E+05 | 3,66E+05 | 6,40E+05 | 1,17E+05 | 60,2 |
| 1,45E+00 | 8,96E+05 | 5,45E+05 | 7,11E+05 | 9,85E+04 | 52,6 |
| 1,47E+00 | 9,41E+05 | 4,87E+05 | 8,05E+05 | 1,02E+05 | 58,8 |
| 2,12E+00 | 1,10E+06 | 6,93E+05 | 8,50E+05 | 8,22E+04 | 50,8 |
| 2,15E+00 | 1,20E+06 | 6,62E+05 | 1,00E+06 | 8,89E+04 | 56,5 |
| 3,12E+00 | 1,35E+06 | 8,93E+05 | 1,01E+06 | 6,89E+04 | 48,6 |
| 3,16E+00 | 1,47E+06 | 8,60E+05 | 1,20E+06 | 7,41E+04 | 54,3 |
| 4,59E+00 | 1,66E+06 | 1,14E+06 | 1,20E+06 | 5,76E+04 | 46,4 |
| 4,64E+00 | 1,79E+06 | 1,10E+06 | 1,42E+06 | 6,16E+04 | 52,2 |
| 6,71E+00 | 2,02E+06 | 1,46E+06 | 1,40E+06 | 4,80E+04 | 44 |
| 6,81E+00 | 2,20E+06 | 1,45E+06 | 1,66E+06 | 5,15E+04 | 48,9 |
| 9,86E+00 | 2,41E+06 | 1,81E+06 | 1,59E+06 | 3,89E+04 | 41,3 |
| 1,00E+01 | 2,68E+06 | 1,87E+06 | 1,92E+06 | 4,26E+04 | 45,7 |
| 1,45E+01 | 2,87E+06 | 2,23E+06 | 1,80E+06 | 3,15E+04 | 39 |
| 2,12E+01 | 3,38E+06 | 2,73E+06 | 2,00E+06 | 2,53E+04 | 36,2 |
| 3,12E+01 | 3,90E+06 | 3,25E+06 | 2,16E+06 | 1,99E+04 | 33,6 |
| 4,59E+01 | 4,48E+06 | 3,84E+06 | 2,30E+06 | 1,56E+04 | 30,9 |
| 4,72E+01 | 3,65E+06 | 2,54E+06 | 2,62E+06 | 1,23E+04 | 45,9 |
| 6,71E+01 | 5,03E+06 | 4,44E+06 | 2,36E+06 | 1,19E+04 | 28 |
| 6,93E+01 | 4,88E+06 | 3,77E+06 | 3,10E+06 | 1,12E+04 | 39,4 |
| 9,86E+01 | 5,59E+06 | 5,07E+06 | 2,37E+06 | 9,03E+03 | 25 |
| 1,01E+02 | 5,95E+06 | 4,89E+06 | 3,39E+06 | 9,33E+03 | 34,8 |
| 1,45E+02 | 6,15E+06 | 5,67E+06 | 2,38E+06 | 6,76E+03 | 22,8 |
| 1,49E+02 | 6,93E+06 | 5,93E+06 | 3,59E+06 | 7,40E+03 | 31,1 |
| 2,12E+02 | 6,76E+06 | 6,37E+06 | 2,26E+06 | 5,06E+03 | 19,5 |
| 2,19E+02 | 7,97E+06 | 7,05E+06 | 3,72E+06 | 5,80E+03 | 27,8 |
| 3,12E+02 | 7,36E+06 | 7,04E+06 | 2,16E+06 | 3,76E+03 | 17 |
| 3,21E+02 | 8,98E+06 | 8,15E+06 | 3,75E+06 | 4,45E+03 | 24,7 |
| 4,72E+02 | 9,93E+06 | 9,23E+06 | 3,66E+06 | 3,35E+03 | 21,6 |
| 6,93E+02 | 1,08E+07 | 1,02E+07 | 3,49E+06 | 2,48E+03 | 18,9 |
| 1,01E+03 | 1,15E+07 | 1,10E+07 | 3,24E+06 | 1,81E+03 | 16,4 |
| 1,49E+03 | 1,22E+07 | 1,18E+07 | 2,90E+06 | 1,30E+03 | 13,8 |
| 2,19E+03 | 1,28E+07 | 1,25E+07 | 2,71E+06 | 9,32E+02 | 12,2 |
| 3,21E+03 | 1,33E+07 | 1,31E+07 | 2,52E+06 | 6,61E+02 | 10,9 |
| 4,72E+03 | 1,38E+07 | 1,36E+07 | 2,20E+06 | 4,66E+02 | 9,17 |
| 6,93E+03 | 1,43E+07 | 1,41E+07 | 2,08E+06 | 3,28E+02 | 8,37 |
| 1,01E+04 | 1,47E+07 | 1,46E+07 | 1,74E+06 | 2,30E+02 | 6,82 |
| 1,49E+04 | 1,50E+07 | 1,49E+07 | 1,63E+06 | 1,60E+02 | 6,24 |
| 2,19E+04 | 1,52E+07 | 1,51E+07 | 1,40E+06 | 1,11E+02 | 5,3 |
| 3,21E+04 | 1,56E+07 | 1,56E+07 | 1,07E+06 | 7,73E+01 | 3,93 |
| 4,72E+04 | 1,58E+07 | 1,57E+07 | 8,73E+05 | 5,32E+01 | 3,18 |

| RTFOT Bitume 70/100 | | | | | |
|---------------------|----------|----------|----------|----------|------|
| f | G* | G' | G'' | Eta* | δ |
| [Hz] | [Pa] | [Pa] | [Pa] | [Pa s] | [°] |
| 6,31E-06 | 3,17E+02 | 2,25E+01 | 3,16E+02 | 8,00E+06 | 85,9 |
| 9,27E-06 | 4,75E+02 | 3,67E+01 | 4,73E+02 | 8,15E+06 | 85,6 |
| 1,36E-05 | 6,96E+02 | 6,71E+01 | 6,92E+02 | 8,16E+06 | 84,5 |
| 1,99E-05 | 1,01E+03 | 1,21E+02 | 1,00E+03 | 8,08E+06 | 83,1 |
| 2,93E-05 | 1,46E+03 | 2,48E+02 | 1,44E+03 | 7,93E+06 | 80,2 |
| 4,30E-05 | 2,08E+03 | 4,05E+02 | 2,04E+03 | 7,70E+06 | 78,8 |
| 6,31E-05 | 2,91E+03 | 6,33E+02 | 2,84E+03 | 7,33E+06 | 77,4 |
| 9,27E-05 | 4,06E+03 | 9,05E+02 | 3,96E+03 | 6,97E+06 | 77,1 |
| 1,22E-04 | 5,00E+03 | 1,08E+03 | 4,88E+03 | 6,50E+06 | 77,5 |
| 1,36E-04 | 5,46E+03 | 1,27E+03 | 5,31E+03 | 6,41E+06 | 76,5 |
| 1,80E-04 | 7,09E+03 | 1,70E+03 | 6,88E+03 | 6,27E+06 | 76,1 |
| 1,99E-04 | 7,68E+03 | 1,95E+03 | 7,43E+03 | 6,13E+06 | 75,3 |
| 2,63E-04 | 9,57E+03 | 2,50E+03 | 9,23E+03 | 5,78E+06 | 74,9 |
| 2,93E-04 | 1,04E+04 | 2,85E+03 | 1,01E+04 | 5,68E+06 | 74,2 |
| 3,87E-04 | 1,32E+04 | 3,75E+03 | 1,26E+04 | 5,42E+06 | 73,5 |
| 4,30E-04 | 1,44E+04 | 4,20E+03 | 1,37E+04 | 5,32E+06 | 73 |
| 5,68E-04 | 1,80E+04 | 5,60E+03 | 1,71E+04 | 5,04E+06 | 71,9 |
| 6,31E-04 | 1,94E+04 | 6,01E+03 | 1,84E+04 | 4,89E+06 | 71,9 |
| 8,34E-04 | 2,43E+04 | 8,13E+03 | 2,29E+04 | 4,63E+06 | 70,5 |
| 9,27E-04 | 2,62E+04 | 8,55E+03 | 2,48E+04 | 4,49E+06 | 70,9 |
| 1,22E-03 | 3,22E+04 | 1,15E+04 | 3,01E+04 | 4,18E+06 | 69,1 |
| 1,36E-03 | 3,50E+04 | 1,21E+04 | 3,28E+04 | 4,10E+06 | 69,7 |
| 1,80E-03 | 4,34E+04 | 1,65E+04 | 4,02E+04 | 3,84E+06 | 67,7 |
| 1,99E-03 | 4,70E+04 | 1,73E+04 | 4,37E+04 | 3,75E+06 | 68,5 |
| 2,63E-03 | 5,72E+04 | 2,28E+04 | 5,25E+04 | 3,46E+06 | 66,5 |
| 2,93E-03 | 6,22E+04 | 2,39E+04 | 5,74E+04 | 3,38E+06 | 67,4 |
| 3,87E-03 | 7,53E+04 | 3,15E+04 | 6,84E+04 | 3,10E+06 | 65,2 |
| 4,30E-03 | 8,18E+04 | 3,38E+04 | 7,45E+04 | 3,03E+06 | 65,6 |
| 5,68E-03 | 9,94E+04 | 4,35E+04 | 8,94E+04 | 2,78E+06 | 64,1 |
| 6,31E-03 | 1,07E+05 | 4,59E+04 | 9,63E+04 | 2,69E+06 | 64,5 |
| 8,34E-03 | 1,31E+05 | 5,99E+04 | 1,17E+05 | 2,50E+06 | 62,8 |
| 1,00E-02 | 1,40E+05 | 6,54E+04 | 1,24E+05 | 2,23E+06 | 62,2 |
| 1,22E-02 | 1,69E+05 | 7,97E+04 | 1,49E+05 | 2,20E+06 | 61,9 |
| 1,47E-02 | 1,77E+05 | 8,65E+04 | 1,54E+05 | 1,91E+06 | 60,7 |
| 1,80E-02 | 2,15E+05 | 1,04E+05 | 1,88E+05 | 1,90E+06 | 60,9 |
| 2,15E-02 | 2,40E+05 | 1,24E+05 | 2,05E+05 | 1,78E+06 | 58,9 |
| 2,63E-02 | 2,75E+05 | 1,40E+05 | 2,37E+05 | 1,66E+06 | 59,4 |
| 3,16E-02 | 3,09E+05 | 1,68E+05 | 2,61E+05 | 1,56E+06 | 57,5 |
| 3,87E-02 | 3,53E+05 | 1,88E+05 | 2,99E+05 | 1,45E+06 | 57,9 |
| 4,64E-02 | 3,97E+05 | 2,20E+05 | 3,30E+05 | 1,36E+06 | 56,3 |
| 5,68E-02 | 4,46E+05 | 2,45E+05 | 3,72E+05 | 1,25E+06 | 56,7 |
| 6,81E-02 | 4,95E+05 | 2,86E+05 | 4,04E+05 | 1,16E+06 | 54,7 |
| 8,34E-02 | 5,56E+05 | 3,21E+05 | 4,54E+05 | 1,06E+06 | 54,7 |
| 1,00E-01 | 6,16E+05 | 3,67E+05 | 4,94E+05 | 9,80E+05 | 53,4 |
| 1,22E-01 | 6,78E+05 | 4,07E+05 | 5,43E+05 | 8,81E+05 | 53,1 |
| 1,47E-01 | 7,86E+05 | 4,86E+05 | 6,17E+05 | 8,51E+05 | 51,8 |
| 2,15E-01 | 9,94E+05 | 6,35E+05 | 7,65E+05 | 7,36E+05 | 50,3 |
| 3,16E-01 | 1,23E+06 | 8,13E+05 | 9,27E+05 | 6,21E+05 | 48,7 |
| 3,76E-01 | 1,44E+06 | 1,04E+06 | 9,96E+05 | 6,10E+05 | 43,7 |
| 4,64E-01 | 1,53E+06 | 1,04E+06 | 1,12E+06 | 5,23E+05 | 47,1 |
| 5,53E-01 | 1,74E+06 | 1,30E+06 | 1,16E+06 | 5,00E+05 | 41,7 |
| 6,81E-01 | 1,85E+06 | 1,29E+06 | 1,32E+06 | 4,32E+05 | 45,6 |
| 8,09E-01 | 2,06E+06 | 1,59E+06 | 1,30E+06 | 4,04E+05 | 39,2 |
| 1,00E+00 | 2,19E+06 | 1,58E+06 | 1,52E+06 | 3,49E+05 | 43,8 |
| 1,19E+00 | 2,39E+06 | 1,90E+06 | 1,44E+06 | 3,19E+05 | 37,1 |
| 1,47E+00 | 2,56E+06 | 1,90E+06 | 1,71E+06 | 2,77E+05 | 42,1 |
| 1,75E+00 | 2,78E+06 | 2,29E+06 | 1,58E+06 | 2,54E+05 | 34,6 |
| 2,15E+00 | 3,14E+06 | 2,41E+06 | 2,02E+06 | 2,33E+05 | 40 |
| 2,56E+00 | 3,19E+06 | 2,68E+06 | 1,73E+06 | 1,98E+05 | 32,8 |
| 3,16E+00 | 3,82E+06 | 3,02E+06 | 2,34E+06 | 1,92E+05 | 37,7 |
| 3,76E+00 | 3,63E+06 | 3,13E+06 | 1,84E+06 | 1,54E+05 | 30,5 |
| 4,64E+00 | 4,25E+06 | 3,45E+06 | 2,47E+06 | 1,46E+05 | 35,6 |
| 5,53E+00 | 4,11E+06 | 3,62E+06 | 1,94E+06 | 1,18E+05 | 28,2 |
| 6,11E+00 | 4,13E+06 | 3,56E+06 | 2,09E+06 | 1,08E+05 | 30,4 |
| 6,81E+00 | 4,96E+06 | 4,18E+06 | 2,68E+06 | 1,16E+05 | 32,7 |
| 8,09E+00 | 4,61E+06 | 4,14E+06 | 2,04E+06 | 9,07E+04 | 26,2 |
| 8,98E+00 | 4,86E+06 | 4,33E+06 | 2,19E+06 | 8,61E+04 | 26,8 |
| 1,00E+01 | 5,79E+06 | 5,03E+06 | 2,89E+06 | 9,22E+04 | 29,9 |
| 1,19E+01 | 5,19E+06 | 4,75E+06 | 2,09E+06 | 6,94E+04 | 23,7 |
| 1,31E+01 | 5,43E+06 | 4,97E+06 | 2,18E+06 | 6,58E+04 | 23,6 |
| 1,75E+01 | 5,76E+06 | 5,34E+06 | 2,15E+06 | 5,25E+04 | 21,9 |
| 1,93E+01 | 5,99E+06 | 5,57E+06 | 2,20E+06 | 4,94E+04 | 21,6 |
| 2,56E+01 | 6,07E+06 | 5,70E+06 | 2,07E+06 | 3,77E+04 | 20 |
| 2,83E+01 | 6,41E+06 | 6,08E+06 | 2,04E+06 | 3,60E+04 | 18,5 |
| 3,76E+01 | 6,57E+06 | 6,24E+06 | 2,06E+06 | 2,78E+04 | 18,3 |
| 4,16E+01 | 6,92E+06 | 6,64E+06 | 1,95E+06 | 2,65E+04 | 16,3 |
| 5,53E+01 | 7,05E+06 | 6,75E+06 | 2,03E+06 | 2,03E+04 | 16,7 |
| 6,11E+01 | 7,40E+06 | 7,16E+06 | 1,89E+06 | 1,93E+04 | 14,8 |
| 8,09E+01 | 7,47E+06 | 7,24E+06 | 1,87E+06 | 1,47E+04 | 14,5 |
| 8,98E+01 | 7,88E+06 | 7,66E+06 | 1,85E+06 | 1,40E+04 | 13,6 |
| 1,19E+02 | 7,82E+06 | 7,62E+06 | 1,75E+06 | 1,05E+04 | 12,9 |
| 1,31E+02 | 8,13E+06 | 7,96E+06 | 1,65E+06 | 9,85E+03 | 11,7 |
| 1,75E+02 | 8,22E+06 | 8,04E+06 | 1,70E+06 | 7,49E+03 | 11,9 |
| 1,93E+02 | 8,57E+06 | 8,42E+06 | 1,60E+06 | 7,07E+03 | 10,8 |
| 2,56E+02 | 8,53E+06 | 8,41E+06 | 1,44E+06 | 5,30E+03 | 9,74 |
| 2,83E+02 | 8,83E+06 | 8,72E+06 | 1,37E+06 | 4,96E+03 | 8,91 |
| 3,76E+02 | 9,05E+06 | 8,95E+06 | 1,30E+06 | 3,82E+03 | 8,23 |
| 4,16E+02 | 9,29E+06 | 9,19E+06 | 1,37E+06 | 3,56E+03 | 8,48 |
| 6,11E+02 | 9,47E+06 | 9,38E+06 | 1,29E+06 | 2,47E+03 | 7,85 |
| 8,98E+02 | 9,69E+06 | 9,62E+06 | 1,16E+06 | 1,72E+03 | 6,9 |
| 1,31E+03 | 9,97E+06 | 9,91E+06 | 1,07E+06 | 1,21E+03 | 6,17 |
| 1,93E+03 | 1,01E+07 | 1,01E+07 | 9,62E+05 | 8,36E+02 | 5,44 |
| 2,83E+03 | 1,03E+07 | 1,03E+07 | 8,37E+05 | 5,79E+02 | 4,66 |
| 4,16E+03 | 1,05E+07 | 1,05E+07 | 6,10E+05 | 4,01E+02 | 3,34 |
| 6,11E+03 | 1,06E+07 | 1,06E+07 | 5,14E+05 | 2,77E+02 | 2,77 |

| Hard M | | | | | |
|----------|----------|----------|----------|----------|--------|
| f | G* | G' | G'' | Eta* | δ |
| [Hz] | [Pa] | [Pa] | [Pa] | [Pa s] | [°] |
| 7,40E-06 | 4,69E+02 | 3,64E+02 | 2,97E+02 | 1,01E+07 | 39,199 |
| 1,09E-05 | 5,48E+02 | 4,07E+02 | 3,67E+02 | 8,02E+06 | 42,003 |
| 1,59E-05 | 6,53E+02 | 4,63E+02 | 4,61E+02 | 6,54E+06 | 44,927 |
| 2,34E-05 | 7,89E+02 | 5,25E+02 | 5,89E+02 | 5,37E+06 | 48,279 |
| 3,43E-05 | 9,70E+02 | 6,01E+02 | 7,61E+02 | 4,50E+06 | 51,721 |
| 5,04E-05 | 1,22E+03 | 7,03E+02 | 9,95E+02 | 3,85E+06 | 54,749 |
| 7,40E-05 | 1,56E+03 | 8,60E+02 | 1,30E+03 | 3,35E+06 | 56,484 |
| 1,09E-04 | 2,04E+03 | 1,11E+03 | 1,72E+03 | 2,99E+06 | 57,274 |
| 1,57E-04 | 2,71E+03 | 1,49E+03 | 2,26E+03 | 2,75E+06 | 56,659 |
| 1,59E-04 | 2,69E+03 | 1,41E+03 | 2,30E+03 | 2,69E+06 | 58,497 |
| 2,30E-04 | 3,44E+03 | 1,79E+03 | 2,94E+03 | 2,38E+06 | 58,68 |
| 2,34E-04 | 3,43E+03 | 1,70E+03 | 2,98E+03 | 2,33E+06 | 60,298 |
| 3,37E-04 | 4,37E+03 | 2,21E+03 | 3,76E+03 | 2,06E+06 | 59,573 |
| 3,43E-04 | 4,42E+03 | 2,09E+03 | 3,90E+03 | 2,05E+06 | 61,849 |
| 4,95E-04 | 5,57E+03 | 2,76E+03 | 4,85E+03 | 1,79E+06 | 60,351 |
| 5,04E-04 | 5,67E+03 | 2,59E+03 | 5,04E+03 | 1,79E+06 | 62,814 |
| 7,27E-04 | 7,35E+03 | 3,55E+03 | 6,43E+03 | 1,61E+06 | 61,087 |
| 7,40E-04 | 7,58E+03 | 3,39E+03 | 6,77E+03 | 1,63E+06 | 63,381 |
| 1,07E-03 | 9,44E+03 | 4,56E+03 | 8,27E+03 | 1,41E+06 | 61,146 |
| 1,09E-03 | 9,82E+03 | 4,36E+03 | 8,80E+03 | 1,44E+06 | 63,619 |
| 1,57E-03 | 1,23E+04 | 5,95E+03 | 1,08E+04 | 1,25E+06 | 61,105 |
| 1,59E-03 | 1,28E+04 | 5,72E+03 | 1,15E+04 | 1,28E+06 | 63,478 |
| 2,30E-03 | 1,60E+04 | 7,79E+03 | 1,39E+04 | 1,10E+06 | 60,787 |
| 2,34E-03 | 1,66E+04 | 7,46E+03 | 1,49E+04 | 1,13E+06 | 63,358 |
| 3,37E-03 | 2,07E+04 | 1,02E+04 | 1,80E+04 | 9,76E+05 | 60,491 |
| 3,43E-03 | 2,20E+04 | 9,91E+03 | 1,96E+04 | 1,02E+06 | 63,21 |
| 4,95E-03 | 2,65E+04 | 1,31E+04 | 2,30E+04 | 8,51E+05 | 60,297 |
| 5,04E-03 | 2,83E+04 | 1,32E+04 | 2,50E+04 | 8,93E+05 | 62,17 |
| 7,27E-03 | 3,40E+04 | 1,70E+04 | 2,95E+04 | 7,44E+05 | 60,079 |
| 7,40E-03 | 3,65E+04 | 1,73E+04 | 3,22E+04 | 7,86E+05 | 61,81 |
| 1,00E-02 | 4,22E+04 | 2,25E+04 | 3,58E+04 | 6,72E+05 | 57,882 |
| 1,07E-02 | 4,37E+04 | 2,19E+04 | 3,78E+04 | 6,51E+05 | 59,917 |
| 1,47E-02 | 5,39E+04 | 2,78E+04 | 4,61E+04 | 5,83E+05 | 58,92 |
| 1,57E-02 | 5,59E+04 | 2,79E+04 | 4,84E+04 | 5,68E+05 | 60,065 |
| 2,15E-02 | 6,86E+04 | 3,50E+04 | 5,90E+04 | 5,08E+05 | 59,32 |
| 2,30E-02 | 7,21E+04 | 3,58E+04 | 6,26E+04 | 4,98E+05 | 60,227 |
| 3,16E-02 | 8,91E+04 | 4,52E+04 | 7,68E+04 | 4,49E+05 | 59,513 |
| 3,37E-02 | 9,40E+04 | 4,68E+04 | 8,15E+04 | 4,44E+05 | 60,125 |
| 4,64E-02 | 1,14E+05 | 5,76E+04 | 9,82E+04 | 3,90E+05 | 59,599 |
| 4,95E-02 | 1,22E+05 | 6,06E+04 | 1,05E+05 | 3,91E+05 | 60,079 |
| 6,81E-02 | 1,48E+05 | 7,55E+04 | 1,27E+05 | 3,45E+05 | 59,203 |
| 7,27E-02 | 1,56E+05 | 7,77E+04 | 1,35E+05 | 3,42E+05 | 60,159 |
| 1,00E-01 | 1,89E+05 | 9,66E+04 | 1,63E+05 | 3,01E+05 | 59,322 |
| 1,07E-01 | 1,98E+05 | 1,01E+05 | 1,71E+05 | 2,96E+05 | 59,447 |
| 1,47E-01 | 2,49E+05 | 1,28E+05 | 2,13E+05 | 2,69E+05 | 58,888 |
| 1,57E-01 | 2,52E+05 | 1,30E+05 | 2,15E+05 | 2,56E+05 | 58,902 |
| 2,15E-01 | 3,14E+05 | 1,63E+05 | 2,68E+05 | 2,32E+05 | 58,657 |
| 3,16E-01 | 4,09E+05 | 2,18E+05 | 3,46E+05 | 2,06E+05 | 57,824 |
| 4,64E-01 | 5,20E+05 | 2,83E+05 | 4,37E+05 | 1,78E+05 | 57,077 |
| 6,81E-01 | 6,64E+05 | 3,71E+05 | 5,50E+05 | 1,55E+05 | 55,989 |
| 7,62E-01 | 7,08E+05 | 3,98E+05 | 5,85E+05 | 1,48E+05 | 55,805 |
| 1,00E+00 | 8,49E+05 | 4,88E+05 | 6,95E+05 | 1,35E+05 | 54,892 |
| 1,12E+00 | 8,96E+05 | 5,22E+05 | 7,29E+05 | 1,27E+05 | 54,383 |
| 1,47E+00 | 1,07E+06 | 6,36E+05 | 8,59E+05 | 1,16E+05 | 53,49 |
| 1,64E+00 | 1,16E+06 | 6,98E+05 | 9,20E+05 | 1,12E+05 | 52,818 |
| 2,15E+00 | 1,34E+06 | 8,32E+05 | 1,05E+06 | 9,92E+04 | 51,623 |
| 2,41E+00 | 1,45E+06 | 9,21E+05 | 1,12E+06 | 9,59E+04 | 50,556 |
| 3,16E+00 | 1,69E+06 | 1,10E+06 | 1,28E+06 | 8,52E+04 | 49,291 |
| 3,53E+00 | 1,80E+06 | 1,19E+06 | 1,35E+06 | 8,09E+04 | 48,473 |
| 4,64E+00 | 2,06E+06 | 1,40E+06 | 1,51E+06 | 7,08E+04 | 47,22 |
| 5,19E+00 | 2,19E+06 | 1,52E+06 | 1,58E+06 | 6,73E+04 | 46,022 |
| 6,81E+00 | 2,49E+06 | 1,78E+06 | 1,74E+06 | 5,81E+04 | 44,281 |
| 7,62E+00 | 2,70E+06 | 1,96E+06 | 1,85E+06 | 5,63E+04 | 43,376 |
| 1,00E+01 | 3,02E+06 | 2,27E+06 | 1,99E+06 | 4,81E+04 | 41,183 |
| 1,12E+01 | 3,23E+06 | 2,46E+06 | 2,10E+06 | 4,59E+04 | 40,516 |
| 1,23E+01 | 3,24E+06 | 2,62E+06 | 1,92E+06 | 4,19E+04 | 36,216 |
| 1,64E+01 | 3,81E+06 | 3,02E+06 | 2,32E+06 | 3,70E+04 | 37,556 |
| 1,81E+01 | 3,75E+06 | 3,14E+06 | 2,05E+06 | 3,30E+04 | 33,117 |
| 2,41E+01 | 4,39E+06 | 3,59E+06 | 2,54E+06 | 2,90E+04 | 35,276 |
| 2,65E+01 | 4,21E+06 | 3,62E+06 | 2,14E+06 | 2,53E+04 | 30,512 |
| 3,53E+01 | 5,08E+06 | 4,30E+06 | 2,70E+06 | 2,29E+04 | 32,096 |
| 3,89E+01 | 4,74E+06 | 4,22E+06 | 2,14E+06 | 1,94E+04 | 26,895 |
| 5,19E+01 | 5,81E+06 | 5,06E+06 | 2,87E+06 | 1,78E+04 | 29,551 |
| 5,72E+01 | 5,30E+06 | 4,81E+06 | 2,21E+06 | 1,47E+04 | 24,683 |
| 7,62E+01 | 6,51E+06 | 5,84E+06 | 2,89E+06 | 1,36E+04 | 26,351 |
| 8,39E+01 | 5,79E+06 | 5,37E+06 | 2,16E+06 | 1,10E+04 | 21,909 |
| 1,12E+02 | 7,22E+06 | 6,60E+06 | 2,92E+06 | 1,03E+04 | 23,863 |
| 1,23E+02 | 6,31E+06 | 5,96E+06 | 2,06E+06 | 8,14E+03 | 19,071 |
| 1,64E+02 | 7,89E+06 | 7,36E+06 | 2,86E+06 | 7,67E+03 | 21,265 |
| 1,81E+02 | 6,86E+06 | 6,55E+06 | 2,03E+06 | 6,03E+03 | 17,204 |
| 2,41E+02 | 8,50E+06 | 8,04E+06 | 2,74E+06 | 5,62E+03 | 18,783 |
| 2,65E+02 | 7,22E+06 | 6,95E+06 | 1,93E+06 | 4,33E+03 | 15,493 |
| 3,53E+02 | 8,96E+06 | 8,59E+06 | 2,55E+06 | 4,04E+03 | 16,498 |
| 3,89E+02 | 7,67E+06 | 7,45E+06 | 1,83E+06 | 3,14E+03 | 13,801 |
| 5,19E+02 | 9,65E+06 | 9,37E+06 | 2,31E+06 | 2,96E+03 | 13,882 |
| 5,72E+02 | 8,04E+06 | 7,88E+06 | 1,63E+06 | 2,24E+03 | 11,708 |
| 7,62E+02 | 1,03E+07 | 1,01E+07 | 2,08E+06 | 2,16E+03 | 11,618 |
| 8,39E+02 | 8,39E+06 | 8,24E+06 | 1,59E+06 | 1,59E+03 | 10,902 |
| 1,23E+03 | 8,74E+06 | 8,62E+06 | 1,41E+06 | 1,13E+03 | 9,302 |
| 1,81E+03 | 9,09E+06 | 8,99E+06 | 1,35E+06 | 7,98E+02 | 8,566 |
| 2,65E+03 | 9,25E+06 | 9,18E+06 | 1,16E+06 | 5,56E+02 | 7,214 |
| 3,89E+03 | 9,51E+06 | 9,44E+06 | 1,13E+06 | 3,89E+02 | 6,795 |
| 5,72E+03 | 9,71E+06 | 9,66E+06 | 1,00E+06 | 2,70E+02 | 5,917 |
| 8,39E+03 | 1,00E+07 | 9,97E+06 | 8,02E+05 | 1,90E+02 | 4,599 |
| 1,23E+04 | 1,01E+07 | 1,01E+07 | 6,10E+05 | 1,30E+02 | 3,47 |

| RTFOT Hard M | | | | | |
|--------------|----------|----------|----------|----------|------|
| f | G* | G' | G'' | Eta* | δ |
| [Hz] | [Pa] | [Pa] | [Pa] | [Pa s] | [°] |
| 1,64E-06 | 9,78E+02 | 4,17E+02 | 8,85E+02 | 9,50E+07 | 64,8 |
| 2,41E-06 | 1,30E+03 | 5,64E+02 | 1,17E+03 | 8,56E+07 | 64,2 |
| 3,52E-06 | 1,69E+03 | 7,41E+02 | 1,52E+03 | 7,65E+07 | 64,1 |
| 5,18E-06 | 2,20E+03 | 9,92E+02 | 1,96E+03 | 6,76E+07 | 63,2 |
| 7,60E-06 | 2,90E+03 | 1,34E+03 | 2,57E+03 | 6,07E+07 | 62,4 |
| 1,12E-05 | 3,68E+03 | 1,76E+03 | 3,24E+03 | 5,25E+07 | 61,5 |
| 1,64E-05 | 4,70E+03 | 2,29E+03 | 4,11E+03 | 4,57E+07 | 60,9 |
| 2,41E-05 | 6,01E+03 | 2,98E+03 | 5,23E+03 | 3,97E+07 | 60,3 |
| 3,52E-05 | 7,67E+03 | 3,82E+03 | 6,65E+03 | 3,47E+07 | 60,1 |
| 5,18E-05 | 9,75E+03 | 4,87E+03 | 8,45E+03 | 3,00E+07 | 60 |
| 7,50E-05 | 1,25E+04 | 7,08E+03 | 1,04E+04 | 2,66E+07 | 55,7 |
| 7,60E-05 | 1,27E+04 | 6,33E+03 | 1,10E+04 | 2,65E+07 | 60 |
| 1,10E-04 | 1,58E+04 | 8,62E+03 | 1,32E+04 | 2,28E+07 | 56,9 |
| 1,12E-04 | 1,61E+04 | 8,05E+03 | 1,40E+04 | 2,30E+07 | 60,1 |
| 1,61E-04 | 2,00E+04 | 1,08E+04 | 1,69E+04 | 1,98E+07 | 57,3 |
| 1,64E-04 | 2,06E+04 | 1,02E+04 | 1,79E+04 | 2,00E+07 | 60,4 |
| 2,37E-04 | 2,58E+04 | 1,38E+04 | 2,18E+04 | 1,73E+07 | 57,6 |
| 2,41E-04 | 2,67E+04 | 1,30E+04 | 2,33E+04 | 1,76E+07 | 60,8 |
| 3,48E-04 | 3,34E+04 | 1,77E+04 | 2,83E+04 | 1,53E+07 | 58 |
| 3,52E-04 | 3,45E+04 | 1,68E+04 | 3,01E+04 | 1,56E+07 | 60,8 |
| 5,11E-04 | 4,29E+04 | 2,27E+04 | 3,65E+04 | 1,34E+07 | 58,2 |
| 5,18E-04 | 4,46E+04 | 2,17E+04 | 3,89E+04 | 1,37E+07 | 60,8 |
| 7,50E-04 | 5,46E+04 | 2,87E+04 | 4,65E+04 | 1,16E+07 | 58,3 |
| 7,60E-04 | 5,71E+04 | 2,78E+04 | 4,99E+04 | 1,20E+07 | 60,9 |
| 1,10E-03 | 7,05E+04 | 3,70E+04 | 6,00E+04 | 1,02E+07 | 58,3 |
| 1,12E-03 | 7,39E+04 | 3,67E+04 | 6,41E+04 | 1,05E+07 | 60,2 |
| 1,61E-03 | 8,91E+04 | 4,68E+04 | 7,59E+04 | 8,80E+06 | 58,3 |
| 1,64E-03 | 9,49E+04 | 4,80E+04 | 8,19E+04 | 9,21E+06 | 59,6 |
| 2,37E-03 | 1,12E+05 | 5,91E+04 | 9,55E+04 | 7,54E+06 | 58,3 |
| 3,48E-03 | 1,42E+05 | 7,53E+04 | 1,21E+05 | 6,51E+06 | 58,1 |
| 5,11E-03 | 1,81E+05 | 9,66E+04 | 1,53E+05 | 5,64E+06 | 57,8 |
| 7,50E-03 | 2,32E+05 | 1,25E+05 | 1,95E+05 | 4,91E+06 | 57,5 |
| 1,00E-02 | 2,52E+05 | 1,41E+05 | 2,09E+05 | 4,01E+06 | 56 |
| 1,10E-02 | 2,93E+05 | 1,60E+05 | 2,46E+05 | 4,24E+06 | 57 |
| 1,47E-02 | 3,21E+05 | 1,83E+05 | 2,63E+05 | 3,47E+06 | 55,2 |
| 1,61E-02 | 3,68E+05 | 2,05E+05 | 3,05E+05 | 3,63E+06 | 56,2 |
| 2,15E-02 | 4,12E+05 | 2,37E+05 | 3,36E+05 | 3,05E+06 | 54,8 |
| 2,37E-02 | 4,56E+05 | 2,60E+05 | 3,74E+05 | 3,06E+06 | 55,3 |
| 3,16E-02 | 5,30E+05 | 3,13E+05 | 4,27E+05 | 2,67E+06 | 53,8 |
| 3,48E-02 | 5,56E+05 | 3,22E+05 | 4,53E+05 | 2,54E+06 | 54,5 |
| 4,64E-02 | 6,65E+05 | 4,03E+05 | 5,29E+05 | 2,28E+06 | 52,7 |
| 5,11E-02 | 6,68E+05 | 4,02E+05 | 5,33E+05 | 2,08E+06 | 53 |
| 6,81E-02 | 8,37E+05 | 5,25E+05 | 6,52E+05 | 1,96E+06 | 51,2 |
| 7,50E-02 | 8,03E+05 | 4,98E+05 | 6,30E+05 | 1,70E+06 | 51,7 |
| 1,00E-01 | 1,04E+06 | 6,75E+05 | 7,97E+05 | 1,66E+06 | 49,8 |
| 1,47E-01 | 1,29E+06 | 8,60E+05 | 9,63E+05 | 1,40E+06 | 48,2 |
| 2,15E-01 | 1,58E+06 | 1,09E+06 | 1,15E+06 | 1,17E+06 | 46,6 |
| 3,16E-01 | 1,93E+06 | 1,38E+06 | 1,36E+06 | 9,72E+05 | 44,6 |
| 4,64E-01 | 2,33E+06 | 1,71E+06 | 1,58E+06 | 7,98E+05 | 42,7 |
| 6,81E-01 | 2,76E+06 | 2,10E+06 | 1,80E+06 | 6,46E+05 | 40,5 |
| 8,03E-01 | 3,12E+06 | 2,56E+06 | 1,80E+06 | 6,20E+05 | 35,2 |
| 1,00E+00 | 3,31E+06 | 2,61E+06 | 2,04E+06 | 5,27E+05 | 38,1 |
| 1,18E+00 | 3,55E+06 | 2,99E+06 | 1,91E+06 | 4,79E+05 | 32,5 |
| 1,47E+00 | 3,86E+06 | 3,11E+06 | 2,28E+06 | 4,18E+05 | 36,2 |
| 1,73E+00 | 4,00E+06 | 3,46E+06 | 2,00E+06 | 3,69E+05 | 30 |
| 2,15E+00 | 4,49E+06 | 3,74E+06 | 2,47E+06 | 3,32E+05 | 33,4 |
| 2,54E+00 | 4,58E+06 | 4,07E+06 | 2,10E+06 | 2,88E+05 | 27,3 |
| 3,16E+00 | 5,18E+06 | 4,46E+06 | 2,64E+06 | 2,61E+05 | 30,6 |
| 3,72E+00 | 5,16E+06 | 4,67E+06 | 2,20E+06 | 2,21E+05 | 25,2 |
| 4,64E+00 | 5,84E+06 | 5,15E+06 | 2,76E+06 | 2,00E+05 | 28,2 |
| 5,47E+00 | 5,63E+06 | 5,20E+06 | 2,17E+06 | 1,64E+05 | 22,6 |
| 6,81E+00 | 6,53E+06 | 5,93E+06 | 2,75E+06 | 1,53E+05 | 24,9 |
| 8,03E+00 | 6,01E+06 | 5,63E+06 | 2,09E+06 | 1,19E+05 | 20,4 |
| 1,00E+01 | 7,32E+06 | 6,79E+06 | 2,74E+06 | 1,17E+05 | 21,9 |
| 1,18E+01 | 6,61E+06 | 6,26E+06 | 2,13E+06 | 8,92E+04 | 18,8 |
| 1,73E+01 | 7,16E+06 | 6,87E+06 | 2,02E+06 | 6,60E+04 | 16,4 |
| 2,54E+01 | 7,50E+06 | 7,24E+06 | 1,93E+06 | 4,71E+04 | 14,9 |
| 3,72E+01 | 7,79E+06 | 7,59E+06 | 1,77E+06 | 3,33E+04 | 13,1 |
| 3,75E+01 | 7,65E+06 | 7,45E+06 | 1,75E+06 | 3,24E+04 | 13,2 |
| 5,47E+01 | 8,27E+06 | 8,11E+06 | 1,65E+06 | 2,41E+04 | 11,5 |
| 5,52E+01 | 8,25E+06 | 8,07E+06 | 1,68E+06 | 2,38E+04 | 11,8 |
| 8,03E+01 | 8,79E+06 | 8,64E+06 | 1,60E+06 | 1,74E+04 | 10,5 |
| 8,07E+01 | 8,65E+06 | 8,53E+06 | 1,43E+06 | 1,71E+04 | 9,52 |
| 1,18E+02 | 9,05E+06 | 8,93E+06 | 1,49E+06 | 1,22E+04 | 9,46 |
| 1,19E+02 | 9,01E+06 | 8,92E+06 | 1,28E+06 | 1,21E+04 | 8,15 |
| 1,73E+02 | 9,22E+06 | 9,13E+06 | 1,31E+06 | 8,51E+03 | 8,13 |
| 1,74E+02 | 9,43E+06 | 9,35E+06 | 1,27E+06 | 8,62E+03 | 7,74 |
| 2,54E+02 | 9,58E+06 | 9,50E+06 | 1,24E+06 | 6,01E+03 | 7,43 |
| 2,56E+02 | 9,67E+06 | 9,60E+06 | 1,17E+06 | 6,02E+03 | 6,92 |
| 3,72E+02 | 9,99E+06 | 9,92E+06 | 1,12E+06 | 4,27E+03 | 6,43 |
| 3,75E+02 | 9,98E+06 | 9,92E+06 | 1,09E+06 | 4,23E+03 | 6,26 |
| 5,47E+02 | 1,01E+07 | 1,00E+07 | 8,41E+05 | 2,93E+03 | 4,8 |
| 5,52E+02 | 1,00E+07 | 9,98E+06 | 9,05E+05 | 2,89E+03 | 5,18 |
| 8,03E+02 | 1,02E+07 | 1,02E+07 | 6,86E+05 | 2,02E+03 | 3,86 |
| 8,07E+02 | 1,01E+07 | 1,00E+07 | 8,43E+05 | 1,99E+03 | 4,8 |
| 1,19E+03 | 1,02E+07 | 1,02E+07 | 6,88E+05 | 1,37E+03 | 3,86 |
| 1,74E+03 | 1,04E+07 | 1,04E+07 | 7,42E+05 | 9,48E+02 | 4,1 |
| 2,56E+03 | 1,05E+07 | 1,05E+07 | 6,82E+05 | 6,53E+02 | 3,73 |
| 3,75E+03 | 1,07E+07 | 1,07E+07 | 5,70E+05 | 4,54E+02 | 3,06 |
| 5,52E+03 | 1,07E+07 | 1,07E+07 | 5,34E+05 | 3,10E+02 | 2,85 |
| 8,07E+03 | 1,08E+07 | 1,08E+07 | 5,07E+05 | 2,13E+02 | 2,69 |
| 1,19E+04 | 1,10E+07 | 1,10E+07 | 4,63E+05 | 1,47E+02 | 2,42 |
| 1,74E+04 | 1,10E+07 | 1,09E+07 | 4,40E+05 | 1,00E+02 | 2,3 |
| 2,56E+04 | 1,11E+07 | 1,11E+07 | 1,99E+05 | 6,90E+01 | 1,03 |
| 3,75E+04 | 1,12E+07 | 1,12E+07 | 9,15E+04 | 4,73E+01 | 0,47 |

| Lowval | | | | | |
|----------|----------|----------|----------|----------|------|
| f | G* | G' | G'' | Eta* | δ |
| [Hz] | [Pa] | [Pa] | [Pa] | [Pa s] | [°] |
| 9,58E-06 | 1,18E+03 | 9,89E+02 | 6,46E+02 | 1,96E+07 | 33,2 |
| 1,41E-05 | 1,37E+03 | 1,11E+03 | 7,94E+02 | 1,55E+07 | 35,5 |
| 2,06E-05 | 1,59E+03 | 1,25E+03 | 9,82E+02 | 1,23E+07 | 38,1 |
| 3,03E-05 | 1,88E+03 | 1,43E+03 | 1,23E+03 | 9,90E+06 | 40,6 |
| 4,44E-05 | 2,26E+03 | 1,64E+03 | 1,55E+03 | 8,08E+06 | 43,5 |
| 6,52E-05 | 2,71E+03 | 1,89E+03 | 1,94E+03 | 6,61E+06 | 45,7 |
| 9,58E-05 | 3,36E+03 | 2,25E+03 | 2,50E+03 | 5,59E+06 | 47,9 |
| 1,41E-04 | 4,05E+03 | 2,62E+03 | 3,08E+03 | 4,57E+06 | 49,7 |
| 2,06E-04 | 4,98E+03 | 3,10E+03 | 3,90E+03 | 3,85E+06 | 51,6 |
| 2,08E-04 | 5,26E+03 | 3,63E+03 | 3,82E+03 | 4,02E+06 | 46,5 |
| 3,03E-04 | 6,19E+03 | 3,72E+03 | 4,95E+03 | 3,26E+06 | 53 |
| 3,06E-04 | 6,45E+03 | 4,27E+03 | 4,83E+03 | 3,35E+06 | 48,5 |
| 4,44E-04 | 7,80E+03 | 4,56E+03 | 6,33E+03 | 2,79E+06 | 54,2 |
| 4,48E-04 | 7,98E+03 | 5,12E+03 | 6,12E+03 | 2,84E+06 | 50,1 |
| 6,52E-04 | 9,83E+03 | 5,60E+03 | 8,08E+03 | 2,40E+06 | 55,3 |
| 6,58E-04 | 9,78E+03 | 6,09E+03 | 7,65E+03 | 2,37E+06 | 51,5 |
| 9,58E-04 | 1,23E+04 | 6,82E+03 | 1,03E+04 | 2,05E+06 | 56,3 |
| 9,66E-04 | 1,24E+04 | 7,52E+03 | 9,84E+03 | 2,04E+06 | 52,6 |
| 1,41E-03 | 1,58E+04 | 8,52E+03 | 1,33E+04 | 1,78E+06 | 57,3 |
| 1,42E-03 | 1,54E+04 | 9,13E+03 | 1,24E+04 | 1,73E+06 | 53,6 |
| 2,06E-03 | 1,98E+04 | 1,05E+04 | 1,67E+04 | 1,53E+06 | 57,9 |
| 2,08E-03 | 1,94E+04 | 1,13E+04 | 1,58E+04 | 1,48E+06 | 54,5 |
| 3,03E-03 | 2,54E+04 | 1,33E+04 | 2,16E+04 | 1,33E+06 | 58,3 |
| 3,06E-03 | 2,45E+04 | 1,40E+04 | 2,01E+04 | 1,28E+06 | 55,2 |
| 4,44E-03 | 3,25E+04 | 1,67E+04 | 2,79E+04 | 1,16E+06 | 59 |
| 4,48E-03 | 3,10E+04 | 1,74E+04 | 2,57E+04 | 1,10E+06 | 56 |
| 6,52E-03 | 4,17E+04 | 2,15E+04 | 3,57E+04 | 1,02E+06 | 59 |
| 6,58E-03 | 3,93E+04 | 2,15E+04 | 3,29E+04 | 9,51E+05 | 56,8 |
| 9,58E-03 | 5,27E+04 | 2,69E+04 | 4,53E+04 | 8,76E+05 | 59,2 |
| 9,66E-03 | 4,98E+04 | 2,67E+04 | 4,20E+04 | 8,20E+05 | 57,6 |
| 1,00E-02 | 5,26E+04 | 3,40E+04 | 4,01E+04 | 8,37E+05 | 49,7 |
| 1,42E-02 | 6,32E+04 | 3,32E+04 | 5,37E+04 | 7,09E+05 | 58,3 |
| 1,47E-02 | 6,53E+04 | 4,14E+04 | 5,06E+04 | 7,07E+05 | 50,7 |
| 2,08E-02 | 8,09E+04 | 4,16E+04 | 6,94E+04 | 6,19E+05 | 59 |
| 2,15E-02 | 8,25E+04 | 5,16E+04 | 6,44E+04 | 6,11E+05 | 51,3 |
| 3,06E-02 | 1,05E+05 | 5,28E+04 | 9,06E+04 | 5,45E+05 | 59,8 |
| 3,16E-02 | 1,05E+05 | 6,40E+04 | 8,37E+04 | 5,31E+05 | 52,6 |
| 4,48E-02 | 1,35E+05 | 6,72E+04 | 1,17E+05 | 4,79E+05 | 60,1 |
| 4,64E-02 | 1,33E+05 | 7,87E+04 | 1,07E+05 | 4,54E+05 | 53,5 |
| 6,58E-02 | 1,73E+05 | 8,56E+04 | 1,50E+05 | 4,18E+05 | 60,3 |
| 6,81E-02 | 1,67E+05 | 9,79E+04 | 1,35E+05 | 3,89E+05 | 54 |
| 9,66E-02 | 2,21E+05 | 1,09E+05 | 1,93E+05 | 3,65E+05 | 60,6 |
| 1,00E-01 | 2,09E+05 | 1,21E+05 | 1,70E+05 | 3,32E+05 | 54,5 |
| 1,42E-01 | 2,86E+05 | 1,44E+05 | 2,47E+05 | 3,21E+05 | 59,7 |
| 1,47E-01 | 2,66E+05 | 1,53E+05 | 2,17E+05 | 2,87E+05 | 54,8 |
| 2,08E-01 | 3,66E+05 | 1,87E+05 | 3,15E+05 | 2,80E+05 | 59,3 |
| 2,15E-01 | 3,33E+05 | 1,93E+05 | 2,72E+05 | 2,47E+05 | 54,7 |
| 3,16E-01 | 4,29E+05 | 2,48E+05 | 3,50E+05 | 2,16E+05 | 54,8 |
| 4,64E-01 | 5,44E+05 | 3,16E+05 | 4,43E+05 | 1,87E+05 | 54,5 |
| 6,81E-01 | 6,87E+05 | 4,02E+05 | 5,57E+05 | 1,61E+05 | 54,2 |
| 1,00E+00 | 8,69E+05 | 5,13E+05 | 7,01E+05 | 1,38E+05 | 53,8 |
| 1,47E+00 | 1,12E+06 | 6,77E+05 | 8,86E+05 | 1,21E+05 | 52,6 |
| 1,79E+00 | 1,21E+06 | 7,65E+05 | 9,40E+05 | 1,08E+05 | 50,9 |
| 2,15E+00 | 1,38E+06 | 8,65E+05 | 1,08E+06 | 1,02E+05 | 51,2 |
| 2,63E+00 | 1,55E+06 | 1,01E+06 | 1,18E+06 | 9,39E+04 | 49,3 |
| 3,16E+00 | 1,71E+06 | 1,11E+06 | 1,30E+06 | 8,59E+04 | 49,5 |
| 3,85E+00 | 1,90E+06 | 1,27E+06 | 1,42E+06 | 7,87E+04 | 48 |
| 4,64E+00 | 2,10E+06 | 1,42E+06 | 1,54E+06 | 7,20E+04 | 47,3 |
| 5,66E+00 | 2,35E+06 | 1,62E+06 | 1,70E+06 | 6,60E+04 | 46,2 |
| 6,81E+00 | 2,58E+06 | 1,86E+06 | 1,79E+06 | 6,03E+04 | 44 |
| 8,31E+00 | 2,88E+06 | 2,06E+06 | 2,02E+06 | 5,52E+04 | 44,5 |
| 1,00E+01 | 3,16E+06 | 2,39E+06 | 2,06E+06 | 5,02E+04 | 40,8 |
| 1,22E+01 | 3,47E+06 | 2,57E+06 | 2,33E+06 | 4,52E+04 | 42,2 |
| 1,79E+01 | 4,10E+06 | 3,14E+06 | 2,64E+06 | 3,64E+04 | 40,1 |
| 2,63E+01 | 4,98E+06 | 3,97E+06 | 3,01E+06 | 3,01E+04 | 37,2 |
| 3,85E+01 | 5,77E+06 | 4,75E+06 | 3,28E+06 | 2,39E+04 | 34,6 |
| 4,34E+01 | 4,76E+06 | 3,99E+06 | 2,59E+06 | 1,75E+04 | 33 |
| 5,66E+01 | 6,64E+06 | 5,64E+06 | 3,50E+06 | 1,87E+04 | 31,8 |
| 6,38E+01 | 5,65E+06 | 4,96E+06 | 2,71E+06 | 1,41E+04 | 28,6 |
| 8,31E+01 | 7,55E+06 | 6,61E+06 | 3,65E+06 | 1,45E+04 | 28,9 |
| 9,32E+01 | 6,56E+06 | 5,95E+06 | 2,77E+06 | 1,12E+04 | 25 |
| 1,22E+02 | 8,42E+06 | 7,52E+06 | 3,78E+06 | 1,10E+04 | 26,7 |
| 1,37E+02 | 7,22E+06 | 6,66E+06 | 2,77E+06 | 8,38E+03 | 22,6 |
| 1,79E+02 | 9,32E+06 | 8,53E+06 | 3,74E+06 | 8,28E+03 | 23,7 |
| 2,01E+02 | 7,88E+06 | 7,43E+06 | 2,63E+06 | 6,23E+03 | 19,5 |
| 2,63E+02 | 1,01E+07 | 9,41E+06 | 3,62E+06 | 6,09E+03 | 21,1 |
| 2,95E+02 | 8,47E+06 | 8,09E+06 | 2,49E+06 | 4,56E+03 | 17,1 |
| 3,85E+02 | 1,12E+07 | 1,06E+07 | 3,58E+06 | 4,62E+03 | 18,7 |
| 4,34E+02 | 9,05E+06 | 8,74E+06 | 2,37E+06 | 3,32E+03 | 15,2 |
| 5,66E+02 | 1,19E+07 | 1,15E+07 | 3,33E+06 | 3,35E+03 | 16,2 |
| 6,38E+02 | 9,63E+06 | 9,38E+06 | 2,20E+06 | 2,40E+03 | 13,2 |
| 8,31E+02 | 1,25E+07 | 1,21E+07 | 3,07E+06 | 2,39E+03 | 14,2 |
| 9,32E+02 | 1,01E+07 | 9,88E+06 | 1,94E+06 | 1,72E+03 | 11,1 |
| 1,22E+03 | 1,32E+07 | 1,30E+07 | 2,73E+06 | 1,73E+03 | 11,9 |
| 1,37E+03 | 1,05E+07 | 1,03E+07 | 1,76E+06 | 1,22E+03 | 9,66 |
| 1,79E+03 | 1,39E+07 | 1,37E+07 | 2,34E+06 | 1,24E+03 | 9,68 |
| 2,01E+03 | 1,09E+07 | 1,08E+07 | 1,62E+06 | 8,62E+02 | 8,56 |
| 2,95E+03 | 1,12E+07 | 1,11E+07 | 1,52E+06 | 6,03E+02 | 7,83 |
| 4,34E+03 | 1,16E+07 | 1,15E+07 | 1,35E+06 | 4,26E+02 | 6,67 |
| 6,38E+03 | 1,18E+07 | 1,17E+07 | 1,28E+06 | 2,94E+02 | 6,25 |
| 9,32E+03 | 1,20E+07 | 1,19E+07 | 1,13E+06 | 2,04E+02 | 5,41 |
| 1,37E+04 | 1,23E+07 | 1,22E+07 | 9,98E+05 | 1,42E+02 | 4,67 |
| 2,01E+04 | 1,25E+07 | 1,24E+07 | 8,48E+05 | 9,85E+01 | 3,9 |
| 2,95E+04 | 1,26E+07 | 1,26E+07 | 6,03E+05 | 6,81E+01 | 2,73 |
| 4,34E+04 | 1,29E+07 | 1,29E+07 | 4,71E+05 | 4,74E+01 | 2,09 |

| RTFOT Lowval | | | | | |
|--------------|----------|----------|----------|----------|------|
| f | G* | G' | G'' | Eta* | δ |
| [Hz] | [Pa] | [Pa] | [Pa] | [Pa s] | [°] |
| 1,94E-06 | 8,30E+02 | 4,72E+02 | 6,83E+02 | 6,81E+07 | 55,3 |
| 2,85E-06 | 1,07E+03 | 6,11E+02 | 8,81E+02 | 5,98E+07 | 55,3 |
| 4,17E-06 | 1,36E+03 | 7,58E+02 | 1,13E+03 | 5,17E+07 | 56 |
| 6,13E-06 | 1,71E+03 | 9,34E+02 | 1,43E+03 | 4,44E+07 | 56,9 |
| 9,00E-06 | 2,17E+03 | 1,17E+03 | 1,82E+03 | 3,83E+07 | 57,3 |
| 1,32E-05 | 2,76E+03 | 1,49E+03 | 2,32E+03 | 3,32E+07 | 57,3 |
| 1,94E-05 | 3,40E+03 | 1,85E+03 | 2,86E+03 | 2,79E+07 | 57,1 |
| 2,85E-05 | 4,33E+03 | 2,36E+03 | 3,63E+03 | 2,42E+07 | 56,9 |
| 4,17E-05 | 5,47E+03 | 2,97E+03 | 4,60E+03 | 2,09E+07 | 57,2 |
| 6,13E-05 | 6,93E+03 | 3,75E+03 | 5,83E+03 | 1,80E+07 | 57,3 |
| 9,00E-05 | 8,86E+03 | 4,76E+03 | 7,47E+03 | 1,57E+07 | 57,5 |
| 9,28E-05 | 9,03E+03 | 5,25E+03 | 7,35E+03 | 1,55E+07 | 54,5 |
| 1,32E-04 | 1,12E+04 | 5,98E+03 | 9,41E+03 | 1,34E+07 | 57,6 |
| 1,36E-04 | 1,14E+04 | 6,53E+03 | 9,29E+03 | 1,32E+07 | 54,9 |
| 1,94E-04 | 1,43E+04 | 7,57E+03 | 1,21E+04 | 1,17E+07 | 58 |
| 2,00E-04 | 1,45E+04 | 8,31E+03 | 1,18E+04 | 1,15E+07 | 54,9 |
| 2,85E-04 | 1,80E+04 | 9,45E+03 | 1,54E+04 | 1,01E+07 | 58,4 |
| 2,93E-04 | 1,84E+04 | 1,05E+04 | 1,50E+04 | 9,96E+06 | 55,1 |
| 4,17E-04 | 2,29E+04 | 1,20E+04 | 1,95E+04 | 8,74E+06 | 58,5 |
| 4,31E-04 | 2,28E+04 | 1,29E+04 | 1,87E+04 | 8,41E+06 | 55,3 |
| 6,13E-04 | 2,92E+04 | 1,52E+04 | 2,49E+04 | 7,58E+06 | 58,7 |
| 6,32E-04 | 2,86E+04 | 1,62E+04 | 2,36E+04 | 7,20E+06 | 55,5 |
| 9,00E-04 | 3,69E+04 | 1,90E+04 | 3,16E+04 | 6,52E+06 | 59 |
| 9,28E-04 | 3,61E+04 | 2,03E+04 | 2,99E+04 | 6,20E+06 | 55,8 |
| 1,32E-03 | 4,69E+04 | 2,45E+04 | 4,01E+04 | 5,65E+06 | 58,6 |
| 1,36E-03 | 4,59E+04 | 2,58E+04 | 3,80E+04 | 5,36E+06 | 55,8 |
| 1,94E-03 | 6,02E+04 | 3,16E+04 | 5,12E+04 | 4,94E+06 | 58,4 |
| 2,00E-03 | 5,91E+04 | 3,31E+04 | 4,89E+04 | 4,71E+06 | 55,9 |
| 2,93E-03 | 7,33E+04 | 4,08E+04 | 6,09E+04 | 3,98E+06 | 56,2 |
| 4,31E-03 | 9,08E+04 | 5,01E+04 | 7,56E+04 | 3,35E+06 | 56,5 |
| 6,32E-03 | 1,15E+05 | 6,33E+04 | 9,60E+04 | 2,90E+06 | 56,6 |
| 9,28E-03 | 1,49E+05 | 8,16E+04 | 1,24E+05 | 2,55E+06 | 56,7 |
| 1,00E-02 | 1,47E+05 | 9,28E+04 | 1,14E+05 | 2,33E+06 | 50,7 |
| 1,36E-02 | 1,84E+05 | 1,01E+05 | 1,54E+05 | 2,14E+06 | 56,8 |
| 1,47E-02 | 1,88E+05 | 1,19E+05 | 1,45E+05 | 2,03E+06 | 50,7 |
| 2,00E-02 | 2,27E+05 | 1,25E+05 | 1,90E+05 | 1,81E+06 | 56,7 |
| 2,15E-02 | 2,35E+05 | 1,49E+05 | 1,81E+05 | 1,74E+06 | 50,5 |
| 2,93E-02 | 2,87E+05 | 1,59E+05 | 2,39E+05 | 1,56E+06 | 56,3 |
| 3,16E-02 | 2,94E+05 | 1,89E+05 | 2,26E+05 | 1,48E+06 | 50,1 |
| 4,31E-02 | 3,71E+05 | 2,09E+05 | 3,06E+05 | 1,37E+06 | 55,7 |
| 4,64E-02 | 3,64E+05 | 2,34E+05 | 2,78E+05 | 1,25E+06 | 49,9 |
| 6,32E-02 | 4,52E+05 | 2,61E+05 | 3,69E+05 | 1,14E+06 | 54,7 |
| 6,81E-02 | 4,52E+05 | 2,94E+05 | 3,43E+05 | 1,06E+06 | 49,3 |
| 9,28E-02 | 5,53E+05 | 3,28E+05 | 4,46E+05 | 9,49E+05 | 53,7 |
| 1,00E-01 | 5,61E+05 | 3,69E+05 | 4,23E+05 | 8,94E+05 | 48,9 |
| 1,47E-01 | 6,92E+05 | 4,62E+05 | 5,15E+05 | 7,49E+05 | 48,1 |
| 2,15E-01 | 8,52E+05 | 5,78E+05 | 6,27E+05 | 6,31E+05 | 47,3 |
| 3,16E-01 | 1,04E+06 | 7,15E+05 | 7,55E+05 | 5,24E+05 | 46,6 |
| 4,64E-01 | 1,26E+06 | 8,85E+05 | 9,01E+05 | 4,33E+05 | 45,5 |
| 6,81E-01 | 1,54E+06 | 1,10E+06 | 1,07E+06 | 3,59E+05 | 44,1 |
| 1,00E+00 | 1,85E+06 | 1,36E+06 | 1,25E+06 | 2,94E+05 | 42,7 |
| 1,07E+00 | 1,90E+06 | 1,42E+06 | 1,25E+06 | 2,83E+05 | 41,4 |
| 1,47E+00 | 2,21E+06 | 1,67E+06 | 1,46E+06 | 2,40E+05 | 41,2 |
| 1,57E+00 | 2,29E+06 | 1,76E+06 | 1,47E+06 | 2,32E+05 | 39,8 |
| 2,15E+00 | 2,65E+06 | 2,05E+06 | 1,68E+06 | 1,96E+05 | 39,4 |
| 2,30E+00 | 2,70E+06 | 2,12E+06 | 1,68E+06 | 1,87E+05 | 38,4 |
| 3,16E+00 | 3,12E+06 | 2,49E+06 | 1,88E+06 | 1,57E+05 | 37 |
| 3,37E+00 | 3,18E+06 | 2,57E+06 | 1,88E+06 | 1,50E+05 | 36,2 |
| 4,64E+00 | 3,62E+06 | 2,98E+06 | 2,07E+06 | 1,24E+05 | 34,8 |
| 4,95E+00 | 3,74E+06 | 3,09E+06 | 2,11E+06 | 1,20E+05 | 34,3 |
| 6,81E+00 | 4,18E+06 | 3,54E+06 | 2,22E+06 | 9,78E+04 | 32,1 |
| 7,27E+00 | 4,30E+06 | 3,63E+06 | 2,31E+06 | 9,42E+04 | 32,5 |
| 1,00E+01 | 4,80E+06 | 4,18E+06 | 2,36E+06 | 7,64E+04 | 29,5 |
| 1,07E+01 | 4,89E+06 | 4,23E+06 | 2,47E+06 | 7,30E+04 | 30,3 |
| 1,57E+01 | 5,60E+06 | 4,93E+06 | 2,66E+06 | 5,68E+04 | 28,3 |
| 2,30E+01 | 6,27E+06 | 5,64E+06 | 2,74E+06 | 4,35E+04 | 25,9 |
| 3,37E+01 | 6,98E+06 | 6,38E+06 | 2,82E+06 | 3,29E+04 | 23,8 |
| 4,95E+01 | 7,66E+06 | 7,11E+06 | 2,87E+06 | 2,46E+04 | 22 |
| 6,70E+01 | 8,25E+06 | 7,76E+06 | 2,80E+06 | 1,96E+04 | 19,8 |
| 7,27E+01 | 8,40E+06 | 7,91E+06 | 2,84E+06 | 1,84E+04 | 19,7 |
| 9,85E+01 | 8,98E+06 | 8,56E+06 | 2,71E+06 | 1,45E+04 | 17,6 |
| 1,07E+02 | 9,05E+06 | 8,59E+06 | 2,84E+06 | 1,35E+04 | 18,3 |
| 1,44E+02 | 9,71E+06 | 9,32E+06 | 2,70E+06 | 1,07E+04 | 16,2 |
| 1,57E+02 | 9,71E+06 | 9,31E+06 | 2,75E+06 | 9,85E+03 | 16,5 |
| 2,12E+02 | 1,02E+07 | 9,85E+06 | 2,51E+06 | 7,64E+03 | 14,3 |
| 2,30E+02 | 1,03E+07 | 9,96E+06 | 2,64E+06 | 7,15E+03 | 14,8 |
| 3,11E+02 | 1,07E+07 | 1,04E+07 | 2,41E+06 | 5,47E+03 | 13 |
| 3,37E+02 | 1,09E+07 | 1,06E+07 | 2,50E+06 | 5,15E+03 | 13,2 |
| 4,56E+02 | 1,13E+07 | 1,10E+07 | 2,31E+06 | 3,93E+03 | 11,8 |
| 4,95E+02 | 1,14E+07 | 1,12E+07 | 2,32E+06 | 3,67E+03 | 11,7 |
| 6,70E+02 | 1,17E+07 | 1,15E+07 | 2,01E+06 | 2,77E+03 | 9,95 |
| 7,27E+02 | 1,18E+07 | 1,16E+07 | 1,99E+06 | 2,59E+03 | 9,72 |
| 9,85E+02 | 1,22E+07 | 1,20E+07 | 2,03E+06 | 1,97E+03 | 9,57 |
| 1,07E+03 | 1,24E+07 | 1,23E+07 | 1,76E+06 | 1,85E+03 | 8,16 |
| 1,44E+03 | 1,27E+07 | 1,25E+07 | 1,83E+06 | 1,40E+03 | 8,32 |
| 2,12E+03 | 1,30E+07 | 1,29E+07 | 1,66E+06 | 9,75E+02 | 7,34 |
| 3,11E+03 | 1,33E+07 | 1,32E+07 | 1,56E+06 | 6,82E+02 | 6,72 |
| 4,56E+03 | 1,36E+07 | 1,35E+07 | 1,40E+06 | 4,74E+02 | 5,93 |
| 6,70E+03 | 1,39E+07 | 1,38E+07 | 1,33E+06 | 3,29E+02 | 5,5 |
| 9,85E+03 | 1,40E+07 | 1,40E+07 | 1,26E+06 | 2,27E+02 | 5,15 |
| 1,44E+04 | 1,41E+07 | 1,41E+07 | 1,07E+06 | 1,56E+02 | 4,33 |
| 2,12E+04 | 1,46E+07 | 1,45E+07 | 9,55E+05 | 1,10E+02 | 3,76 |
| 3,11E+04 | 1,46E+07 | 1,46E+07 | 9,04E+05 | 7,49E+01 | 3,54 |
| 4,56E+04 | 1,48E+07 | 1,48E+07 | 6,07E+05 | 5,17E+01 | 2,34 |
| 6,70E+04 | 1,50E+07 | 1,50E+07 | 4,24E+05 | 3,56E+01 | 1,62 |

| Lowval HM 40 | | | | | |
|--------------|----------|----------|----------|----------|-------|
| f | G* | G' | G'' | Eta* | δ |
| [Hz] | [Pa] | [Pa] | [Pa] | [Pa s] | [°] |
| 1,26E-05 | 9,70E+02 | 1,77E+02 | 9,54E+02 | 1,23E+07 | 79,5 |
| 1,85E-05 | 1,40E+03 | 3,02E+02 | 1,36E+03 | 1,20E+07 | 77,5 |
| 2,71E-05 | 1,96E+03 | 4,23E+02 | 1,91E+03 | 1,15E+07 | 77,5 |
| 3,98E-05 | 2,76E+03 | 6,09E+02 | 2,69E+03 | 1,10E+07 | 77,2 |
| 5,84E-05 | 3,73E+03 | 8,51E+02 | 3,63E+03 | 1,02E+07 | 76,8 |
| 8,57E-05 | 5,13E+03 | 1,20E+03 | 4,98E+03 | 9,52E+06 | 76,4 |
| 1,26E-04 | 7,07E+03 | 1,72E+03 | 6,86E+03 | 8,94E+06 | 75,9 |
| 1,85E-04 | 9,77E+03 | 2,49E+03 | 9,45E+03 | 8,41E+06 | 75,3 |
| 2,71E-04 | 1,06E+04 | 2,71E+03 | 1,03E+04 | 8,08E+06 | 75,2 |
| 2,71E-04 | 1,36E+04 | 3,66E+03 | 1,31E+04 | 7,98E+06 | 74,3 |
| 3,08E-04 | 1,44E+04 | 3,69E+03 | 1,39E+04 | 7,42E+06 | 75,1 |
| 3,98E-04 | 1,82E+04 | 5,16E+03 | 1,75E+04 | 7,28E+06 | 73,5 |
| 4,51E-04 | 1,99E+04 | 5,41E+03 | 1,91E+04 | 7,02E+06 | 74,2 |
| 5,84E-04 | 2,48E+04 | 7,37E+03 | 2,37E+04 | 6,75E+06 | 72,7 |
| 6,62E-04 | 2,73E+04 | 7,76E+03 | 2,62E+04 | 6,56E+06 | 73,5 |
| 8,57E-04 | 3,35E+04 | 1,03E+04 | 3,19E+04 | 6,22E+06 | 72 |
| 9,72E-04 | 3,69E+04 | 1,09E+04 | 3,53E+04 | 6,05E+06 | 72,8 |
| 1,26E-03 | 4,50E+04 | 1,42E+04 | 4,27E+04 | 5,69E+06 | 71,6 |
| 1,43E-03 | 4,97E+04 | 1,52E+04 | 4,73E+04 | 5,54E+06 | 72,2 |
| 1,85E-03 | 6,12E+04 | 1,96E+04 | 5,80E+04 | 5,27E+06 | 71,4 |
| 2,10E-03 | 6,74E+04 | 2,10E+04 | 6,40E+04 | 5,12E+06 | 71,8 |
| 2,71E-03 | 8,27E+04 | 2,70E+04 | 7,82E+04 | 4,86E+06 | 70,9 |
| 3,08E-03 | 9,23E+04 | 2,96E+04 | 8,74E+04 | 4,77E+06 | 71,3 |
| 3,98E-03 | 1,11E+05 | 3,69E+04 | 1,05E+05 | 4,44E+06 | 70,6 |
| 4,51E-03 | 1,25E+05 | 4,08E+04 | 1,18E+05 | 4,40E+06 | 70,9 |
| 5,84E-03 | 1,47E+05 | 4,94E+04 | 1,38E+05 | 4,00E+06 | 70,3 |
| 6,62E-03 | 1,70E+05 | 5,71E+04 | 1,60E+05 | 4,07E+06 | 70,3 |
| 8,57E-03 | 1,95E+05 | 6,91E+04 | 1,82E+05 | 3,62E+06 | 69,3 |
| 9,72E-03 | 2,29E+05 | 7,97E+04 | 2,14E+05 | 3,74E+06 | 69,6 |
| 1,00E-02 | 2,29E+05 | 9,96E+04 | 2,07E+05 | 3,65E+06 | 64,3 |
| 1,26E-02 | 2,60E+05 | 9,58E+04 | 2,41E+05 | 3,28E+06 | 68,4 |
| 1,43E-02 | 3,08E+05 | 1,12E+05 | 2,87E+05 | 3,44E+06 | 68,7 |
| 1,47E-02 | 2,96E+05 | 1,29E+05 | 2,67E+05 | 3,20E+06 | 64,2 |
| 2,10E-02 | 4,08E+05 | 1,55E+05 | 3,77E+05 | 3,10E+06 | 67,6 |
| 2,15E-02 | 3,94E+05 | 1,76E+05 | 3,52E+05 | 2,91E+06 | 63,5 |
| 3,08E-02 | 5,39E+05 | 2,16E+05 | 4,94E+05 | 2,79E+06 | 66,4 |
| 3,16E-02 | 5,22E+05 | 2,39E+05 | 4,64E+05 | 2,63E+06 | 62,8 |
| 4,51E-02 | 7,21E+05 | 3,13E+05 | 6,49E+05 | 2,55E+06 | 64,3 |
| 4,64E-02 | 6,84E+05 | 3,25E+05 | 6,02E+05 | 2,35E+06 | 61,6 |
| 6,62E-02 | 9,42E+05 | 4,44E+05 | 8,30E+05 | 2,26E+06 | 61,8 |
| 6,81E-02 | 9,06E+05 | 4,54E+05 | 7,84E+05 | 2,12E+06 | 59,9 |
| 9,72E-02 | 1,21E+06 | 6,19E+05 | 1,04E+06 | 1,98E+06 | 59,2 |
| 1,00E-01 | 1,16E+06 | 6,12E+05 | 9,82E+05 | 1,84E+06 | 58,1 |
| 1,43E-01 | 1,57E+06 | 8,94E+05 | 1,29E+06 | 1,75E+06 | 55,2 |
| 1,47E-01 | 1,50E+06 | 8,39E+05 | 1,24E+06 | 1,62E+06 | 55,9 |
| 2,10E-01 | 1,96E+06 | 1,24E+06 | 1,52E+06 | 1,49E+06 | 50,7 |
| 2,15E-01 | 1,90E+06 | 1,14E+06 | 1,52E+06 | 1,41E+06 | 53,2 |
| 3,16E-01 | 2,37E+06 | 1,51E+06 | 1,83E+06 | 1,19E+06 | 50,4 |
| 4,64E-01 | 2,96E+06 | 2,01E+06 | 2,17E+06 | 1,02E+06 | 47,1 |
| 6,81E-01 | 3,59E+06 | 2,60E+06 | 2,47E+06 | 8,38E+05 | 43,6 |
| 1,00E+00 | 4,27E+06 | 3,27E+06 | 2,76E+06 | 6,80E+05 | 40,1 |
| 1,47E+00 | 5,04E+06 | 4,05E+06 | 2,99E+06 | 5,46E+05 | 36,4 |
| 2,13E+00 | 5,81E+06 | 4,67E+06 | 3,47E+06 | 4,34E+05 | 36,6 |
| 2,15E+00 | 5,81E+06 | 4,91E+06 | 3,11E+06 | 4,30E+05 | 32,4 |
| 3,14E+00 | 6,87E+06 | 5,79E+06 | 3,69E+06 | 3,48E+05 | 32,5 |
| 3,16E+00 | 6,56E+06 | 5,76E+06 | 3,15E+06 | 3,30E+05 | 28,7 |
| 4,59E+00 | 7,75E+06 | 6,81E+06 | 3,71E+06 | 2,69E+05 | 28,6 |
| 4,64E+00 | 7,34E+06 | 6,64E+06 | 3,12E+06 | 2,52E+05 | 25,2 |
| 6,75E+00 | 8,61E+06 | 7,81E+06 | 3,64E+06 | 2,03E+05 | 25 |
| 6,81E+00 | 8,10E+06 | 7,56E+06 | 2,92E+06 | 1,89E+05 | 21,1 |
| 9,91E+00 | 9,43E+06 | 8,74E+06 | 3,55E+06 | 1,52E+05 | 22,1 |
| 1,00E+01 | 8,65E+06 | 8,23E+06 | 2,67E+06 | 1,38E+05 | 18 |
| 1,45E+01 | 1,02E+07 | 9,66E+06 | 3,39E+06 | 1,12E+05 | 19,3 |
| 2,13E+01 | 1,09E+07 | 1,05E+07 | 3,13E+06 | 8,16E+04 | 16,6 |
| 3,14E+01 | 1,16E+07 | 1,12E+07 | 2,99E+06 | 5,87E+04 | 14,9 |
| 4,59E+01 | 1,22E+07 | 1,19E+07 | 2,69E+06 | 4,24E+04 | 12,7 |
| 5,22E+01 | 1,20E+07 | 1,17E+07 | 2,66E+06 | 3,65E+04 | 12,8 |
| 6,75E+01 | 1,27E+07 | 1,25E+07 | 2,42E+06 | 3,00E+04 | 11 |
| 7,68E+01 | 1,27E+07 | 1,24E+07 | 2,34E+06 | 2,62E+04 | 10,7 |
| 9,91E+01 | 1,32E+07 | 1,30E+07 | 2,19E+06 | 2,12E+04 | 9,52 |
| 1,12E+02 | 1,32E+07 | 1,31E+07 | 2,02E+06 | 1,87E+04 | 8,78 |
| 1,45E+02 | 1,36E+07 | 1,35E+07 | 2,01E+06 | 1,49E+04 | 8,46 |
| 1,65E+02 | 1,37E+07 | 1,35E+07 | 1,86E+06 | 1,32E+04 | 7,83 |
| 2,13E+02 | 1,40E+07 | 1,39E+07 | 1,77E+06 | 1,05E+04 | 7,22 |
| 2,42E+02 | 1,40E+07 | 1,39E+07 | 1,63E+06 | 9,16E+03 | 6,71 |
| 3,14E+02 | 1,44E+07 | 1,43E+07 | 1,68E+06 | 7,28E+03 | 6,7 |
| 3,56E+02 | 1,44E+07 | 1,43E+07 | 1,53E+06 | 6,45E+03 | 6,1 |
| 4,59E+02 | 1,46E+07 | 1,45E+07 | 1,49E+06 | 5,05E+03 | 5,85 |
| 5,22E+02 | 1,47E+07 | 1,46E+07 | 1,26E+06 | 4,47E+03 | 4,94 |
| 6,75E+02 | 1,48E+07 | 1,48E+07 | 1,28E+06 | 3,50E+03 | 4,96 |
| 7,68E+02 | 1,49E+07 | 1,48E+07 | 1,22E+06 | 3,09E+03 | 4,71 |
| 9,91E+02 | 1,50E+07 | 1,50E+07 | 1,13E+06 | 2,41E+03 | 4,33 |
| 1,12E+03 | 1,52E+07 | 1,52E+07 | 1,07E+06 | 2,16E+03 | 4,04 |
| 1,45E+03 | 1,53E+07 | 1,53E+07 | 8,80E+05 | 1,67E+03 | 3,3 |
| 1,65E+03 | 1,53E+07 | 1,53E+07 | 9,50E+05 | 1,48E+03 | 3,55 |
| 2,13E+03 | 1,55E+07 | 1,55E+07 | 6,97E+05 | 1,15E+03 | 2,58 |
| 2,42E+03 | 1,55E+07 | 1,55E+07 | 9,46E+05 | 1,02E+03 | 3,49 |
| 3,56E+03 | 1,58E+07 | 1,58E+07 | 8,55E+05 | 7,05E+02 | 3,11 |
| 5,22E+03 | 1,60E+07 | 1,59E+07 | 7,75E+05 | 4,86E+02 | 2,78 |
| 7,68E+03 | 1,61E+07 | 1,60E+07 | 7,52E+05 | 3,33E+02 | 2,68 |
| 1,12E+04 | 1,63E+07 | 1,63E+07 | 6,59E+05 | 2,31E+02 | 2,32 |
| 1,65E+04 | 1,65E+07 | 1,64E+07 | 5,94E+05 | 1,59E+02 | 2,07 |
| 2,42E+04 | 1,66E+07 | 1,66E+07 | 5,15E+05 | 1,09E+02 | 1,78 |
| 3,56E+04 | 1,66E+07 | 1,66E+07 | 2,64E+05 | 7,42E+01 | 0,911 |
| 5,22E+04 | 1,66E+07 | 1,66E+07 | 1,88E+05 | 5,07E+01 | 0,646 |

| RTFOT Lowval HM 40 | | | | | |
|--------------------|----------|----------|----------|----------|-------|
| f | G* | G' | G'' | Eta* | δ |
| [Hz] | [Pa] | [Pa] | [Pa] | [Pa s] | [°] |
| 4,74E-06 | 2,77E+03 | 1,02E+03 | 2,57E+03 | 9,29E+07 | 68,3 |
| 6,97E-06 | 3,72E+03 | 1,36E+03 | 3,46E+03 | 8,49E+07 | 68,6 |
| 1,02E-05 | 4,81E+03 | 1,78E+03 | 4,47E+03 | 7,51E+07 | 68,3 |
| 1,50E-05 | 6,49E+03 | 2,46E+03 | 6,01E+03 | 6,89E+07 | 67,7 |
| 2,20E-05 | 8,54E+03 | 3,31E+03 | 7,87E+03 | 6,17E+07 | 67,2 |
| 3,23E-05 | 1,12E+04 | 4,48E+03 | 1,03E+04 | 5,54E+07 | 66,5 |
| 4,74E-05 | 1,49E+04 | 6,05E+03 | 1,36E+04 | 5,00E+07 | 66 |
| 6,97E-05 | 1,96E+04 | 8,11E+03 | 1,78E+04 | 4,47E+07 | 65,5 |
| 8,70E-05 | 2,22E+04 | 9,72E+03 | 2,00E+04 | 4,06E+07 | 64 |
| 1,02E-04 | 2,54E+04 | 1,06E+04 | 2,31E+04 | 3,97E+07 | 65,3 |
| 1,28E-04 | 2,88E+04 | 1,21E+04 | 2,61E+04 | 3,59E+07 | 65,1 |
| 1,50E-04 | 3,35E+04 | 1,41E+04 | 3,04E+04 | 3,55E+07 | 65,1 |
| 1,87E-04 | 3,85E+04 | 1,62E+04 | 3,49E+04 | 3,27E+07 | 65,2 |
| 2,20E-04 | 4,42E+04 | 1,86E+04 | 4,01E+04 | 3,20E+07 | 65,1 |
| 2,75E-04 | 5,11E+04 | 2,15E+04 | 4,63E+04 | 2,96E+07 | 65,1 |
| 3,23E-04 | 5,81E+04 | 2,45E+04 | 5,27E+04 | 2,86E+07 | 65 |
| 4,04E-04 | 6,74E+04 | 2,82E+04 | 6,12E+04 | 2,66E+07 | 65,2 |
| 4,74E-04 | 7,50E+04 | 3,15E+04 | 6,80E+04 | 2,52E+07 | 65,2 |
| 5,93E-04 | 8,99E+04 | 3,81E+04 | 8,15E+04 | 2,42E+07 | 65 |
| 6,97E-04 | 9,90E+04 | 4,15E+04 | 8,99E+04 | 2,26E+07 | 65,2 |
| 8,70E-04 | 1,18E+05 | 5,01E+04 | 1,06E+05 | 2,15E+07 | 64,8 |
| 1,02E-03 | 1,31E+05 | 5,55E+04 | 1,19E+05 | 2,04E+07 | 64,9 |
| 1,28E-03 | 1,55E+05 | 6,74E+04 | 1,40E+05 | 1,93E+07 | 64,3 |
| 1,50E-03 | 1,72E+05 | 7,40E+04 | 1,56E+05 | 1,83E+07 | 64,5 |
| 1,87E-03 | 2,03E+05 | 8,94E+04 | 1,82E+05 | 1,73E+07 | 63,9 |
| 2,20E-03 | 2,26E+05 | 9,87E+04 | 2,03E+05 | 1,64E+07 | 64,1 |
| 2,75E-03 | 2,67E+05 | 1,20E+05 | 2,38E+05 | 1,54E+07 | 63,3 |
| 3,23E-03 | 2,95E+05 | 1,35E+05 | 2,63E+05 | 1,46E+07 | 62,8 |
| 4,04E-03 | 3,49E+05 | 1,61E+05 | 3,09E+05 | 1,38E+07 | 62,5 |
| 4,74E-03 | 3,81E+05 | 1,82E+05 | 3,35E+05 | 1,28E+07 | 61,5 |
| 5,93E-03 | 4,51E+05 | 2,16E+05 | 3,96E+05 | 1,21E+07 | 61,5 |
| 8,70E-03 | 5,76E+05 | 2,86E+05 | 5,01E+05 | 1,05E+07 | 60,3 |
| 1,00E-02 | 6,25E+05 | 3,31E+05 | 5,30E+05 | 9,95E+06 | 58 |
| 1,28E-02 | 7,38E+05 | 3,84E+05 | 6,31E+05 | 9,19E+06 | 58,7 |
| 1,47E-02 | 7,94E+05 | 4,35E+05 | 6,65E+05 | 8,60E+06 | 56,8 |
| 1,87E-02 | 9,42E+05 | 5,20E+05 | 7,86E+05 | 8,01E+06 | 56,5 |
| 2,15E-02 | 1,03E+06 | 5,87E+05 | 8,47E+05 | 7,63E+06 | 55,3 |
| 2,75E-02 | 1,21E+06 | 7,13E+05 | 9,75E+05 | 6,99E+06 | 53,8 |
| 3,16E-02 | 1,33E+06 | 7,90E+05 | 1,07E+06 | 6,72E+06 | 53,7 |
| 4,04E-02 | 1,52E+06 | 9,52E+05 | 1,18E+06 | 5,97E+06 | 51,1 |
| 4,64E-02 | 1,69E+06 | 1,04E+06 | 1,33E+06 | 5,79E+06 | 51,9 |
| 5,93E-02 | 1,89E+06 | 1,29E+06 | 1,39E+06 | 5,08E+06 | 47,2 |
| 6,81E-02 | 2,10E+06 | 1,36E+06 | 1,60E+06 | 4,90E+06 | 49,7 |
| 8,70E-02 | 2,34E+06 | 1,71E+06 | 1,60E+06 | 4,29E+06 | 43 |
| 1,00E-01 | 2,57E+06 | 1,74E+06 | 1,89E+06 | 4,09E+06 | 47,3 |
| 1,47E-01 | 3,10E+06 | 2,20E+06 | 2,19E+06 | 3,36E+06 | 44,9 |
| 2,15E-01 | 3,64E+06 | 2,70E+06 | 2,44E+06 | 2,70E+06 | 42,1 |
| 3,16E-01 | 4,50E+06 | 3,49E+06 | 2,84E+06 | 2,27E+06 | 39,1 |
| 4,64E-01 | 5,22E+06 | 4,22E+06 | 3,08E+06 | 1,79E+06 | 36,1 |
| 6,81E-01 | 6,05E+06 | 5,06E+06 | 3,31E+06 | 1,41E+06 | 33,2 |
| 9,82E-01 | 6,57E+06 | 5,76E+06 | 3,16E+06 | 1,06E+06 | 28,7 |
| 1,00E+00 | 7,02E+06 | 6,10E+06 | 3,48E+06 | 1,12E+06 | 29,7 |
| 1,44E+00 | 7,58E+06 | 6,85E+06 | 3,26E+06 | 8,36E+05 | 25,4 |
| 1,47E+00 | 7,85E+06 | 7,01E+06 | 3,54E+06 | 8,50E+05 | 26,8 |
| 2,11E+00 | 8,35E+06 | 7,72E+06 | 3,19E+06 | 6,30E+05 | 22,5 |
| 2,15E+00 | 8,64E+06 | 7,90E+06 | 3,51E+06 | 6,40E+05 | 24 |
| 3,10E+00 | 9,16E+06 | 8,62E+06 | 3,10E+06 | 4,70E+05 | 19,8 |
| 3,16E+00 | 9,28E+06 | 8,66E+06 | 3,32E+06 | 4,67E+05 | 21 |
| 4,56E+00 | 9,84E+06 | 9,38E+06 | 3,00E+06 | 3,44E+05 | 17,7 |
| 4,64E+00 | 1,02E+07 | 9,64E+06 | 3,22E+06 | 3,49E+05 | 18,5 |
| 6,69E+00 | 1,05E+07 | 1,01E+07 | 2,75E+06 | 2,49E+05 | 15,3 |
| 6,81E+00 | 1,10E+07 | 1,06E+07 | 2,89E+06 | 2,57E+05 | 15,3 |
| 9,82E+00 | 1,10E+07 | 1,07E+07 | 2,55E+06 | 1,79E+05 | 13,3 |
| 1,00E+01 | 1,18E+07 | 1,15E+07 | 2,67E+06 | 1,88E+05 | 13 |
| 1,44E+01 | 1,15E+07 | 1,12E+07 | 2,41E+06 | 1,27E+05 | 12,1 |
| 2,11E+01 | 1,19E+07 | 1,17E+07 | 2,09E+06 | 8,96E+04 | 10,1 |
| 3,10E+01 | 1,22E+07 | 1,21E+07 | 1,88E+06 | 6,27E+04 | 8,82 |
| 4,56E+01 | 1,26E+07 | 1,25E+07 | 1,68E+06 | 4,41E+04 | 7,65 |
| 6,69E+01 | 1,29E+07 | 1,28E+07 | 1,64E+06 | 3,08E+04 | 7,3 |
| 9,82E+01 | 1,34E+07 | 1,33E+07 | 1,46E+06 | 2,17E+04 | 6,24 |
| 1,44E+02 | 1,34E+07 | 1,34E+07 | 1,32E+06 | 1,48E+04 | 5,62 |
| 2,06E+02 | 8,72E+06 | 8,64E+06 | 1,15E+06 | 6,74E+03 | 7,61 |
| 2,11E+02 | 1,37E+07 | 1,36E+07 | 1,15E+06 | 1,03E+04 | 4,81 |
| 3,02E+02 | 8,98E+06 | 8,92E+06 | 9,91E+05 | 4,72E+03 | 6,34 |
| 3,10E+02 | 1,38E+07 | 1,38E+07 | 9,99E+05 | 7,09E+03 | 4,14 |
| 4,42E+02 | 9,05E+06 | 9,01E+06 | 8,02E+05 | 3,26E+03 | 5,09 |
| 4,56E+02 | 1,41E+07 | 1,40E+07 | 9,27E+05 | 4,91E+03 | 3,78 |
| 6,50E+02 | 9,34E+06 | 9,31E+06 | 6,92E+05 | 2,29E+03 | 4,25 |
| 6,69E+02 | 1,42E+07 | 1,42E+07 | 6,03E+05 | 3,39E+03 | 2,42 |
| 9,55E+02 | 9,54E+06 | 9,51E+06 | 7,49E+05 | 1,59E+03 | 4,5 |
| 9,82E+02 | 1,44E+07 | 1,44E+07 | 4,99E+05 | 2,33E+03 | 1,98 |
| 1,40E+03 | 9,54E+06 | 9,52E+06 | 5,86E+05 | 1,08E+03 | 3,52 |
| 2,06E+03 | 9,59E+06 | 9,58E+06 | 5,42E+05 | 7,42E+02 | 3,24 |
| 3,02E+03 | 9,77E+06 | 9,76E+06 | 4,65E+05 | 5,14E+02 | 2,73 |
| 4,42E+03 | 9,86E+06 | 9,86E+06 | 3,85E+05 | 3,55E+02 | 2,24 |
| 6,50E+03 | 9,86E+06 | 9,85E+06 | 3,62E+05 | 2,41E+02 | 2,1 |
| 9,55E+03 | 1,01E+07 | 1,01E+07 | 4,55E+05 | 1,68E+02 | 2,59 |
| 1,40E+04 | 9,88E+06 | 9,87E+06 | 3,35E+05 | 1,12E+02 | 1,95 |
| 2,06E+04 | 1,01E+07 | 1,01E+07 | 3,66E+05 | 7,78E+01 | 2,08 |
| 3,02E+04 | 1,02E+07 | 1,01E+07 | 3,33E+05 | 5,34E+01 | 1,88 |
| 4,42E+04 | 1,03E+07 | 1,03E+07 | 2,69E+05 | 3,69E+01 | 1,5 |
| 6,50E+04 | 1,02E+07 | 1,02E+07 | 3,01E+05 | 2,50E+01 | 1,69 |
| 9,55E+04 | 1,03E+07 | 1,03E+07 | 3,21E+05 | 1,71E+01 | 1,79 |
| 1,40E+05 | 1,03E+07 | 1,03E+07 | 1,06E+05 | 1,17E+01 | 0,59 |
| 2,06E+05 | 1,04E+07 | 1,04E+07 | 8,30E+04 | 8,02E+00 | 0,459 |

BIBLIOGRAFIA

- [1] Capurso M., "Lezioni di scienza delle costruzioni", Pitagora Editrice Bologna, 1998.
- [2] Barnes H.A., Hutton J.F., Walters F.R.S., "An introduction to rheology", Elsevier, Amsterdam, 1989.
- [3] Pipkin A.C., "Lectures on viscoelasticity theory", Springer-Verlag, New York, 1986.
- [4] Madella A., "Il manuale del bitume".
- [5] Sirota E.B., "Understanding the physical structure of asphaltenes to optimise bitumen manufacture", Proceedings of 3rd Euroashalt and Eurobitume Congress, Vienna, Austria, 2004.
- [6] Warth A.B., "The chemistry and technology of waxes", Reinhold, New York, 1956.
- [7] Lu X., Langton M., Olofsson P., Redelius P., "Wax morphology in bitumen", Journal of Materials Science, Vol.40, 2005.
- [8] Edwards Y., "Influence of waxes on bitumen and asphalt concrete mixtures performance", Ph.D Thesis, KTH Architecture and the Built Environment, 2005.
- [9] Montepara A., Giuliani F., "L'invecchiamento primario dei bitumi stradali: analisi sperimentale sulle proporzioni e sull'evoluzione chimica dei gruppi costituenti", X Convegno Nazionale della Società Italiana Infrastrutture Viarie (SSIV), Milano, 1998.
- [10] Merusi F., "Metodi reologici avanzati per l'analisi del comportamento dei bitumi stradali negli stati critici di esercizio", Tesi di Dottorato, Università degli Studi di Parma, Parma, 2009.
- [11] Becker Y., Mendez M.P., Rodriguez Y., "Polymer modified asphalt", Vision tecnologica, Vol.9 N°1, 2001.
- [12] Gordon D.A., "Rheological properties of styrene butadiene styrene polymer modified road bitumens", Fuet, Maggio, 2003.

- [13] Comitato tecnico c.4.3 Pavimentazioni Stradali, “Tecnologie per la produzione di conglomerati bituminosi con processi a bassa temperatura”.
- [14] Simone A., Madella A., Pettinari M., Petretto F., “Interventi di manutenzione con conglomerati bituminosi tiepidi ad alta lavorabilità”.
- [15] Edwards Y., “Influence of waxes on bitumen and asphalt concrete mixtures performance”, Ph.D. Thesis, KTH Architecture and the Built Environment, 2005.
- [16] Hurley, Prowell, “Evaluation of Sasobit® for use in warm mix asphalt”, NCAT Auburn University, 2005.
- [17] Superpave Series N°1, “Superpave”, Asphalt Institute.
- [18] “Asphalt Binder Testing – Technician’s Manual for Specification Testing of Asphalt Binders”, MS-25 First Edition, Asphalt Institute.
- [19] Montepara A., Giuliani F., Capanelli F., “Dal performance grade del legante alle prestazioni dei conglomerati bituminosi. I bitumi modificati al vaglio della norma SHRP”, Rassegna del Bitume, n.52-06, Siteb, Roma, 2006.
- [20] Montepara A., “Valutazione prestazionale dei bitumi stradali secondo la metodologia SHRP”, Giornata di studio sul bitume stradale – l’evoluzione delle specifiche, Enitecnologie, San Donato Milanese (MI), 16 ottobre 2002.
- [21] Anderson D.A., “Binder Characterization and Evaluation”, Volume 3, Physical Characterization, SHRP Report A-369, Strategic Highway Research Program, National Research Council, Washington DC, USA, 1994.
- [22] Solaimanian M., Bolzan P., “Analysis of the integrated model of climatic effect on pavements”, SHRP Report A-637, Strategic Highway Research Program, National Research Council, Washington DC, USA, 1993.
- [23] Huber G., “Weather database for the SUPERPAVETM Mix Design System”, SHRP Report A-648, Strategic Highway Research Program, National Research Council, Washington DC, USA, 1994.

- [24] Sybilski D., "Zero-shear viscosity of bituminous binders and it's relation to bituminous mixtures rutting resistance", Transportation Research Record 1535, pp.15-21, TRB, 1996.
- [25] Sybilski D., "Zero-shear viscosity: phenomena at measurement, interpretation and relation to permanent deformation", Proceedings of the Euroasphalt and Eurobitume Congress, Strasbourg, France, 1996.

RINGRAZIAMENTI

Il mio primo ringraziamento va al Prof. Ing. Giulio Dondi senza il quale questa tesi non avrebbe mai visto la luce.

Un grazie speciale va ai miei correlatori Tottoi e Matteo, per avermi costantemente seguito, sopportato ed aiutato passo dopo passo nella realizzazione di questa tesi. Senza la loro disponibilità e le loro brillanti idee non avrei mai raggiunto questo traguardo.

Ringrazio Cesare per i suoi preziosi consigli e tutti i componenti del DICAM: Fede, Claudio, Giulia, Pier, Valeria e Andrea.

Vorrei ringraziare inoltre il direttore Capanelli Fabio, Massimo, Mario, Tiziana, Stefano e tutto il personale della Valli Zabban S.p.A. per la disponibilità accordatami, per avermi messo a disposizione le attrezzature di laboratorio e per avermi dato la possibilità di vivere un bella esperienza.

Un pensiero speciale va alla mia famiglia. Ai miei genitori Flavio e Lorella che mi hanno permesso di studiare per tutto questo tempo e che mi hanno sempre incoraggiato e sostenuto. A mia sorella Michela che non mi delude mai e sulla quale posso sempre contare.

Un altro ringraziamento va a tutti i restanti componenti della famiglia: nonno Elio, gli zii Roberto, Katia, Renzo e Francesca, i cugini Matteo, Edoardo, Mareta e Marco.

Un immenso grazie a Vale perché da quando è al mio fianco la mia vita è cambiata e se sono quello che sono è anche merito suo. Non smetterò mai di ringraziarla.

Infine un grazie di cuore a tutti i miei amici: Zanna, Greg, Steve, Berto, Balla, Pistul, Tia, Sgubbo, Fede, Sacco, Buga; ai compagni di corso che hanno condiviso con me questo cammino, in particolare: Maina (per avermi passato più volte gli appunti), Laura, Babi, Marghe, Eufi, Albo, Lisa, Chiara e Gabri (disperso in quel di San Diego); ai componenti dell'AC Mordano: Mondo, Ciocco, Diego, Brio, Cioffi, Erick, Luchino, Michi, Sam, Ippo, Simo e Gas; a tutti i bimbi della scuola calcio che ho allenato e agli amici del mare.