

# Sulla necessità di collegare le caratteristiche del legante bitume alle prestazioni del conglomerato

*Understanding asphalt trends: the need to link binder characteristics with performance*



## RIASSUNTO

Nel n° 84/16 della Rassegna è stata riportata una sintesi delle attività del Western Research Institute (WY, USA), centro di eccellenza per le ricerche sul bitume. Il presente articolo (dato in esclusiva alla Rassegna e tradotto dal Prof. Giavarini) riporta una breve descrizione delle più recenti ricerche effettuate presso il WRI su un gran numero di leganti, modificati e non, per cercare di stabilire correlazioni tra composizione e prestazioni del conglomerato, con l'aiuto di moderne tecniche analitiche messe a punto nell'Istituto stesso. Ciò nell'ottica di una crescente variabilità e complessità dei leganti e della loro qualità, che hanno impatti spesso negativi sulla durabilità delle pavimentazioni.

## SUMMARY

*In the wake of a growing asphalt variability as a result of economic and geopolitical constraints, the asphalt industry is facing challenges of quality consistency and early failures. New innovative and relevant analytical tools and approaches are being developed particularly at WRI to address the challenges and advance from trials and errors to modelling and predictions. The two WRI studies Fingerprint and AIRC have allowed to demonstrate the concept proof, and the validation of chemometric correlations. Relevant correlations with high correlation coefficient were obtained for SAR-AD™ fractions and DSC parameters with binder rheological properties, specification parameters, as well as asphalt mix properties.*

## 1. Introduzione e contesto

I modi di produrre il bitume sono cambiati in modo significativo a partire dalla introduzione di SHRP Superpave; ciò a causa di varie ragioni sia economiche, che tecniche, che ambientali (a parte quelle dovute alle specifiche). Il mondo del petrolio è cambiato: la raffinazione si è dovuta adattare e così pure i fornitori di bitume.

Variate sono le miscele di grezzi e correnti di raffineria; si usano più additivi di varia origine, e molti altri sono in via di sviluppo. Il riciclaggio è diventato pratica comune, così come gli asfalti tiepidi. Oggi è una eccezione il considerare il bitume come un residuo della semplice distillazione sotto vuoto.

Come esempi di tale variabilità, sono comuni le unità di *coking* in America e quelle di *visbreaking* in Europa, per aumentare le rese in benzina e in gasolio; i grezzi USA provenienti da *fracking* sono talvolta co-processati con i grezzi pesanti canadesi; i residui da *vacuum* possono essere miscelati con residui deasfaltenati o con basi ossidate, o con basi più soffici, o con vari oli.

Nel frattempo sono stati introdotti vari additivi che prima non esistevano: accanto a polimeri come SBS, sono comparsi nuovi polimeri come i ter-polimeri funzionali, speciali gradazioni di SBS, additivi per migliorare le temperature critiche (come il PPA, acido polifosforico) o come i residui degli oli lube riciclati; presenti sul mercato anche additivi per asfalti tiepidi e per il riciclaggio, originati da biomasse. È diventata problematica la comprensione del loro ruolo e del loro comportamento nel legante e nel conglomerato; i metodi e gli strumenti per studiare, quantificare e analizzare il loro comportamento non hanno seguito la stessa evoluzione. Il risultato di tutto ciò è una aumentata variabilità e inconsistente qualità, che non sono rivelate dalle attuali specifiche.

Quando le miscele non sono ben formulate e controllate, vengono immessi nel mercato dei leganti che danno problemi. Le conseguenze si traducono in minore durabilità, con formazione prematura di fessurazioni superficiali e di ormaie. Questi problemi non sono presi in considerazione

dalle attuali specifiche Superpave. Pur essendo un progresso rispetto alle precedenti, le attuali specifiche, come il Superpave, sono semi-empiriche e non veramente prestazionali. Anche le nuove specifiche IMO per i combustibili marini potranno avere un impatto sulla raffinazione e far sì, ad esempio, che i residui da *visbreaking* confluiscono nel mercato dei bitumi; questi residui hanno proprietà diverse dagli altri, non catturate dalle specifiche Superpave.

Molto importante è diventato anche il problema della compatibilità dei leganti, tra di loro e con additivi o miscele, inclusi i leganti invecchiati. Se non sono ben controllati e progettati, i leganti non convenzionali possono diventare problematici. Essi hanno di solito un basso  $\Delta T_c$ , che è un parametro reologico a bassa temperatura, correlato con la fragilità. Questi leganti sono generalmente sbilanciati, incompatibili, non omogenei, con struttura e comportamento reologico molto complessi. La loro composizione può includere una o più delle seguenti caratteristiche di formulazione:

- ▶ bitumi ossidati (soffiati);
- ▶ residui da deasphalting (SDA);
- ▶ miscele da *visbreaking*;
- ▶ leganti cerosi;
- ▶ miscele non compatibili da grezzi da *fracking* con grezzi pesanti;
- ▶ bitumi modificati non omogenei, con EVA, SBS, ter-polimeri o additivi come PPA, cere, REOB, oli vegetali;
- ▶ miscele con alte percentuali di RAP/RAS.

C'è da notare comunque che, se progettate e controllate bene, queste miscele si comportano bene.

La **Fig. 1** mostra alcuni esempi di strutture complesse viste tramite la microscopia a forza atomica (AFM) e tramite il diagramma reologico DSR (angolo di fase in funzione del modulo complesso). In figura sono mostrati i casi di un legante modificato con una paraffina Fisher-Tropsch (FT); il legante modificato con il 3% di FT mostra una immagine AFM (denominata FT wax) che rivela una complessa microstruttura, responsabile di un comportamento reologico molto importante.



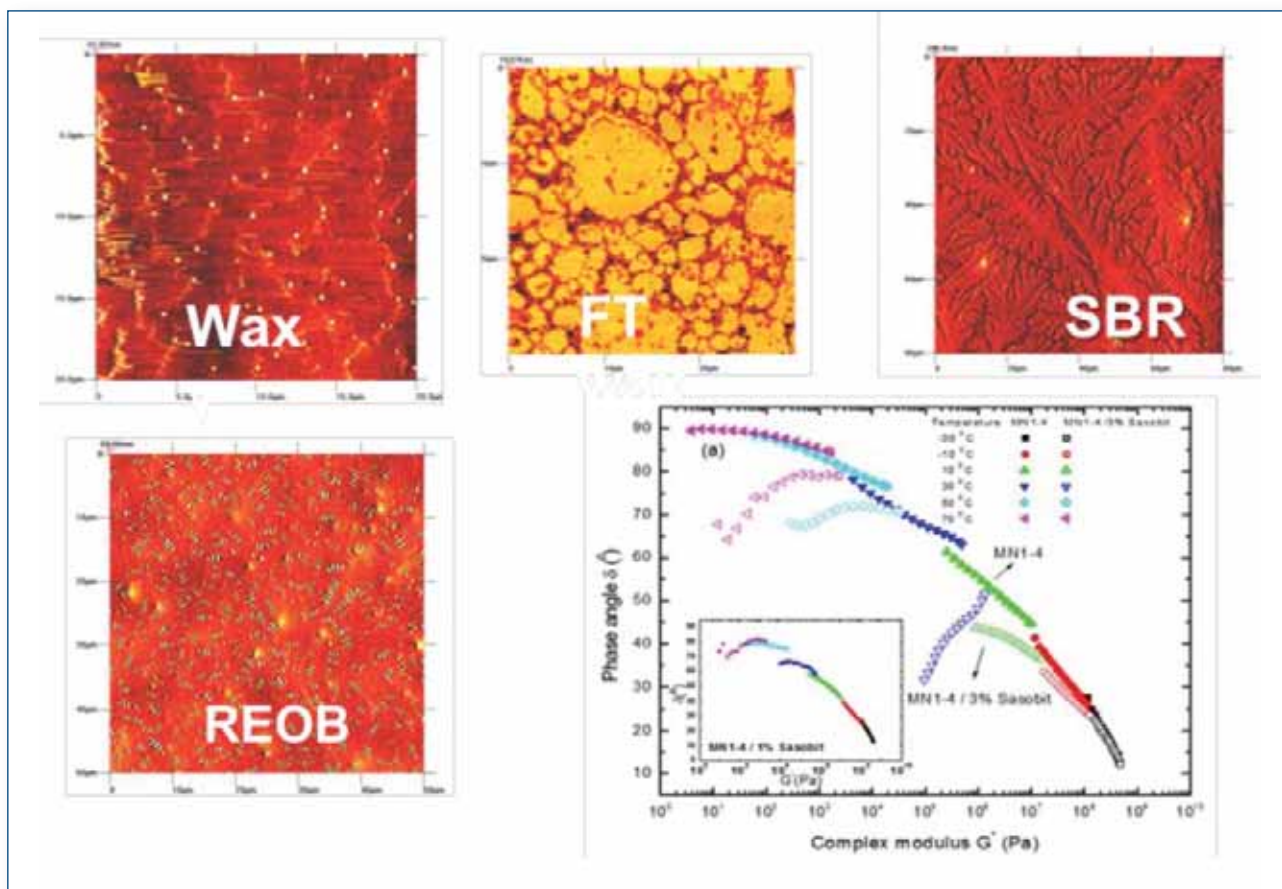


Fig. 1 Leganti con microstruttura e comportamento reologico complessi

## 2. Un nuovo approccio chimico-meccanico ed esempi di applicazione

Per quanto detto, è diventata molto importante la ricerca di relazioni e correlazioni tra le proprietà del legante bituminoso (e del conglomerato) e le prestazioni della pavimentazione. Per fare passi avanti, il Westren Research Institute di Laramie ha offerto, promosso e attratto vari partner, onde lanciare studi dedicati alla identificazione dei leganti bituminosi, in termini di composizione chimica, quantificando le relative relazioni. Il primo studio con Eurovia era concentrato su leganti non modificati di varia origine e provenienti da processi diversi di raffinazione; esso coinvolgeva un conglomerato asfaltico standard, progettato con 15 diver-

si leganti e due tipi di aggregati. La caratterizzazione della miscela includeva diverse prestazioni, dall'ormaiamento, alla resistenza a fatica e al cracking. L'analisi della composizione dei leganti comprendeva i recenti metodi WRI di frazionamento SAR-AD™ per separare le varie frazioni del bitume, incluse tre frazioni polari degli asfalteni, come mostrato in Fig. 2. Il metodo SAR-AD™ può seguire l'invecchiamento, le modifiche, gli additivi, i processi di raffinazione e può essere impiegato per varie frazioni idrocarburiche pesanti. Per identificare e sviluppare le correlazioni è stata attuata una analisi chemiometrica con l'impiego del nuovo software ExpliFit™ basato su una regressione lineare multipla. Questi strumenti sono stati sviluppati dal WRI a seguito di un contratto con la Federal Highways Admini- ➤

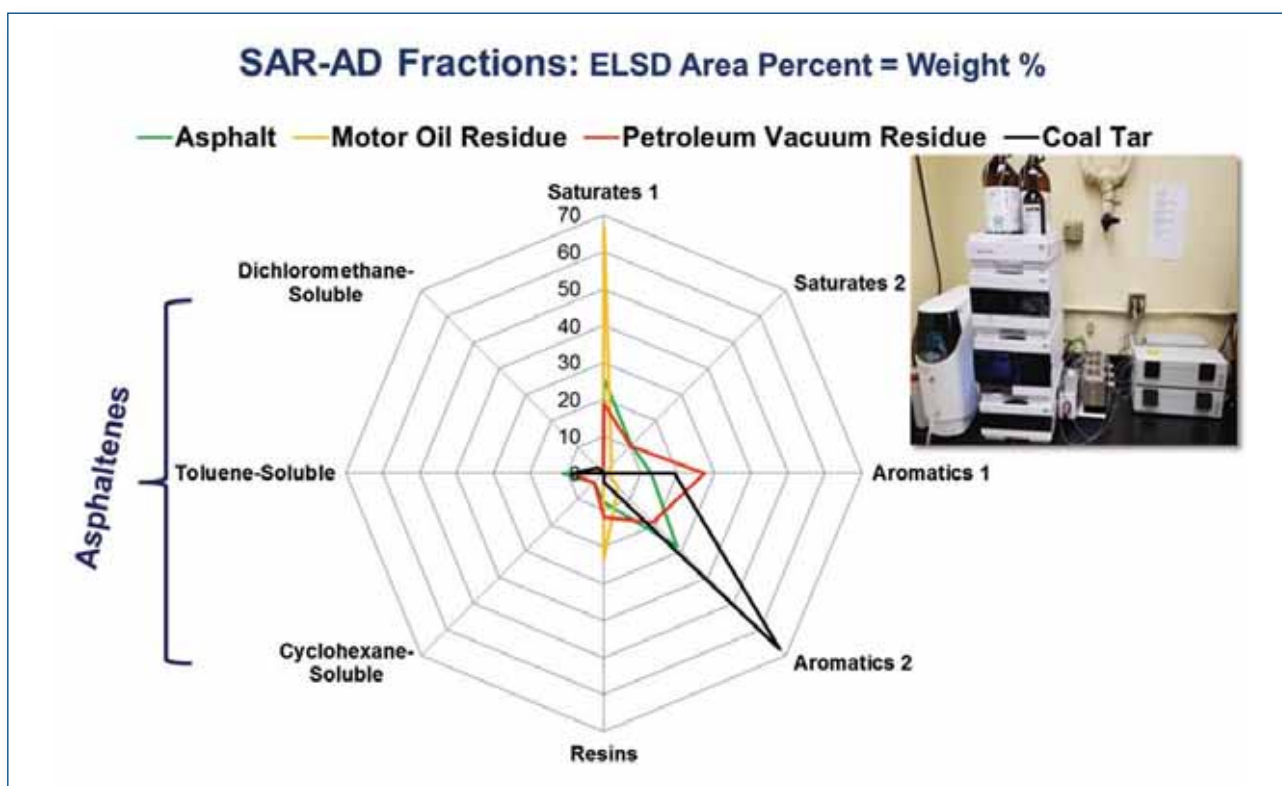
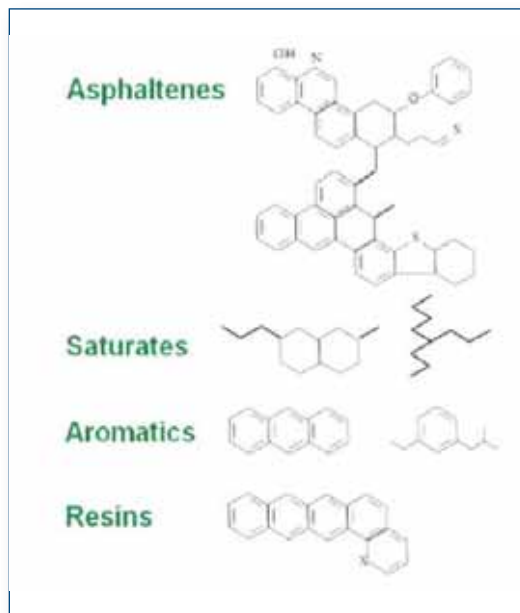
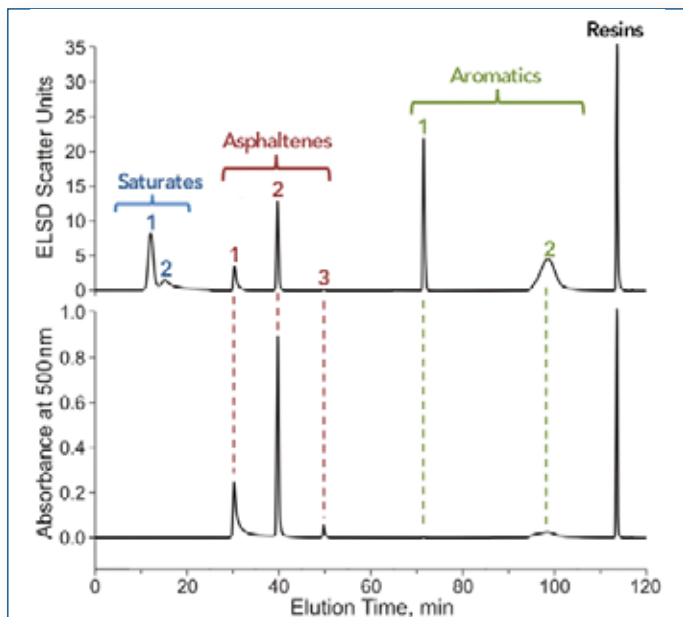


Fig. 2 SAR-AD™ un nuovo strumento per analizzare la composizione chimica del bitume, sulla base di solubilità e cromatografia. Coglie la complessità e continuità delle molecole del bitume in funzione della loro polarità e aromaticità

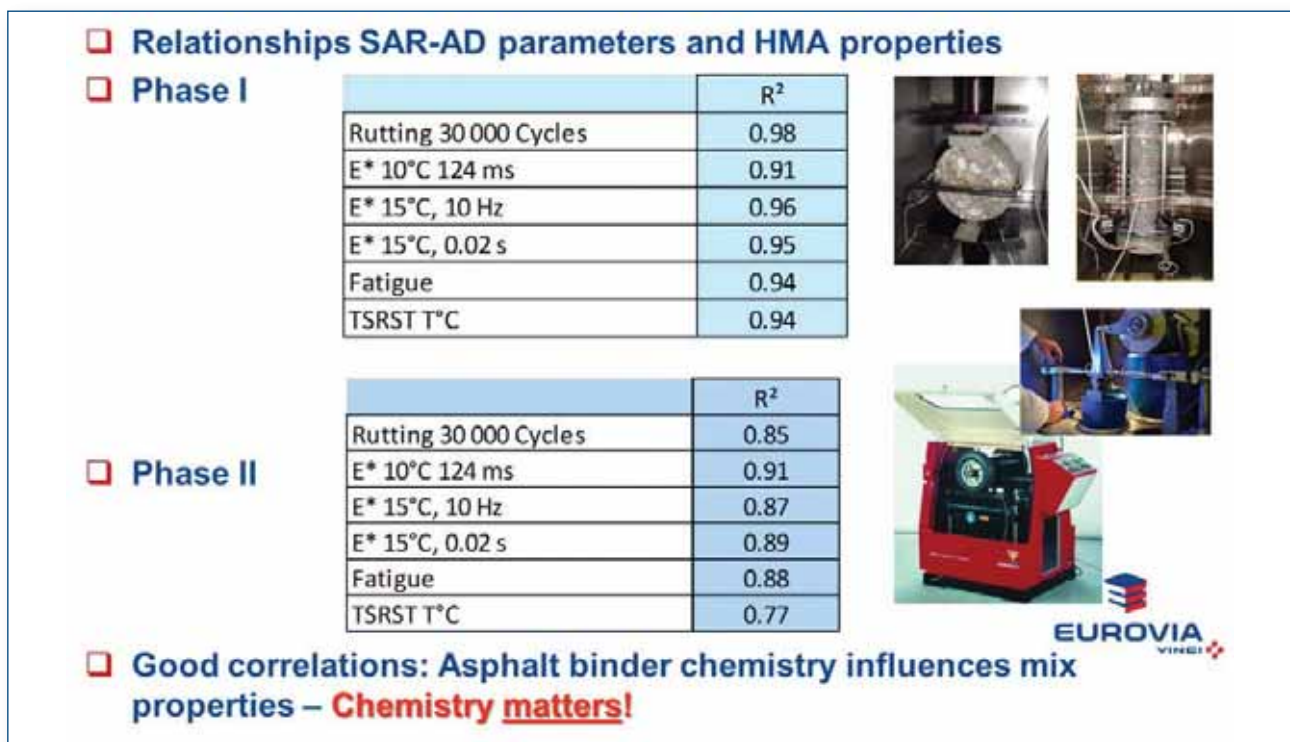
stration (FHWA). La Fig. 3 mostra che sono state trovate correlazioni significative che legano la composizione chimica del legante alle caratteristiche meccaniche sia del legante che del conglomerato, a conferma della validità del concetto sviluppato nella ricerca.

### 3. Il consorzio di ricerca dell'industria dell'asfalto (AIRC)

Il WRI ha lanciato l'AIRC nel 2015 per validare questo approccio e per aiutare i partner industriali a predire il comportamento dei loro leganti nelle applicazioni stradali. Gli otto partecipanti dell'Anno-1 presentavano una varietà internazionale di tre fornitori, due contractor, e due agenzie governative: BRRC (Belgio), Husky Energy (Canada), Eiffage TP (Francia), Surfax (Messico), IFSTAR (Francia), Repsol (Spagna), WRI (USA).

Il programma era incentrato sul "fingerprinting", ovvero sul tracciare le "impronte" caratteristiche dei leganti, per controllare la variabilità delle fonti e l'effetto sulle proprietà. Il piano di lavoro includeva 52 leganti bituminosi, non-modificati, modificati con polimeri o additivi, miscele, e alcuni bitumi SHRP e AIRC come riferimenti di confronto. Come mostrato in Fig. 4, essi appartenevano a una grande varietà di gradazioni PG.

La vasta gamma di leganti ha mostrato che non è sufficiente considerare la composizione tramite SAR-AD, ma che è necessario un altro strumento. Questa tecnica di separazione non tiene conto delle associazioni e interazioni tra le frazioni, e neppure della cristallizzazione delle paraffine naturalmente presenti nel bitume. Particolarmente utile per studiare le proprietà a bassa temperatura si è rivelata la Calorimetria Differenziale a Scansione (DSC), tec- »



**Fig. 3** Combinando i risultati delle frazioni SAR-AD™ con le caratteristiche del conglomerato e usando il software ExpliFit™ si può mostrare e quantificare quanto importante sia la composizione chimica del bitume nei confronti dell'ormaiamento, del modulo di rigidità, della fatica e del cracking, per un dato conglomerato



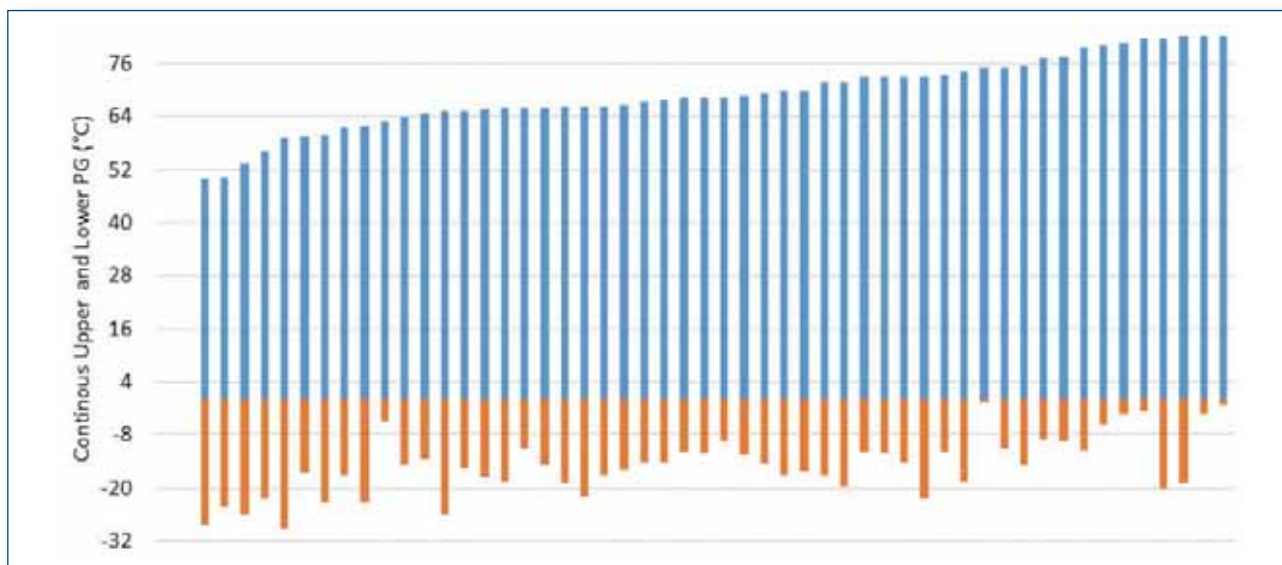


Fig. 4 PG continuo per i campioni del primo anno del progetto AIRC

nica analitica che permette di misurare gli effetti eso ed endotermici, come la fusione e cristallizzazione delle paraffine, e le transizioni come la Tg (Transizione vetrosa). Una successiva fase di studio ha permesso di combinare i risultati di entrambe le tecniche analitiche per ricavare ulteriori correlazioni e previsioni di comportamento dei leganti e conglomerati (Fig. 5).

#### 4. NCHRP 9-60: applicazione dei concetti sviluppati in un progetto nazionale

NCHRP 9-60 è un importante progetto dell'industria USA e Canadese, che ha lo scopo di migliorare ed eventualmente sostituire le attuali specifiche a bassa temperatura per prevenire premature rotture delle pavimentazioni. Questo progetto trae vantaggio da quanto prima fatto: prima di tutto nella selezione di 45 leganti che rappresentano le composizioni più problematiche prima citate, così come di alcuni leganti di qualità, oltre a bitumi SHRP di riferimento. Almeno la metà di questi leganti sono modificati con polimeri, con additivi o con prodotti "bio". Molti sono miscele di varie frazioni provenienti da raffinerie europee e americane. Metà dei leganti sono già stati applicati e

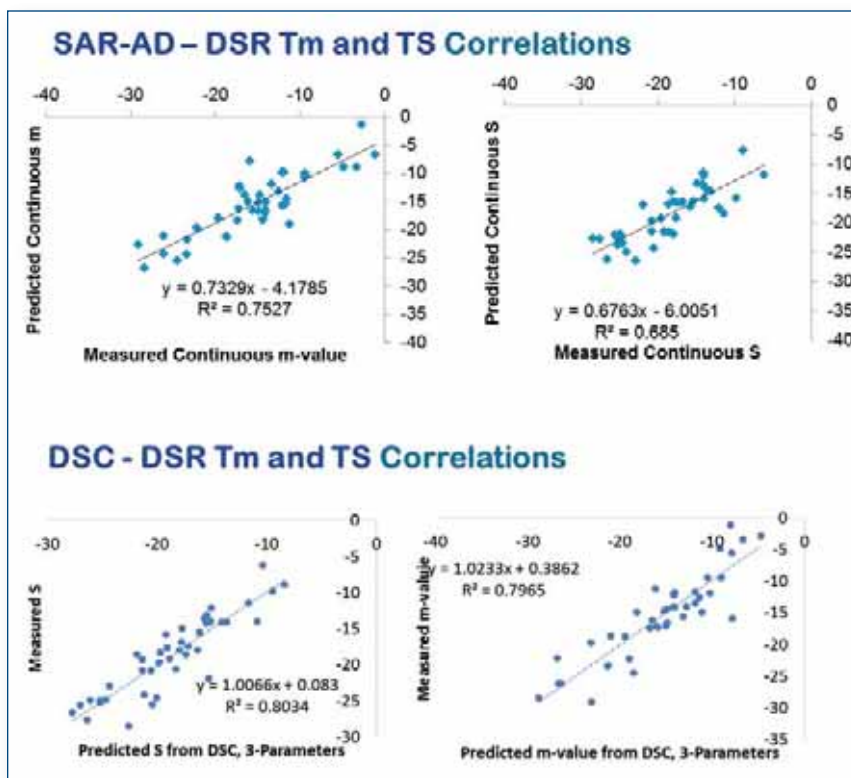
controllati nelle pavimentazioni, a vari livelli di invecchiamento e di contenuto di RAP, grazie alla collaborazione di vari dipartimenti dei trasporti (DOT) canadesi e di Stati americani, sia al nord che al sud del Paese.

È stato fatto un esteso esame della letteratura e un survey in tutta la nazione per fissare il piano di lavoro, che è tutt'ora in corso, come mostrato in Fig. 6.

Esso si basa sull'approccio chimico-meccanico sviluppato con AIRC, ma va oltre. Ciò specialmente per le validazioni in campo, per la considerazione dell'invecchiamento ossidativo di lungo termine, per l'indurimento fisico e per l'auto-chiusura delle fessurazioni (*healing*).

#### 5. Conclusioni e prospettive

Nell'ottica di una crescente variabilità della tipologia e qualità dei leganti, l'industria dell'asfalto sta affrontando i problemi relativi alla consistenza della qualità e ai prematuri deterioramenti delle pavimentazioni. Allo scopo, sono in corso di sviluppo nuovi approcci e strumenti analitici, soprattutto presso il WRI. I due studi "Fingerprint" e AIRC hanno confermato la validità dell'approccio adottato. Sono state ottenute e validate correlazioni tra le frazioni SAR-AD, i parametri DSC e le proprietà reologiche, sia dei le-



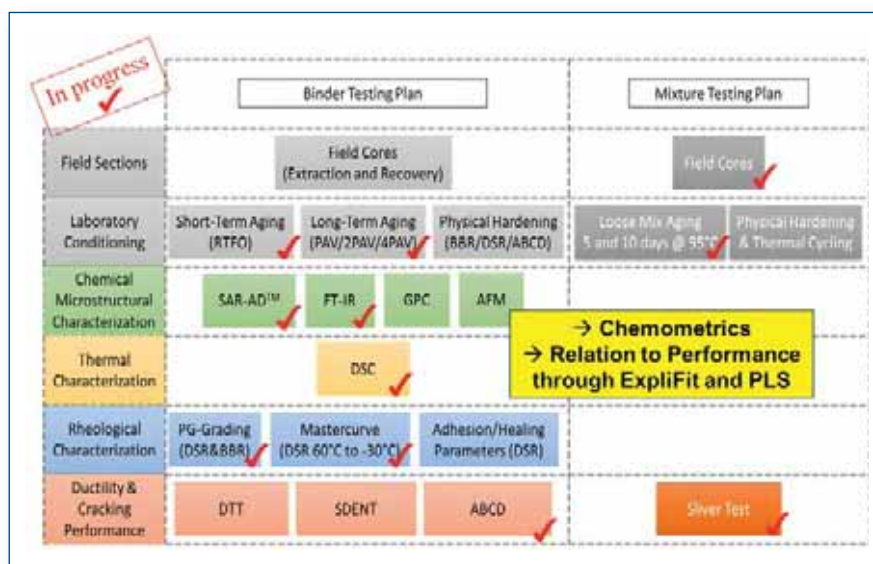
**Fig. 5** Correlazioni tra i dati SARA-AD o DSC e i dati DSR

me l'angolo di fase del legante rispetto al *micro-strain* con un carico di un miliardo di cicli. Confermata anche l'importanza di valutare il conglomerato ad un giusto livello di invecchiamento, particolarmente nei confronti del cracking. Il progetto AIRC è giunto al secondo anno con una ancor più estesa gamma di leganti, per migliorare ed estendere le correlazioni e passare ad altre aree, come l'invecchiamento del legante e la compatibilità con vari modificanti. Anche il progetto NCHRP è in corso e affronterà con maggior dettaglio altri aspetti del *thermal cracking*, non specificamente studiati fino ad ora. Lo scopo ultimo è quello di sviluppare e proporre un nuovo e più significativo parametro di riferimento.

ganti che dei conglomerati.

L'impatto del legante è molto elevato sui moduli di rigidità e a fatica del conglomerato. Le proprietà del legante non sono tutto: è stato confermato anche l'impatto degli aggregati, specialmente sulla sensibilità all'acqua e sulle proprietà di compattazione.

Alcuni importanti risultati collaterali hanno confermato la validità di indicatori prestazionali come il modulo di rigidità ( $G^*$  o  $E^*$ ), i parametri di *thermal cracking* (rilassamento ( $\Delta T_c$ ,  $T_{cr}(m)$ ) verso la  $T$  di cracking), la resistenza all'ormaiamento ( $G^*/\sin\delta$  o  $J_{nr}$  a  $60^\circ C$ ). Sono stati trovati nuovi possibili indicatori, co-



**Fig. 6** Piano di lavoro NCHRP 9-60, previsto per legare la composizione del legante, le proprietà in varie condizioni (laboratorio e campo) e le prestazioni del conglomerato sul campo; ciò per proporre nuove specifiche per i leganti a riguardo del cracking a bassa