

**SITEBSi srl**

# Rassegna del bitume

**RIVISTA DEL SITEB-ASSOCIAZIONE ITALIANA BITUME ASFALTO STRADE**

ESTRATTO DAL N° **26/96**

**Reologia dei bitumi: esempi di applicazione delle misure reometriche**

**Bitumen and rheology: some applications of rheometric tests**

*Francesca Bonemazzi*

*Università di Roma "La Sapienza", Dipartimento di Ingegneria Chimica*

# Reologia dei bitumi: esempi di applicazione delle misure reometriche

## Bitumen and rheology: some applications of rheometric tests

FRANCESCA BONEMAZZI

Dipartimento di Ingegneria Chimica - Università di Roma "La Sapienza"

### Riassunto

*Per assicurare un migliorato comportamento prestazionale dei materiali bituminosi, la struttura del bitume è oggetto di studi sempre più approfonditi. A questo riguardo la reologia rappresenta al tempo stesso un campo ed uno strumento di indagine dalle ampie potenzialità non ancora del tutto esplorate.*

*Nel seguente esempio ci si è avvalsi di un reometro rotazionale operante in deformazione controllata per studiare le caratteristiche sol-gel di due serie di bitumi soffiati a vari gradi di ossidazione, e di un bitume trattato per aggiunta di un additivo acido (acido polifosforico): i risultati sperimentali confermano la possibilità di ottenere interessanti informazioni sul cambiamento di struttura colloidale dei bitumi in seguito a modifiche sia di tipo "fisico" (soffiatura) che di tipo "chimico" (additivazione con acido).*

### Summary

*Rheometric tests are nowadays recognized as useful tools in order to investigate the structure of bituminous material. In the following example a dynamic, controlled shear rheometer was used to investigate the sol-gel structure of two series of blown bitumens and of a bitumen treated with an acid. The data confirm that the bitumen colloidal structure changes by means of "physical" (blowing) or "chemical" (acid addition) modifications of bitumens.*

### Dati sperimentali

La maggiore attenzione alla riuscita prestazionale del bitume, ne ha incentivato, in questi ultimi anni, lo studio con mezzi tradizionalmente appannaggio della ricerca "pura". Si stanno infatti affermando tecni-

che che misurano proprietà reologiche "fondamentali", come il modulo complesso ( $G^*$ ), la viscosità complessa ( $\eta^*$ ), l'angolo  $\delta$  di sfasamento tra componente viscosa (in fase) ed elastica (fuori fase) della risposta alla sollecitazione dinamica (in oscillazione), i moduli viscoso ( $G''$ ) ed elastico ( $G'$ ), o combinazioni degli stessi, come le recenti normative SHRP suggeriscono [1].

L'interesse crescente per questo tipo di approccio è testimoniato dai recenti workshops tenutisi a Bruxelles e a Roma, entrambi incentrati sulla reologia dei bitumi (workshop del 5-7 Aprile 1995 organizzato da Eurobitume e workshop del 3 Maggio 1995 organizzato dal SITEB). L'uso di tests reometrici come mezzo di indagine e di controllo della struttura colloidale dei bitumi ne è un valido esempio. I bitumi da distillazione (SR) e visbreaking (VB) non soffiati, presentano generalmente caratteristiche sol, o sol-gel, intermedie tra i due [2], mentre, per i bitumi soffiati, è ormai accettata [2;3] la teoria relativa ad una strutturazione di tipo gel delle micelle asfalteniche nella fase maltenica. A tali tipologie colloidali dei bitumi, si fanno corrispondente [2; 4] tre specifici comportamenti reologici: newtoniano per i sol, viscoelastico per i sol-gel ed elastico per i gel.

Come esempio di applicazione, un "asphalt analyzer rheometer" (Rheometrics RAA) operante in oscillazione, a deformazione controllata, è stato utilizzato per studiare due serie di bitumi (provenienti da distillazione diretta e da visbreaking) a differente stadio di ossidazione, ed un bitume trattato chimicamente mediante l'aggiunta di acido polifosforico (3% in peso) senza soffiaggio [5].

Per quanto riguarda i bitumi soffiati, l'effetto della crescente ossidazione si ripercuote sull'andamento, in funzione di T, di tutte le variabili reologiche classiche ( $G^*$ ,  $G'$ ,  $G''$ ,  $\gamma^*$ ), in particolare di  $Tg\delta$  ( $= G''/G'$ ), che ha il pregio di ben rappresentare, in

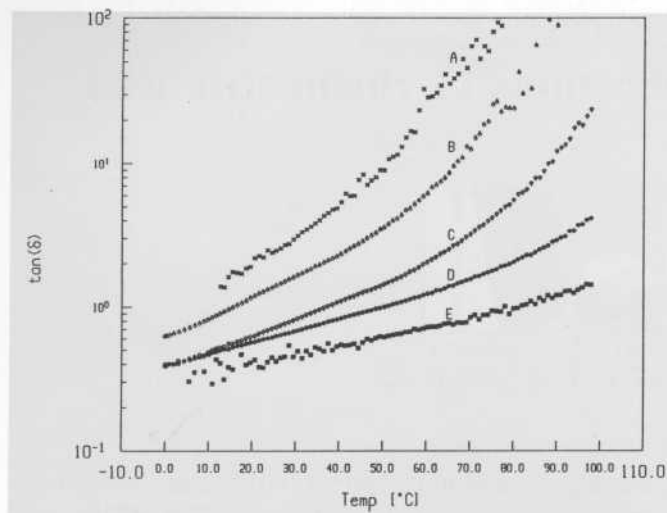


Fig. 1 - Valori di  $Tg\delta$  in funzione della temperatura per il bitume VB a differenti gradi di ossidazione: A) bitume non ossidato; B) 0.5h di ossidazione; C) 1h di ossidazione; D) 3h di ossidazione; E) 4h di ossidazione.

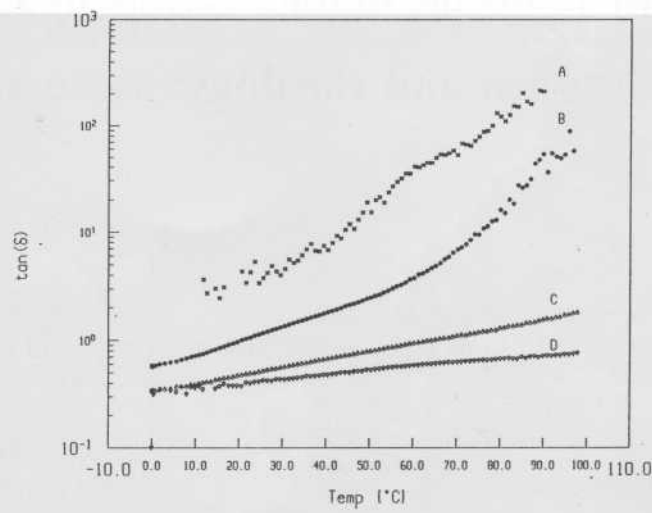


Fig. 2 - Valori di  $Tg\delta$  in funzione della temperatura per il bitume SR a differenti gradi di ossidazione: A) bitume non ossidato; B) 1h di ossidazione; C) 2h di ossidazione; D) 2h40' di ossidazione

un'unica curva (isocrona a  $\omega = 10 \text{ rad/s}$ ), il comportamento visco-elastico del campione in esame. Come si nota dalle Fig. 1 e 2, il grado di ossidazione crescente modifica in modo evidente la pendenza delle suddette curve: l'aumento del carattere gel del bitume col procedere dell'ossidazione rende il campione sempre più elastico, aumentando  $G'$  e diminuendo così il valore di  $Tg\delta$ . I due bitumi SR e VR originali presentano un comportamento sostanzialmente analogo (si noti che le scale delle ordinate nelle curve di figg. 1 e 2 sono leggermente diverse).

Correlando i valori della pendenza delle curve sopra

citare nel loro tratto lineare ( $T = 0 \div 60^\circ\text{C}$ ) con i valori di palla&anello, penetrazione e percentuale di asfalteni, ai diversi gradi di ossidazione, si ottengono buoni coefficienti di correlazione (dell'ordine di 0.98) considerando una regressione di potenza ( $y = ax^b$ ).

Nella Fig. 3 e 4, sono riportate le curve dette di "Cole-Cole" (isoterme in scansione di frequenza) relative agli stessi campioni di cui sopra. Sono riportati  $\eta'$  ( $= G''/\omega$ ) e  $\eta''$  ( $= G'/\omega$ ), ottenuti a  $T = 60^\circ\text{C}$ , in un intervallo di frequenza  $0.05 \div 450 \text{ rad/s}$  su scala bilogarithmica. Anche in tal caso, come per le isocrone

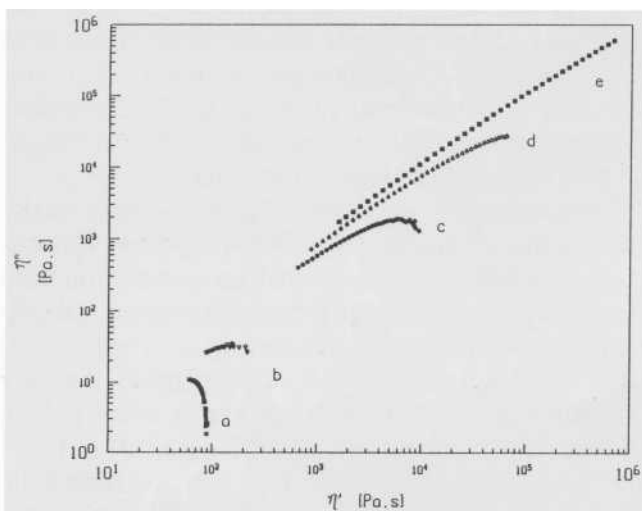


Fig. 3 - Curve di Cole-Cole del bitume VB a differenti gradi di ossidazione; a) bitume non ossidato; b) 0.5h di ossidazione; c) 1h di ossidazione; d) 3h di ossidazione; e) 4h di ossidazione

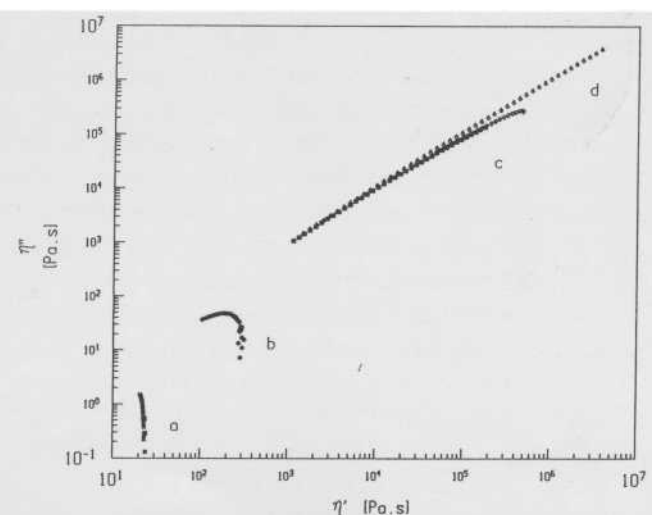


Fig. 4 - Curve di Cole-Cole del bitume SR a differenti gradi di ossidazione: a) bitume non ossidato; b) 1h di ossidazione; c) 2h di ossidazione; d) 2h40' di ossidazione.

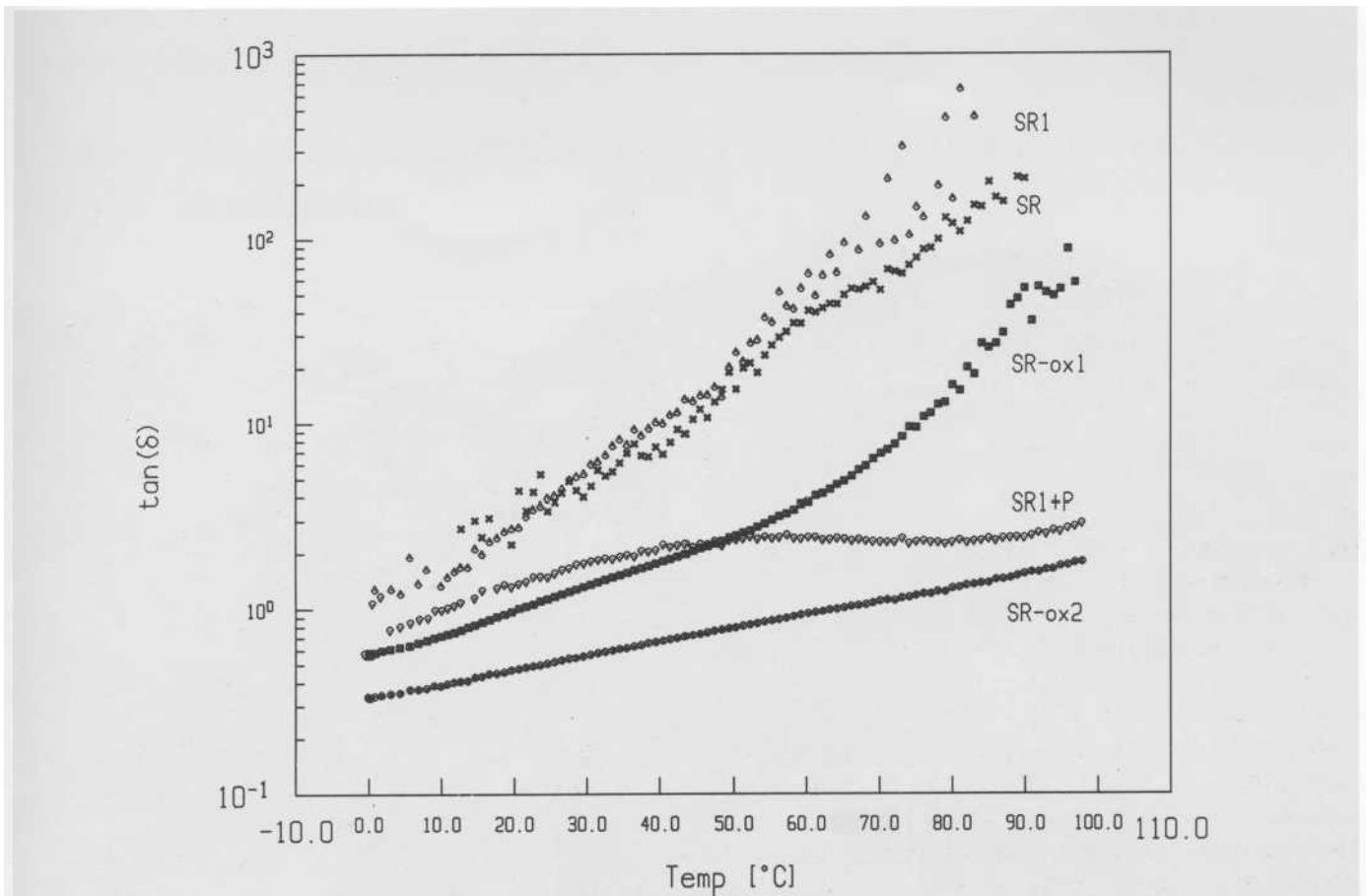


Fig. 5 - Confronto tra bitume SR prima e dopo ossidazione (1h di ossidazione, SR-ox1, e 2h di ossidazione, SR-ox2), e bitume SR1 prima e dopo il trattamento con acido polifosforico (SR1+P)

precedentemente viste, il passaggio da sol a gel del bitume di partenza è decisamente testimoniato da una netta evoluzione dell'andamento delle curve: da quello che in scala lineare si avvicina ad un arco di circonferenza per il bitume non ossidato (tipico dei materiali non strutturati), ad un andamento praticamente rettilineo (tipico dei materiali fortemente strutturati) per il bitume ad alti gradi di ossidazione. La Fig. 5 riporta il confronto tra il bitume SR già citato, un bitume di provenienza diversa (SR1), e quest'ultimo trattato con il 3% di acido polifosforico. È stato suggerito che l'effetto dell'aggiunta di composti fosforici al bitume sia paragonabile a quello di una ossidazione [5]; le curve reometriche  $Tg\delta$  in funzione di T confermano questa ipotesi: mentre infatti gli andamenti relativi ai bitumi di partenza, SR e SR1, sono praticamente sovrapponibili, la curva relativa al bitume trattato con acido polifosforico presenta un andamento che si avvicina a quelli del bitume dopo 1 e 2 ore di ossidazione. Nel caso del bitume additi-

vato, "l'effetto gel" si evidenzia a partire da temperature di  $30 \div 40^\circ\text{C}$ .

#### Riferimenti bibliografici

- [1] Preprint of International Conference: *Strategic Highway (SHRP) and Traffic Safety on two Continents*; The Hague, The Netherlands, 22-24/9/1993.
- [2] Lin J-R, Lian H., Sadeghi Kazem M., Yen Teh Fu: Asphalt colloidal types differentiated by Korcak distribution; *Fuel*, 70, 1439 (1991).
- [3] Moschopedis S.E., Speight J.G.: *Fuel*, 54, 210 (1975).
- [4] Zavatti M., in: *Petrolio*, di Girelli A.; Ed. Tamburini, cap. 10, pag. 675 (1969).
- [5] De Filippis P., Giavarini C., Scarsella M.: Improving the ageing resistance of straight run bitumens by addition of phosphorus compounds; in stampa: *Fuel*, 74 (1995).