



SAPIENZA
UNIVERSITÀ DI ROMA

Malte a base di calce idraulica naturale modificate con fibre corte di basalto per la conservazione del patrimonio culturale e per l'edilizia sostenibile

Dipartimento Ingegneria Chimica Materiali Ambiente (DICMA)

Candidato Ph.D
Gaia Quattrociochi
982460

Tutor
Prof. Maria Laura Santarelli

XXIX CICLO DI DOTTORATO
in INGEGNERIA ELETTRICA, DEI MATERIALI, E DELLE NANOTECNOLOGIE (EMNE)
Curriculum in Ingegneria dei Materiali

INDICE

Abstract.....	p. 1
Introduzione.....	p. 3
Capitolo 1. L'uso delle fibre di basalto nell'edilizia e nel restauro: stato dell'arte.....	p. 4
1.1 Introduzione.....	p. 4
1.2 Le fibre di basalto.....	p. 4
1.2.1 Sicurezza della fibra di basalto.....	p. 10
1.3 Compositi fibrorinforzati nel settore edile a base cemento.....	p.12
1.4 Uso delle fibre di basalto nel restauro	p.13
1.4.1 Il caso studio.....	p.15
1.4.2 Sul supporto dei mosaici nel restauro.....	p.20
1.5 Riferimenti bibliografici.....	p.23
Capitolo 2. Caratterizzazione dei materiali.....	p.31
2.1. Introduzione	p.31
2.2 Selezione dei materiali.....	p.32
2.2.1 Il legante idraulico.....	p.32
2.2.2 L'aggregato.....	p.36
2.2.3 Fibre di basalto.....	p.37
2.3 Caratterizzazione chimica dei leganti idraulici.....	p.40
2.4 Determinazione granulometrica degli aggregati.....	p.49
2.5 Caratterizzazione chimica e fisica delle fibre.....	p.53
2.6 Riferimenti bibliografici.....	p.60
Capitolo 3. Preparazione dei campioni.....	p.65
3.1 Design della miscela.....	p.65
3.1.1 Determinazione della corretta quantità di acqua e comportamento delle fibre	p.65
3.1.2 Metodo di miscelazione	p.70
3.2 Quantità di fibre	p.76
3.3 Preparazione dei campioni.....	p.77
3.4 Riferimenti bibliografici.....	p.81

Capitolo 4. Caratterizzazione meccanica delle miscele ottenute.....	p.84
4.1 Scelta preliminare del legante	p.86
4.2 Studio di malte a base di NHL 5.....	p.95
4.3 Miscela 1: NHL5 + sabbia+ fibre chopped.....	p.102
4.3.1 Tenacità del materiale.....	p.109
4.4 Miscela 2: NHL 5 + aggregato pozzolanico + fibre	p.113
4.5 Assorbimento capillare di acqua e misure indirette di porosità	p.116
4.6 Riferimenti bibliografici.....	p.128
Capitolo 5. Discussione dei risultati	p.132
5.1 Riferimenti bibliografici.....	p.172
Capitolo 6. Discussione statistica dei risultati.....	p.176
6.1 Riferimenti bibliografici.....	p.215
Conclusioni.....	p.217

Ringraziamenti

Vorrei ringraziare i Professori M.L. Santarelli, F. Sarasini, J. Tirillò, M. Valente, e T. Mangialardi dell'Università degli Studi di Roma "La Sapienza", senza i quali questa ricerca non esisterebbe, per la loro notevole gentilezza e disponibilità; l'Ing. M. Albe`, S. Colandrea, e la Dott.ssa M. Zuena per la loro incomparabile assistenza e collaborazione; la mia famiglia, Veronica, Loredana, Ilaria, Raniero, Bianca, e Andrea per il prezioso supporto (morale e pratico), Paola e Valeria per la pazienza, e infine Andrea, per tutto.

Abstract

The research aims at the improvement of mechanical and physical characteristics of hydraulic mortars through the addition of different morphologies of short fibers to be applied in the fields of Cultural Heritage and sustainable architecture. It is well known that the incorporation of short fibers in mortar and concrete products can reduce plastic shrinkage, as well as improve some of their properties such as toughness, flexural strength and durability. Amongst the available fibers, basalt ones were chosen because of the excellent results shown in other applications, their quite recent entrance into the industrial market and their environmentally friendly character, since they are considered natural because obtained from basalt rocks. Mechanical properties of natural hydraulic lime-based mortars reinforced with randomly distributed smooth basalt fibers were evaluated through the use of compressive test and three-point bending test to determine flexural properties and modification of flexural toughness. Water absorption and capillary water absorption were an additional parameter used to understand the open porosity of the composites. Morphological observations were carried out by optical microscope and scanning electron microscope to explain the interaction between fibers and matrices, especially to observe fracture propagations. Different contents, sizings, lengths, diameters and types of fibers were studied.

La ricerca è volta al miglioramento per aggiunta di fibre corte di basalto in diverse morfologie delle proprietà meccaniche e delle caratteristiche fisiche di malte idrauliche per applicazioni nell'ambito dei beni culturali e dell'architettura sostenibile. In letteratura è noto come l'inglobamento di fibre corte in malte e calcestruzzi sia efficace nella riduzione del ritiro plastico, nonché nel miglioramento di alcune delle loro proprietà quali tenacità, resistenza a flessione e durevolezza. Tra le fibre disponibili, quelle a base di basalto sono state scelte per gli ottimi risultati mostrati in altre applicazioni, la recente entrata nel mercato industriale e le caratteristiche ecologiche del materiale, considerato naturale

poiché ottenuto da rocce di basalto. Le proprietà meccaniche di malte idrauliche a base di calce naturale addizionate con fibre lisce di basalto distribuite casualmente, sono valutate mediante l'utilizzo di prove di flessione a tre punti e test a compressione evidenziando le modifiche della tenacità. L'assorbimento d'acqua per capillarità ed i relativi coefficienti sono stati utilizzati come parametro per comprendere la porosità dei compositi. Le osservazioni morfologiche sono state eseguite tramite microscopio ottico e microscopio elettronico a scansione per spiegare l'interazione tra fibra e matrice, in particolare per osservare i fenomeni di propagazione della frattura. Sono stati studiati materiali compositi con fibre in diverso contenuto, sizing, lunghezza, diametro e morfologia.

Introduzione

La ricerca si propone di studiare le proprietà meccaniche e le caratteristiche fisiche di malte idrauliche addizionate con fibre corte in diverse morfologie per ottimizzarne l'applicazione nel campo della conservazione di Beni Culturali, e, in un'ottica di più ampio respiro, nell'edilizia eco-compatibile.

Nello specifico, il presente lavoro di tesi è incentrato sullo studio di un materiale composito a base di calce idraulica naturale e rinforzo fibroso in basalto.

Rispetto ai prodotti a base di cemento Portland, i prodotti a base di calce mostrano prestazioni inferiori per quanto riguarda le proprietà meccaniche, ma risultano compatibili e confrontabili con i materiali dei manufatti storici ed assecondano le esigenze di mercato a favore di prodotti più eco-compatibili e sostenibili. Tra le diverse possibilità che il panorama offre, la scelta è caduta su malte a base di Calce Idraulica Naturale (NHL) la cui produzione porta ad una riduzione di emissioni di CO₂ e gas serra a confronto con il cemento Portland. Delle fibre corte sono state addizionate alle malte in diverse quantità poiché efficaci nella mitigazione degli effetti di ritiro plastico e di propagazioni delle cricche qualora esse dovessero occorrere. Tali fibre sono quindi da considerare, una tipologia di rinforzo che permette di disporre di un materiale con più elevate resistenze e/o tenacità e con basso peso, e per tanto più competitivo. La scelta del rinforzo è ricaduta sulle fibre di basalto (BF), poiché considerate un materiale green per la loro origine minerale e dal momento che non necessitano dell'aggiunta di additivi al fuso. La fibra di basalto ha prodotto risultati molto interessanti in applicazioni su malte cementizie, malte tradizionali e geopolimeri, rendendole un materiale particolarmente appetibile per un'applicazione specifica come quella della conservazione di Beni Culturali.

Nel presente lavoro sono state esaminate le proprietà fisico-meccaniche di differenti miscele, metodi di miscelazione, e prodotti commerciali (sia leganti sia fibre), correlando ove possibile i comportamenti alle caratteristiche fisiche del materiale, al fine di determinare quale tra quelli presi in esame possa rispondere in maniera più efficiente ai requisiti richiesti di aumento della resistenza complessiva del composito.

Capitolo 1. L'uso delle fibre di basalto nell'edilizia e nel restauro: stato dell'arte

1.1 Introduzione

L'applicazione della fibra di basalto in varie morfologie ha visto nei decenni recenti un costante sviluppo tanto da farle guadagnare l'appellativo di “*the green industrial material of the XXI-century*”¹ non solo da chi tale fibra la produce ma anche secondo un articolo uscito per l'Agenzia nazionale per le nuove tecnologie (ENEA) nel 2011[1]. Nei prossimi paragrafi ci si propone di contestualizzare le fibre di basalto, di descriverne il processo produttivo e le maggiori morfologie presenti come prodotti commerciali sul mercato, nonché le problematiche relative alla sicurezza di impiego che, vista la morfologia fibrosa, devono essere affrontate per la sicurezza degli operatori nel settore. Si contestualizzerà inoltre l'impiego di tali fibre in ambito edile con matrice a base cementizia poiché questo è il maggiore uso che se ne conosce in letteratura. Negli ultimi paragrafi del capitolo si arriva allo stato dell'arte vero e proprio, ovvero un inquadramento dell'utilizzo delle fibre di basalto con malte idrauliche a base di calce naturale per applicazioni nel restauro, e come la presente ricerca differisca da quanto precedentemente pubblicato.

Il capitolo si conclude con un approfondimento sul caso studio che ha portato allo sviluppo del presente lavoro, e ad una digressione su quanto è stato storicamente utilizzato per il riallettamento su nuovo supporto di mosaici.

1.2 Le fibre di basalto

Le fibre di basalto (BF), il cui primo brevetto di Paul Dhè risale al 1921/22 [2], sono fibre con un diametro compreso tra 9 e 24 μm , ottenute dalla fusione della roccia ignea effusiva più abbondante sulla Terra, il basalto. In linea generale i basalti sono rocce basiche con SiO_2 compreso tra 45 e 52 wt%, hanno una

¹ P. De Fazio, *Basalt fiber, from earth an ancient material for innovative and modern application*, Energia, Ambiente e Innovazione, 3, 89-96, 2011.

paragenesi fondamentale costituita da una serie di minerali e ossidi che rimangono costanti nonostante l'ampiezza della famiglia cui appartengono: plagioclasio, clinopirosseno, variabili quantità di olivina, nefelina, ossidi di ferro.

Tra le varie classificazioni chimiche dei basalti, una classificazione generale si può ottenere col diagramma tetraedrico di Yoder e Tilley (1962), che permette di rappresentare i basalti in base al loro grado di saturazione in silice, esprimibile per i loro quattro componenti normativi: olivina; nefelina; clinopirosseni; quarzo. A questi componenti si aggiungono plagioclasio tra quarzo e nefelina, e ortopirosseno tra olivina e quarzo [3, 4].

Non tutte le rocce basaltiche però sono adatte per la produzione di fibre, la quantità dei minerali e la composizione chimica delle formazioni basaltiche possono differire notevolmente da un luogo all'altro. Inoltre, bisognerebbe considerare come la velocità di raffreddamento del magma al raggiungimento della superficie terrestre influenzi la struttura cristallina. Semplificando si potrebbe dire come nell'articolo di D. Saravanan che per la produzione di fibre è richiesto un basalto con alto tenore di SiO₂ corrispondente a/ o maggiore del 46% (definite come "Acid Basalt") [5], ma esistono diversi studi sulle caratteristiche chimiche e petrografiche che la roccia di partenza deve avere per ottenere un prodotto di qualità [6, 7], tra quelle studiate si conoscono poche dozzine di cave o miniere di basalto considerate adeguate alla produzione del filamento continuo (le rocce ucraine ad esempio sono considerate particolarmente adatte alla processo produttivo del filamento continuo).

La composizione chimica della roccia di basalto per la produzione di fibre varia in letteratura [5-7, 9,10] (ed in funzione delle cave considerate), ad ogni modo con termini variabili si riportano i seguenti ossidi:

Tabella 1.1. Composizione chimica della roccia di basalto in ossidi [5,6,7,9,10]

SiO ₂	TiO ₂	Al ₂ O ₃	FeO	Fe ₂ O ₃	K ₂ O	Na ₂ O	MgO	CaO	MnO	P ₂ O ₅
53.5 - 47.5	2.9 - 0.7	18.6- 11.8	10.2 - 3.6	14.8 - 2.8	7.5- 0.5	3.9 - 2.0	10.6 - 4.8	12 - 6	0.3 - 0	0.4 - 0

Nel caso del basalto in un singolo step i filamenti continui di vari diametri possono essere fusi direttamente dalla roccia ed estrusi da ugelli senza bisogno,

come per la fibra di vetro (del quale condividono la natura prettamente silicea – ca. 50% di SiO₂), dell’aggiunta controllata di minerali o altri additivi al fuso. Dopo l’estrazione dalla cava o dalla miniera la materia prima è direttamente frantumata, lavata e caricata in un contenitore che la trasporta al bagno di fusione in fornace dove si liquefa a 1450 °C (per la fibra di vetro la temperatura di fusione è 1120°C, mentre per la fibra di silice è 1550°C [8], viene abbassata nel vetro per mezzo di fondenti) [9]. A questo punto le fibre di basalto possono essere prodotte utilizzando due diverse tecnologie. Le fibre corte possono essere prodotte con una tecnologia piuttosto semplice direttamente dalla roccia fusa (“blowing” a cilindri centrifughi o altrimenti detta “melt spinning” – ad es. metodo Junkers), con un diametro compreso tra 8-20 µm e lunghezza compresa tra 60 e 100 mm. Queste fibre sono piuttosto economiche ma hanno proprietà discontinue e vengono utilizzate solitamente per riempitivi isolanti. Altrimenti, per applicazioni più competitive le BF possono essere prodotte in filamento continuo con la tecnologia “spinneret” analogamente a quanto avviene per le fibre di vetro, il risultato ottenuto è il cosiddetto “roving” che potrà essere trattato, filato e o tagliato a diverse lunghezze. Dalla fornace il basalto fuso viene portato attraverso il canale per l’alimentazione (sempre riscaldato con il gas di scarico della fornace) ad una boccia in platino/rodio con dei fori e riscaldata elettricamente. Il fuso scorre attraverso i fori (solitamente 200 ma è possibile averne fino a 500); le spire ne sono tratte sotto pressione idrostatica, e in seguito raffreddate per ottenere filamenti induriti.

Un appretto liquido “sizing” a base di silano viene applicato alle spire fibrose per impartirvi lubricità, integrità e compatibilità in resina, la cui composizione varia in funzione dell’applicazione finale pensata per il prodotto. Le fibre sono raccolte insieme e ritorte per formare un filato “yarn”. Il filamento continuo è tagliato (“chopped”) a secco ad una lunghezza specifica per ottenere il prodotto fibroso commerciale di base. Il “roving” (una bobina di filo) può esser formato dall’assemblaggio di un fascio di fibre in una fibra più larga [10]. In aggiunta a quelle già descritte e a partire da esse si trovano in commercio anche fibre macinate (Milled), e i cosiddetti polimeri rinforzati con fibra di basalto BFRP

(basalt fibre reinforced polymer), barre (bars), maglie, reti, armature, spirali, tessuti [11].

Le fibre di basalto hanno guadagnato attenzione per via delle proprietà meccaniche, bassa densità, ottime performances ad elevate temperature, resistenza alla corrosione, maneggevolezza e costi relativamente contenuti. Nella tabella di seguito (da A. Ganapathi, 2016 [12]) è riportato un confronto tra le proprietà delle principali fibre presenti in mercato.

Tabella 1.2. Confronto tra le fibre presenti in mercato (da A. Ganapathi [12])

Material	Density (g/cm ³)	Tensile strength (GPa)	Specific strength	Elastic modulus (GPa)	Specific modulus
Steel re-bar	7.85	0.5	0.0667	210	26.7
A-glass	2.46	3.31	1.35	69	28.0
C-glass	2.46	3.31	1.35	69	28.0
E-glass	2.60	3.45	1.33	76	29.2
S-2 glass	2.49	4.83	1.94	97	39.0
Silicon	2.16	0.206-0.412	0.0954-0.191	-	-
Quartz	2.2	0.3438	0.156	-	-
Carbon fiber(large)	1.74	3.62	2.08	228	131
Carbon fiber(medium)	1.80	5.10	2.83	241	134
Carbon fiber (small)	1.80	6.21	3.45	297	165
Kevlar K-29	1.44	3.62	2.51	41.4	28.8
Kevlar K-149	1.47	3.48	2.37		
Polypropylene	0.91	0.27-0.65	0.297-0.714	38	41.7
Polyacrylonitrile	1.18	0.50-0.91	0.424-0.771	75	63.6
Basalt fiber	2.65	4.15-4.80	1.57-1.81	100-110	37.7-41.5

Come si evince dalla tabella sopra riportata che fa riferimento alle proprietà dei filati a confronto, il basalto ha delle proprietà che lo rendono competitivo con alcune tra le maggiori fibre presenti sul mercato, quali fibre di vetro, fibre di carbonio e fibre aramidiche. Per quanto riguarda le fibre di carbonio, esse derivano dall'esigenza degli anni 1960 di ottenere fibre ad alte prestazioni risparmiando sul processo produttivo rispetto ai composti metallici. Esse vengono prodotte a partire da due polimeri sintetici con forti percentuali di carbonio, il poliacrilonitrile (PAN) e il rayon, attraverso trasformazioni termochimiche. In funzione della temperatura si possono ottenere fibre di carbonio con caratteristiche meccaniche diverse, da fibre ad alta resistenza a fibre ad alto modulo, dove la rigidità è preferita alla resistenza passando a caratteristiche

intermedie [13] . Le fibre aramidiche, derivano invece da poliammidi aromatiche, di cui la più nota e diffusa è stata brevettata nel 1971 dalla Du Pont de Nemours e CO. e conosciuta con il nome di Kevlar [14]. In funzione dell'applicazione di destinazione sono presenti in commercio con strutture polimeriche diverse che afferiscono ai nomi commerciali di Kevlar 149 (per applicazioni in compositi) e Kevlar 29 (uso balistico) [15], a questi nomi noti si sono aggiunti negli anni altri prodotti commerciali.

Si fa presente che per quanto i dati disponibili sull'impiego di diversi tipi di fibre nel mercato dei compositi siano di non facile interpretazione, fino alla fine degli anni Novanta la fibra di vetro rappresentava il maggiore apporto per quanto concerne tessuti all'interno del mercato dei compositi [16], seguita da fibra di carbonio e di aramide. In accordo con la ricerca economica di D. Rigby Associates cui si fa riferimento nell'articolo *Il mercato dei compositi* [17], nel 1995 le fibre di carbonio fornivano un contributo pari allo 0.6%; e le aramidiche allo 0.3% del totale di fibre vendute per il mercato dei compositi. Nello stesso studio si sottolinea come queste ultime siano cresciute esponenzialmente come importanza sul mercato tanto da arrivare nel 2000 al (+ 385%) per il carbonio e (+ 353%) per le aramidiche pur rimanendo quantitativamente marginali rispetto alle prime.

A questo punto, volendo inserire la fibra di basalto in questo contesto, si evidenzia come rispetto alle fibre di vetro E alle quali sono maggiormente accostate per proprietà meccaniche, le BF mostrino maggiore resistenza a trazione e modulo elastico. Le proprietà di isolamento termico invece risultano paragonabili a quelle della fibra di carbonio. Esse possono essere conformate in reti per recupero o per consolidamento statico nell'ambito delle costruzioni.

Il caratteristico colore scuro delle fibre di basalto suggerisce anche la possibilità di una sostituzione della fibra di carbonio per applicazioni che richiedono un'elevata resistenza all'impatto (pannelli ed attrezzature sportive), pur avendo resistenza specifica inferiore al carbonio poiché la densità delle BF è leggermente superiore a quella delle fibre di carbonio, e molto inferiore alle fibre aramidiche che mostrano densità ancora minore (queste ultime però con proprietà a trazione e a compressione molto inferiori sia al basalto sia al carbonio- si veda tabella 1.2) .

Nelle applicazioni ad alta resistenza, quindi, è ancora preferibile il carbonio, nonostante il costo delle fibre di basalto sia più basso e la produzione più semplice. Le fibre aramidiche mostrano ottime resistenze agli urti e buona resistenza a trazione ma bassa resistenza a compressione che solitamente viene migliorata utilizzando degli ibridi con fibra di vetro o di carbonio.

La fibra di basalto viene quindi maggiormente confrontata con la fibra di vetro soprattutto per composizione e costi di produzione, uno dei parametri fondamentali nella valutazione delle fibre di basalto è la loro resistenza in ambiente alcalino che risulta essere nettamente migliore a confronto con quella della fibra di vetro e che ne favorisce l'uso a contatto con calce e cemento, quindi per applicazioni in edilizia. Esistono studi come quello di B. Wei et al (2005) sulle proprietà meccaniche delle fibre dopo trattamento chimico (ambiente basico e ambiente acido) [18], e K. Shinga (2010) stesso cui ci si riferisce precedentemente per il processo produttivo della fibra ne parla in un esteso paragrafo dell'articolo *A short Review on Basalt Fiber* [10]. In entrambi i casi gli autori testano la fibra in un ambiente fortemente alcalino (in una soluzione di 2N NaOH) e fortemente acido (in una soluzione di 2N HCl) e ne studiano la perdita di peso a confronto con la fibra di vetro, e la loro resistenza a trazione a intervalli regolari nel tempo. Ne risulta che la fibra di basalto ha un'ottima resistenza in ambiente alcalino e una buona resistenza in ambiente acido.

Non solo la fibra di basalto ha raggiunto ormai un ruolo di tutto rispetto nel settore delle costruzioni (si veda il paragrafo successivo), ma essa ha prodotto risultati ragguardevoli in molteplici campi, da quello automobilistico, per arrivare alla protezione passiva contro getti incendiari, contro radiazioni, passando dalla produzione di racchette da tennis, treppiedi per fotografi e tavole da snowboard.

L'interesse per l'uso della fibra di basalto sul mercato globale e nella letteratura scientifica diviene marcato a partire dalla seconda metà degli anni 2000, per arrivare ad un vero e proprio boom, che si concretizzerà nei reports di una compagnia importante quale MarketsandMarkets degli anni 2015 [19] e 2017 [20]. Un caso a parte è rappresentato dalla ricerca portata avanti nell'ex-Unione Sovietica ove si detiene il primato temporale per la tecnologia post-bellica inerente la fibra di basalto. Nell'area di Kiev infatti venne istituita una stazione di

ricerca sullo sviluppo di tale soggetto che portò alla creazione dei primi campioni prototipo di fibre di basalto continue (CBF) nel 1959/60 [21]. Per tanto, in ex-URSS si pubblicano studi sull'argomento già dagli anni 1980 (di cui molti in russo, tradotti in seguito in inglese) [22, 23, 24], e a partire dal 1999/2000, l'interesse cresce esponenzialmente anche altrove. Non solo la dissoluzione dell'URSS porta a una conseguente apertura delle ricerche ucraine anche ad altri bacini ma, parallelamente, Owens Corning negli Stati Uniti d'America e la DBW Company in Germania iniziano a studiare la fibra di basalto e possibili applicazioni [25] (per quanto sporadiche pubblicazioni e brevetti si conoscessero anche negli anni 1970 [26]).

1.2.1 Sicurezza della fibra di basalto

Come ben noto, alcuni tipi di fibre, a causa della loro forma e dimensione, possono essere inalati dagli esseri umani causando danni permanenti all'apparato respiratorio. La capacità di una fibra di causare un danno polmonare è condizionata essenzialmente da tre parametri: i parametri dimensionali (rapporto lunghezza/diametro), dose e durata. Per quanto riguarda le dimensioni, le fibre inalabili (cioè in grado di raggiungere il parenchima polmonare) sono da considerarsi quelle aventi un diametro inferiore a $3\ \mu\text{m}$, e una lunghezza maggiore di $5\ \mu\text{m}$ e un rapporto pari o superiore a 3. Le fibre più spesse, anche se inalate, rimangono nel tratto respiratorio superiore, mentre quelle più corte possono essere inghiottite dai macrofagi alveolari ed eliminati.

La dose considerata è la quantità di fibre che raggiunge il parenchima polmonare: quando la concentrazione di fibre supera la capacità dei meccanismi di difesa che ne portano all'eliminazione, i polmoni ne vengono attaccati.

La durata, o bio-persistenza, è il tempo che una fibra può persistere nei polmoni. Questo parametro viene determinato dalla velocità con cui la fibra può essere rimossa o eliminata dopo l'inalazione, ed è ovviamente legato alla sua composizione chimica. Questi tre parametri influenzano la capacità delle fibre di raggiungere, persistere e accumularsi nei polmoni [27], con effetti differenti che vanno da semplici irritazioni fino a fibrosi polmonare, edema e al cancro [28].

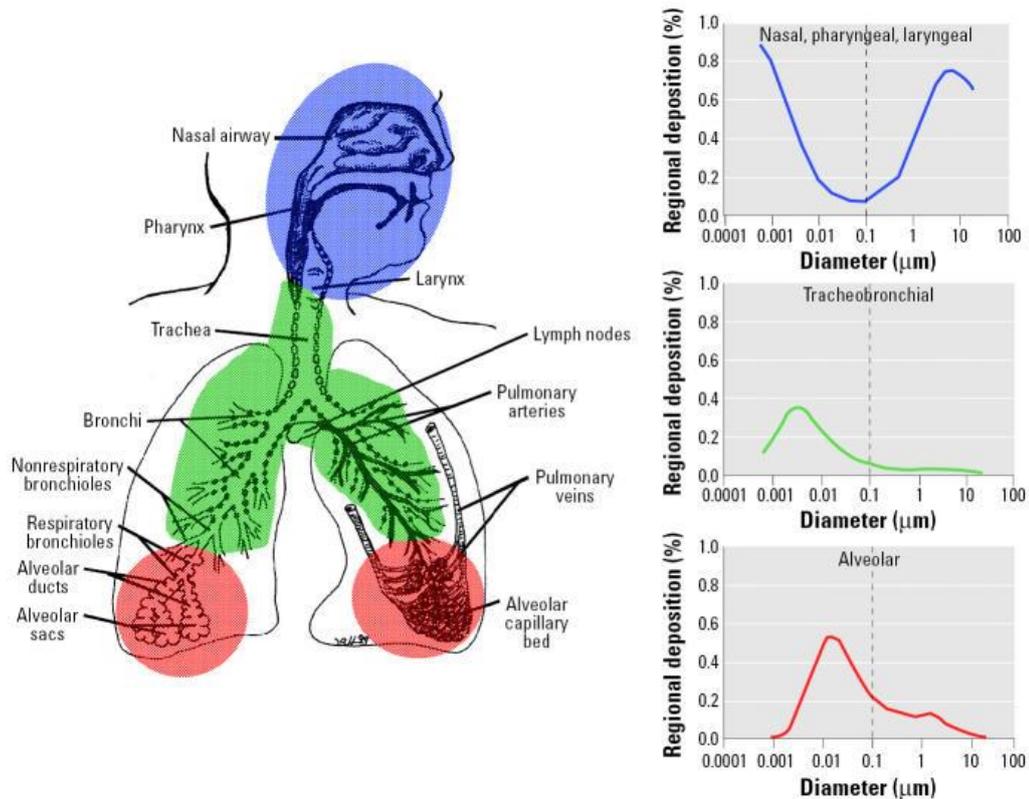


Figura 1.1. Deposito frazionale predetto di particelle inalate nel nasofaringeo, tracheobronchiale, e regione alveolare del tratto respiratorio umano durante il naso che respira (da Orberdorster, 2005 [29]).

Tutti i materiali fibrosi naturali e artificiali sono caratterizzati da una morfologia specifica che genera diametri diversi in relazione al tipo di produzione [30]. Generalmente questi diametri sono abbastanza grandi se la fibra è prodotta da un filamento continuo e salvo casi particolari, il prodotto non è respirabile.

Il diametro minimo dell'estrusore per le fibre di basalto in fase di produzione è di 9 μm, superiore alla soglia di respirabilità, per cui morfologicamente la fibra di basalto è sicura. È anche considerato un materiale chimicamente inerte, come visto precedentemente, non è infiammabile e fonde a temperature molto elevate. Secondo le linee guida sulla sicurezza nei luoghi di lavoro, il basalto è classificato come un materiale sicuro in Europa e negli Stati Uniti.

1.3 Compositi fibrorinforzati nel settore edile a base cemento

Il possibile utilizzo di BF come rinforzo in compositi cementizi era già descritto prima del 2000, si veda un manuale di rilievo come “Cement-Based Composites” in cui la fibra di basalto è inserita come possibile sostituta della fibra di vetro “E” condividendone le limitazioni per impieghi di lunga durata, e risultando nell’insieme poco vantaggiosa. Nello stesso anno (1995) D.J. Hannant pubblica un articolo sul rinforzo fibroso nel calcestruzzo, *Fibre reinforcement in the cement and concrete industry*, che fa seguito a un suo volume del 1978 [31], in cui si pone particolare attenzione a possibili sostituti dell’amianto e le fibre che assumono maggior rilievo ancora non includono il basalto: acciaio e polipropilene vengono indicate per i rinforzi strutturali e una serie di altre fibre, quali carbonio, cellulosa, vetro, naturali, polipropilene e poliviniliche per altri usi [32].

Ad esempio nel 2005 esce l’articolo *Characteristics of basalt fiber as a strengthening material for concrete structures* di J. Sim et al. [33], in cui la fibra di basalto viene eletta a protagonista di un testo sul rinforzo del calcestruzzo; negli stessi anni in Italia si segnala la formazione della “Rete per lo sviluppo della Tecnologia della Fibra di Basalto” che include vari gruppi di ricerca (Università di Pisa, Consorzio Polo Tecnologico Magona, Et al.) che già nel 2007, sotto il patronato della Regione Toscana porterà all’organizzazione di un workshop dal titolo "BASFA - International workshop on BASalt Fiber Application" sulle varie applicazioni della fibra di basalto incluso il settore edile [34].

Nell’ultimo decennio, la letteratura sulle possibili applicazioni di varie morfologie di fibre di basalto a calcestruzzo o malte cementizie diviene davvero consistente, solitamente dove si parla di calcestruzzo fibrorinforzato (BFRC) si privilegiano fibre lunghe o miste, direzionate o meno, e si valutano le proprietà del composito da vari punti di vista. Si parte dalla valutazione del comportamento meccanico come in A. Palmieri et al. (2009) che ne illustrano l’uso come barre o laminati per il rinforzo strutturale interno (reinforcing) o esterno (strengthening) del calcestruzzo [35]; in N. Kabay (2014) si valuta la resistenza all’usura e il tasso di rilascio di energia a frattura, si evidenzia l’aumento di tenacità del materiale per

aggiunta anche di piccole percentuali di fibre in volume nel calcestruzzo [36], , sempre nello stesso anno, in L. Xin et al. (2014) si valuta come i materiali porosi a base cementizia (CCPM) rinforzati con BF mostrino un aumento della capacità di assorbimento di energia in test di resistenza a compressione, e in generale come per Xin et al. un aumento di tenacità [37]; e C. Jian et al. (2014) illustrano uno studio sperimentale sulle proprietà meccaniche di calcestruzzo fibrorinforzato con fibre chopped a vari volumi e lunghezze [38]. Si continua nello scorso biennio con un crescente numero di pubblicazioni scientifiche tra le quali si evidenziano gli articoli di A. Kizilkanat et al (2015) dove sono poste a confronto le proprietà meccaniche e il comportamento a frattura di calcestruzzo fibrorinforzati con fibre di basalto e fibre di vetro [39]; di C. High et al. (2015), dove bars in fibre di basalto vengono inserite negli elementi strutturali e fibre chopped come aggiunta per il miglioramento delle proprietà meccaniche a flessione [40]; e di J. Branston et al. (2016), dove al calcestruzzo vengono aggiunte minibars e fibre in fasci in varie proporzioni e ne viene valutata la resistenza a flessione all'impatto [41].

V. Fiore et al. (2015) illustrano alcuni dei più rilevanti ambiti di applicazione dove la fibra di basalto ha trovato riscontro negli ultimi anni [42].

Sempre Branston et al. (2016) descrivono come le fibre corte di basalto risultino efficaci nella mitigazione degli effetti di ritiro e le propagazioni delle cricche [43]. Si segnala la pubblicazione di D. Asprone et al. (2014) in cui si osserva il comportamento deformativo di malte a base di calce idraulica naturale fibrorinforzate con BF [44] illustrando come le fibre favoriscano la formazione di ponti che aumentano la tenacità del materiale e arrestano la propagazione della frattura, ossia quanto riscontrato anche per calcestruzzi e malte a base di cemento.

1.4 Uso delle fibre di basalto nel restauro

Per quanto concerne l'uso BF nell'ambito della conservazione dei beni culturali, la quantità di pubblicazioni sull'argomento cala vertiginosamente in numero, non solo per la settorialità dell'impiego per sé ma soprattutto perché la letteratura si concentra sull'impiego di tale fibra in calcestruzzi o malte a base cementizia. E, nell'ambito della conservazione del patrimonio storico-artistico (esclusi manufatti

e opere contemporanee), l'uso del cemento Portland è stato oggetto di grande dibattito e teoricamente bandito negli ultimi decenni poiché non soddisfa il criterio di compatibilità con l'opera da restaurare [45,46] che deve essere garantita come indicato dalla Carta di Cracovia (2000) [47].

Rispetto ai prodotti a base di cemento Portland, quelli a base di calce sono meno performanti per quanto riguarda le proprietà meccaniche, ma rispondono all'esigenza di compatibilità con manufatti storici e a una rinnovata tendenza del mercato delle costruzioni a trovare prodotti più eco-compatibili e sostenibili. Tra le diverse alternative, la scelta è caduta su malte a base di Calce Idraulica Naturale (NHL) prodotta da calcari marnosi; che troverebbero un riscontro come prodotto utilizzato nell'ambito del restauro sin dal XIX secolo in area franco-belga [48], e la cui produzione riduce consistentemente le emissioni di CO₂ se confrontata con quella del cemento Portland [49]. In Italia la tendenza verso tale malta nell'ambito del restauro trova ampio supporto da varie istituzioni, si riporta per esempio "Notiziario della Soprintendenza per i Beni Archeologici della Toscana 8/12", All'Insegna del Giglio, 2013 dove vengono citate diversi prodotti a base di calce idraulica naturale tra cui NHL prodotta dalla St. Astier e la Ledan TB1 (ossia una malta da iniezione a base di calce idrauliche naturali prodotta da Consorzio Europeo Tecno Edile Toscana) [50], ma sono solo due di un'ampia varietà di prodotti che si trovano nel settore. Non c'è da stupirsi quindi se l'interesse per l'applicazione della fibra di basalto al settore in malte a base di calce idraulica naturale parta dall'Italia. Un team dell'Università di Napoli "Federico II" Iucolano, et al. (2010) ha riassunto i risultati del proprio studio, già pubblicati negli atti di un congresso [51] in un articolo del 2013 [52] in cui malte a base di calce idraulica con aggiunta di fibre corte di vetro e di basalto sono indicate per l'applicazione come legante nel restauro delle opere murarie. Nell'articolo alcune fibre corte (Chopped) di basalto e di vetro vengono addizionate a malte idrauliche a base di NHL 3.5 modificata con lattice polimerico per aumentarne la lavorabilità fino al 2 wt. %, e ne vengono studiate le proprietà meccaniche, nonché le caratteristiche fisiche.

L'altra importante pubblicazione sull'utilizzo di malte a base di NHL rinforzate con fibre di basalto è quella di M.L. Santarelli et. Al (2014) [53] che verrà descritto propriamente più avanti nel testo.

A parte le fibre di basalto è opportuno menzionare che l'impiego di altri tipi di fibre (vetro, carbonio, aramidiche) da utilizzare nell'edilizia di recupero e nel consolidamento strutturale è stato trattato in due tesi di dottorato in Architettura (S. Galassi, 2008), e in Ingegneria delle Costruzioni (P. Spiezia, 2005) [15, 54]. Si tratta nel primo caso dell'utilizzo di FRP per i consolidamenti in strutture voltate e nel secondo caso un utilizzo per consolidamenti strutturali di edifici storici. Vista la funzione strutturale ambedue le tesi si concentrano sull'utilizzo di tessuti, laminati FRP e da materiali compositi a matrice cementizia fibrorinforzati FRCM (ossia un'evoluzione dei sistemi con matrice polimerica particolarmente pensato per strutture murarie), sfruttando le caratteristiche fortemente anisotrope delle fibre lunghe. I FRP e i FRCM si dimostrano vantaggiosi rispetto all'utilizzo di rinforzi metallici per non invasività, spessori ridotti, leggerezza, e resistenza meccanica, pur richiedendo manodopera specializzata per l'applicazione e avendo bassa tolleranza ai difetti di applicazione.

1.4.1 Il caso studio

La presente ricerca trova fondamento nell'esigenza di rispondere ad un preciso bisogno pratico. Nel 2013 l'Università degli Studi di Roma "La Sapienza", come Centro Interdisciplinare di Studi e Ricerche per la Conservazione del Patrimonio Culturale (CISTeC) e Facoltà di Ingegneria, si è unita all'Istituto Italiano per la Conservazione e il Restauro (ISCR) nell'ultima fase di un progetto conservativo biennale di una villa romana in Libia, a 15 Km dall'antica Leptis Magna.

Lo studio mirava allo sviluppo di un materiale alternativo, a base di calce idraulica naturale e materiale fibroso in basalto da utilizzare per la ricollocazione di una porzione di mosaico in precedenza distaccato.

Il sito archeologico in esame è Villa Silin, si tratta di una delle ville romane adorne di eleganti mosaici che testimoniano quanto in epoca severiana fosse ricca l'antica città mediterranea di Leptis Magna, posta nell'Africa Settentrionale vicino

all'odierna Homs sulla costa libica. La villa risale al II – III secolo d.C. considerato periodo di splendore edilizio ed economico dell'area, dal momento che la colonia di Leptis Magna ottenne i massimi privilegi possibili una volta nato che vi fu nato Settimio Severo nel 146 d.C [55].

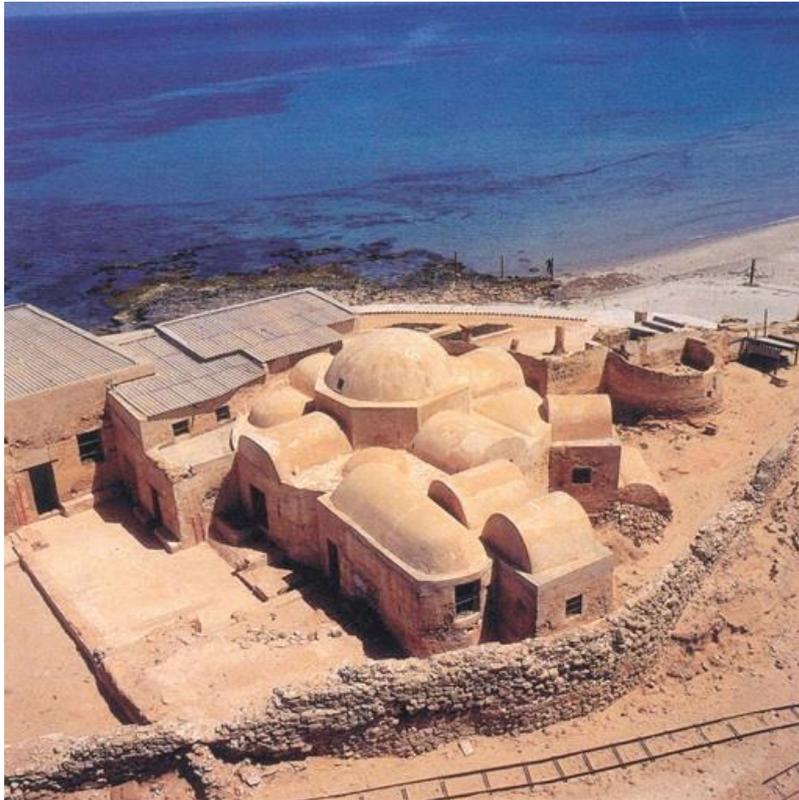


Figura 1.2. Panoramica di Villa Silin da Sud, in cui si evidenzia la vicinanza con il mare (da O. Al Mahjub, 1980).

La villa rappresenta un sito di primaria importanza nel patrimonio culturale, storico e archeologico della Libia per via del suo legame particolare con il territorio e l'ambiente. La missione archeologica che interessa lo studio e la conservazione del sito è stata condotta per molti anni dall'Università degli Studi Roma Tre.

Le decorazioni sul muro e i mosaici presentavano gravi condizioni di conservazione dovute a due cause principali: in primis la vicinanza al mare dal lato sud della villa (si veda Fig.1.1); in secondo luogo, il restauro del 1970 ne ha compromesso la stabilità architettonica e il registro decorativo della narrazione.

Pertanto, poiché il monumento era a rischio di danni irreparabili, si è reso necessario, entro la fine del 2011, un nuovo ampio progetto al fine di garantire ai posteri la conservazione delle caratteristiche artistiche e storiche della villa.

Nel mese di aprile 2012, il Dipartimento delle Antichità della Libia ha firmato un accordo di collaborazione con l'Istituto Superiore per la Conservazione e il Restauro e la missione archeologica di Roma Tre per garantire il restauro di Villa Silin. A queste organizzazioni si sono aggiunte l'Università di Ferrara e l'Università "La Sapienza", ciascuna con scopi specifici. In questo ambito il progetto pilota sul sito romano di Villa Silin ha fornito la possibilità di sperimentare nuovi materiali e metodologie innovative per il restauro.

In particolare, nel 2013, la ricerca si è concentrata sui problemi conservativi dei mosaici pavimentali del peristilio, distaccati negli anni 1970 subito dopo la scoperta del sito archeologico e riallettati su pannelli in calcestruzzo rinforzato con una rete in ferro, che mostravano complesse condizioni conservative dovute alla vicinanza al mare. Questa prossimità, infatti, ha portato i mosaici a essere esposti ad una serie di agenti aggressivi, come la deposizione di sali solubili (specialmente cloruri), l'effetto abrasivo della sabbia dispersa in aria, l'intensa esposizione alle radiazioni solari, ed una notevole escursione termica tra il giorno e la notte che hanno sottoposto i materiali, originali e restaurati, ad un consistente stress fisico, chimico e meccanico.

I mosaici riassemblati su pannelli in calcestruzzo erano ovviamente in condizioni più critiche. Le armature ossidate, spesso a diretto contatto con le tessere ne hanno causato distacchi e una diffusa deformazione. I danni erano così gravi da provocare in alcuni casi fessurazioni e sgretolamenti nel calcestruzzo stesso.

Il pavimento all'interno della villa presentava caratteristiche differenti, anche quando distaccato e riallettato su supporti in cemento armato. In generale, i mosaici apparivano meno degradati e più stabili.

L'Università La Sapienza, in collaborazione con I.S.C.R. ha sviluppato un innovativo protocollo di intervento consistente nel sollevamento e separazione dei pannelli del mosaico, del rinforzo in acciaio e delle parti metalliche, nonché nella rimozione parziale del cemento del massetto. Dopo la rimozione parziale, il supporto avrebbe dovuto essere sostituito con quello nuovo realizzato con malte

idrauliche a base di calce idraulica naturale (NHL) e fibre corte di basalto, utilizzando per una rete in basalto il rinforzo strutturale dei pannelli invece del metallo.

La messa a punto di tale materiale composito e lo studio di varie fibre corte di basalto presenti in commercio e adatte ad applicazione con malte idrauliche a base di calce idraulica naturale sono il punto di partenza della ricerca.

Uno studio preliminare alla scelta della malta adottata per la realizzazione dei pannelli è quello pubblicato da Santarelli et al. (2014), dove fibre corte di basalto vengono applicate a differenti malte idrauliche (NHL 3.5, malta premiscelata con aggiunta di cocchiopesto e malta con aggiunta di cocchiopesto e massetto) [53].

I risultati notevoli di questo studio del 2014 saranno poi confrontati con quelli prodotti da malte a base di NHL 5 ossia la scelta finale per i pannelli da applicare in situ, e la malta utilizzata nel presente studio.

In teoria, il riposizionamento dei mosaici era stato pianificato per aprile 2014, ma a causa degli sconvolgimenti geopolitici che hanno coinvolto l'intera area questa operazione è stata cancellata, per essere rinviata a data da destinarsi.

Come facilmente intuibile, tutta la parte di valutazioni dei dati ottenuti dall'applicazione in situ non è disponibile, così come informazioni su problemi che si sarebbero potuti verificare [56, 57].

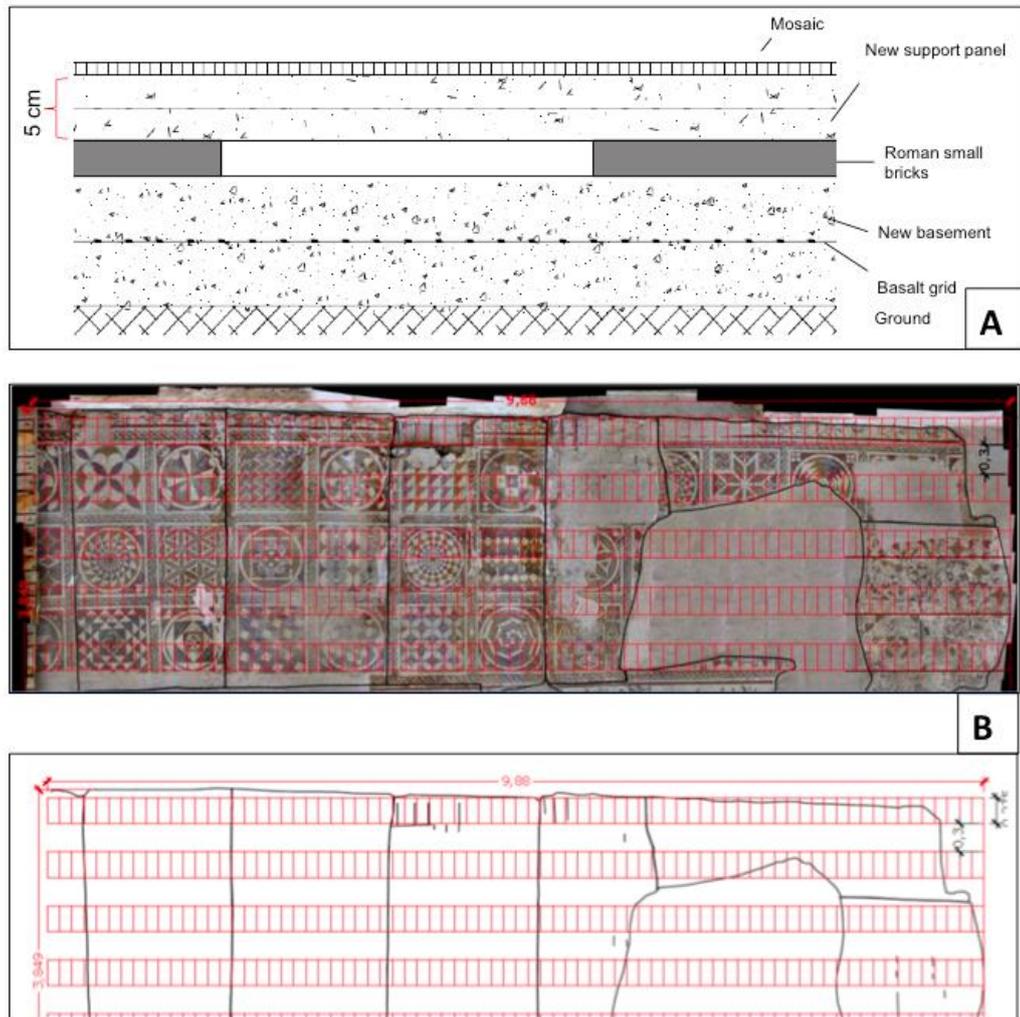


Figura 1.3. A) Sezione trasversale della soluzione adottata. B) - Schema del design del nuovo supporto per i pannelli (Davide Pietraggi et al., 2014).

I risultati di questo studio possono essere apprezzati nel paper di B. Davide Petriaggi et al. (2014) *Innovative materials to restore mosaic pavements of the Roman villa of Silin* (Leptis Magna- Libya) [58] in cui si ha l'esposizione delle problematiche relative al restauro del sito archeologico, una descrizione delle scelte adottate da un punto di vista materico e progettuale per essere apprezzato dai conservatori di mosaici, e in due articoli di S. Arangio et al., *Structural design of new panels for the mosaics of Villa of Silin, Leptis Magna: Part 1 – Design strategy* [59], e *Structural design of new panels for the mosaics of Villa of Silin, Leptis Magna: Part 2 – Experimental investigation* [60], per un convegno di

ingegneria forense e di approfondimento su crolli, affidabilità strutturale e consolidamento.

Una digressione sul supporto dei mosaici restaurati è necessaria per capire i problemi relativi all'uso di un materiale inadeguato.

Il caso di Villa Silin è solo uno dei numerosi esempi di mosaici romani in Africa restaurati in maniera inappropriata nelle scorse decadi; ma quanto meno questi mosaici sono ancora nella collocazione originale.

In letteratura esistono vari esempi di mosaici distaccati, riallacciati su nuovi supporti mobili per essere restaurati e finire nelle collezioni di vari musei già a partire dal XIX secolo.

1.4.2 Sul supporto dei mosaici nel restauro

Il British Museum e il Getty Museum sono due tra le più importanti istituzioni a fornire un'estesa panoramica letteraria di studi su mosaici restaurati e distaccati [61, 62].

Il Getty in collaborazione con l'istituto tunisino per la conservazione del patrimonio culturale (Tunisia's Institut National du Patrimoine) ha proposto in una mostra sui mosaici romani provenienti dall'Africa alcuni esempi che possono essere considerati vicini al nostro caso studio per provenienza e tipologia di intervento precedente al contempo sfruttando l'occasione per una panoramica sulla storia della conservazione del mosaico [63].

L'excursum inizia dall'epoca greco-romana, descrivendo come anche allora i mosaici venissero prodotti per il trasporto per via della presenza degli *emblemata*, ossia dei mosaici su supporto autoportante; tuttavia diviene interessante a partire dalla figura di Francesco Belloni, esperto di mosaico e restauratore del Louvre dopo la Rivoluzione Francese. Prima del metodo messo a punto da Belloni, la nuova malta di allettamento veniva applicate sul retro mentre il mosaico era adagiato sul verso in una cornice, con la conseguente difficoltà di vederne eventuali disallineamenti, che sarebbero si sarebbero stabilizzati all'indurirsi della malta. Belloni fu l'ideatore della lastra di ardesia o di marmo per il recto e il verso dei pannelli creando una sorta di "sandwich" tra due strati rigidi. La struttura a

sandwich avrebbe permesso al restauratore di capovolgere il segmento musivo a faccia in su. Al termine dell'operazione solo la lastra del verso sarebbe rimasta in loco per fungere da supporto permanente. Nelle successive decadi per una maggiore maneggevolezza sarebbero subentrati supporti lignei al marmo e all'ardesia.

Quello di Belloni può essere definito come un caso particolare del “sistema indiretto”, insieme al “sistema a rivoltatura” è considerata una delle tecniche moderne di esecuzione dei mosaici, e da cui alcune operazioni si prestano ad essere impiegate, con opportune modifiche nel consolidamento e ricomposizione di mosaici antichi [64].

Dall'esperienza del British Museum, Uprichard et al. descrivono il rebacking di mosaici distaccati all'inizio del XIX secolo. I materiali tipici erano malte a base di calce aerea, con l'aggiunta di lastre di ardesia o piastrelle in terracotta allettate in vari strati. L'uso di stucco a base di gesso è egualmente testimoniato, nel modo più tradizionale con l'aggiunta di fibre biologiche, crine o canne spezzate. A partire dalla metà del XIX secolo il cemento è divenuto il materiale più utilizzato per il supporto e riallettamento dei mosaici.

L'uso del cemento Portland causa diversi danni sia nel breve sia nel lungo termine. Uno dei maggiori problemi è rappresentato dalla presenza di impurezze e sali nel clinker. I sali solubili migrando verso lo strato sub-superficiale e cristallizzando in subflorescenze producono danno alle delicate tessere e allo strato legante. Eventuali supporti in ferro o acciaio, allettati nel cemento corrodono, causando non solo macchie, ma anche fessurazioni e fratture su tessere e malta. Peraltro, il solo supporto in cemento sarebbe sufficientemente pesante da causare difficoltà nel trasporto e nell'installazione verticale dei mosaici, dove verrebbe applicato a una fragile, sottile e larga lastra utilizzata per il ricollocamento. Per questo motivo in Europa dal 1970 le malte cementizie sono state vietate nel campo del restauro. Il rifiuto di utilizzo di cemento nella conservazione e restauro dei mosaici è uno dei principi fortemente sostenuti anche dal Comitato Internazionale per la Conservazione del Mosaico (International Committee for the Conservation of Mosaics - ICCM) [65]. Essendo chiaro da tempo il rischio nell'utilizzo del cemento, nel 1980 il prof. Torraca suggerì di

seguire le prescrizioni di preparazioni tradizionali a favore dell'utilizzo di malte a base di calce. Pur tuttavia, nei circoli degli addetti al settore questo argomento resta oggetto di dibattito per almeno un altro decennio prima che le malte di tipo tradizionale siano generalmente accettate e sostituiscano il cemento nelle applicazioni dirette sui mosaici. Ove possibile malte a base di calce sono utilizzate per il consolidamento e per la manutenzione dei mosaici anche in situ [66].

Tra i numerosi campi del restauro, in particolare strutturale o di elementi architettonici, dove il cemento trovava la sua applicazione, un'importante categoria è rappresentata dalla preparazione dei supporti per decorazioni parietali/pavimentali distaccate, sia musive sia pittoriche.

Di recente, le resine sintetiche (epossidiche e poliestere) e pannelli compositi hanno fornito una soluzione efficace e competitiva per la problematica dei supporti. Tuttavia, poiché alcuni di questi prodotti sintetici sono considerati instabili nel tempo, l'uso di malte a base di calce per il re-backing resta una delle scelte migliori per questa applicazione [67]. Sempre dalla ricerca del Getty, per il supporto di mosaici distaccati storicamente da collocare su supporto autoportante si segnala l'uso di pannelli "honeycomb" a base di alluminio con cornice in alluminio stesso utilizzati come "armatura" per uno strato legante di resine acriliche ed epossidiche a sostituzione dei vecchi materiali di restauro che stavano causando il degrado dell'originale [68].

1.5 Referimenti bibliografici

[1] P. De Fazio, *Basalt fiber, from earth an ancient material for innovative and modern application*, Energia, Ambiente e Innovazione, 3, 89-96, 2011.

[2] Filament composed of basalt - US 1438428 A.

[3] G. Negretti, “Fondamenti di Petrografia”, McGraw-Hill, 2003.

[4] F. Innocenti, S. Rocchi, R. Triglia, *La classificazione delle rocce vulcaniche e subvulcaniche: schema operativo per il progetto CARG*, Atti Soc. tosc. Sci. nat., Mem., Serie A, 106, 113-124, 1999.

[5] D. Saravanan, *Spinning the Rocks – Basalt Fibers*, Journal of the Institution of Engineers (India): Textile Engineering Division, 86, 39-45, Febbraio 2006.

[6] V. I. Trefilov, M. F. Makhova, D. D. Dzhigiris, et al., *Raw-materials base for fiber production in Ukraine*, Industry of Structural Materials [in Russian], Ser. 6, Issue 2, Vsesoyuz. Nauch. Issled. Inst. Nauch. Tekh. Inform. Ekonom. Promyshl. Stroit. Mater., Moscow, 88, 1992.

[7] N. N. Morozov, V. S. Bakunov, E. N. Morozov, L. G. Aslanova, P. A. Granovskii, V. V. Prokshin, A. A. Zemlyanitsyn, *Materials Based on Basalts from the European North of Russia*, Glass and Ceramics, 58, 3, 100–104, March 2001.

[8] G. Landucci, F. Rossi, C. Nicolella, S. Zanelli, *Materiali compositi in fibra di basalto per la protezione passiva di apparecchiature soggette a getti incendiati*, V Convegno sulla Valutazione e Gestione del Rischio negli Insediamenti Civili ed Industriali (VGR 2006), Pisa, October 17-19, 2006..

[9] H. Olafsson, E. Porhallson, “Basalt fiber bar”, paper from University of Reykjavik, 2/11/2009.

[10] K. Singha, *A Short Review on Basalt Fiber*, International Journal of Textile Science, 1(4), 19-28, 2012.

[11] A. K. Patnaik, *Basalt fiber reinforced polymer (BFRP) materials for reinforced concrete applications.*", 2011 DoD Corrosion Conference, NACE International, Palm Springs, CA July-Aug. 2011.

[12] A. Ganapathi, "A seminar on Basalt Fiber", (on-line).

[13] S. Galassi, "Analisi numerica di sistemi voltati in muratura rinforzati con materiali compositi (FRP)", Tesi di Dottorato in Architettura, Università degli Studi di Firenze, 2008.

[14] R.Troli, *Le fibre aramidiche nei materiali FRP*, Enco Journal, anno VI, n. 18.

[15] M. Bosi, *Le fibre di carbonio e aramidiche nell'edilizia di recupero e nel consolidamento strutturale*, Ecochimica per edilizia 1, 33-39, 2012.

[16] A. R. Horrocks, S. C. Anan, "Handbook of technical textiles", CRC, 2000.

[17] Technica snc, *Il mercato dei compositi*, NT Nuovi Tessili, 24 maggio 2000 (Online).

[18] B. Wei, H. Cao., S. Song, *Tensile behavior contrast of basalt and glass fibers after chemical treatment*, Composites Part B: Engineering, 36, 6-7, 504-512, 2005.

[19] MarketsandMarkets.com, "Basalt Fiber Market by Usage Type (Composites And Non-Composites), by Application (Building & Construction, Transportation, Wind Energy, Electronics, Marine, And Others), and by Region - Global Trends and Forecasts to 2020", June 2015.

[20] MarketsandMarkets.com. “Concrete Fiber Market by Type (Synthetic Fiber, Steel Fiber, Glass Fiber, Natural Fiber, Basalt Fiber), End-Use Industry (Transport Infrastructure, Building & Construction, Mining & Tunnel, Industrial Flooring), and Region - Global Forecast to 2021”, January 2017.

[21] S. Osnos, *Present and future of basalt fibre technology, manufacturing and market development*, JEC Composites Magazine Issue 108, 2016.

[22] D. D. Dzhigiris A. K. Volynskii, P. P. Kozlovskii, et al., “Basalt-Fiber Composite Materials and Constructions”, Naukova Dumka, Kiev, 1980 (in Russian).

[23] D. D. Dzhigiris, M. F. Makhova, V. D. Gorobinskaya, and L. I. Bombyr', *The continuous basalt fiber*, Glass Ceram 40, 467, 1983 (translated from Steklo Keram., No. 9, 14–16, 1983).

[24] M.A. Sokolinskaya, L.K. Zabava, T.M. Tsybulya, A.A. Medvedev, *Strength properties of basalt fibers*, Glass Ceram 48, 435-437, 1992 (translated from Steklo Keram, 1992).

[25] A. Chintaman Pande, D.Madan Lunkad, S. Ganpat Pande, *Basalt Rock Fibre*, International Journal Of Engineering Sciences & Management, February 2016.

[26] Production, composition and aftertreatment of mineral fibers for the micro-reinforcement of binders of building materials - US 4304604 A

[27] R. Costa, R. Orriols, *Man-Made Mineral Fibers and the Respiratory Tract. Fibras minerales artificiales y aparato respiratorio*, Archivos de Bronconeumología 48, 2012.

[28] A. Saitta, “Le sostanze con cui entriamo in contatto ogni giorno”, www.agribionotizie.it (on-line).

-
- [29] G. Oberdörster, E. Oberdörster, J. Oberdörster., *Nanotoxicology: an emerging discipline evolving from studies of ultrafine particles*, Environ Health Perspect., 113, 823-39, 2005.
- [30] C. Arcari., F. Ferri, "Le fibre artificiali vetrose; classificazione, esposizione, danni per la salute e misure di prevenzione," 2007.
- [31] D.J. Hannant, "Fibre Cements and Fibre Concretes", Wiley, 1978.
- [32] D.J. Hannant, *Fibre reinforcement in the cement and concrete industry*, Materials Science and Technology, 11, 853-862, 1995.
- [33] J. Sim, C. Park, D.Y. Moon, *Characteristics of basalt fiber as a strengthening material for concrete structures*, Composites Part B. 36, 504-512, Jan. 1, 2005.
- [34] www.basaltnet.it (on-line)
- [35] A. Palmieri, S. Matthys, M. Tierens, *Basalt fibres: mechanical properties and applications for concrete structures*, Third International Conference on Concrete Repair, 2009.
- [36] N. Kabay, *Abrasion resistance and fracture energy of concretes with basalt fiber*, Construction and Building Materials, 50, 95–101, 2014.
- [37] L. Xin, X. Jin-yu, B. Er-lei, L. Weimin, *Study on the effect of basalt fiber on the energy absorption characteristics of porous material*, Construction and Building Materials 68, 384–390, 2014.

[38] C. Jiang, K. Fan, F. Wu, D. Chen, *Experimental study on the mechanical properties and microstructure of chopped basalt fibre reinforced concrete*, Mater. Des., 58, 187-193, 2014.

[39] A. B. Kizilkanat, N. Kabay, V. Akyüncü, S. Chowdhury , A. H. Akça, *Mechanical properties and fracture behavior of basalt and glass fiber reinforced concrete: An experimental study*, Construction and Building Materials, 100, 218-224, 2015.

[40] C. High, H. M. Seliem, A. El-Safty, S. H. Rizkalla, *Use of basalt fibers for concrete structures*, Construction and Building Materials 96, 37–46, 2015.

[41] J. Branston, S. Das, S. Y. Kenno, C. Taylor, *Mechanical behaviour of basalt fibre reinforced concrete*, Construction and Building Materials, 124, 878-886, 2016.

[42] V. Fiore, T. Scalici, G. Di Bella, A. Valenza, *A review on basalt fibre and its composites*, Composites Part B: Engineering 74, 74-94, 2015.

[43] J. Branston, S. Das, S. Y. Kenno, C. Taylor, *Influence of basalt fibres on free and restrained plastic shrinkage*, Cement and Concrete Composites, 74, 182–190, November 2016.

[44] D. Asprone, E. Cadoni, F. Iucolano, A. Prota, *Analysis of the strain-rate behavior of a basalt fiber reinforced natural hydraulic mortar*, Cement and Composites, October, 53, 52-58, 2014.

[45] G. Carbonara, *Cemento e restauro dei monumenti*, Restauro e cemento in Architettura, vol.2, Associazione Italiana Tecnico Economica del Cemento, 1981.

[46] E. P. Guerra, *Risanamento di murature umide e degradate*, - Ed. Dario Flaccovio Editore, 2011

[47] Principi per la conservazione ed il restauro del patrimonio costruito - Carta di Cracovia 2000.

[48] K. Callebaut, J. Elsen, K. Van Balen, W. Viaene, *Nineteenth century hydraulic restoration mortars in the Saint Michael's Church (Leuven, Belgium): Natural hydraulic lime or cement?*, Cement and Concrete Research, Volume 31, Issue 3, March 2001, Pages 397-403.

[49] CESA, Chaux et Enduits de St Astier, Ecological Evaluation of Lime Binders using Natural Lime CO₂ reabsorption comparison for St Astier Natural Hydraulic Lime mortars compared with similar Portland Cement: Lime Mortar Mixes (On line).

[50] AAVV, “Notiziario della Soprintendenza per i Beni Archeologici della Toscana 8/12”, All’Insegna del Giglio, 2013.

[51] F. Iucolano, B. Liguori, C. Colella, *Malte di calce fibro-rinforzate di potenziale impiego nel ripristino del patrimonio edilizio*, Atti IV Convegno Monitoraggio e Conservazione preventiva dei Beni Culturali, 249-256, Università di Cassino, 27-29 maggio 2010.

[52] F. Iucolano, B. Liguori, C. Colella, *Fibre-reinforced lime-based mortars: A possible resource for ancient masonry restoration*, Construction and Building Materials, Vol. 38, 785–789, 2013.

[53] M.L. Santarelli, F. Sbardella, M. Zuena, , J. Tirillò, F. Sarasini, *Basalt fiber reinforced natural hydraulic lime mortars, A potential bio-based material for restoration*, Materials and Design, 63, 398–406, 2014.

[54] P. Spiezia, “I materiali compositi fibrorinforzati nel recupero di edifici storici, Tesi di Dottorato in Ingegneria delle Costruzioni, Università degli Studi di Napoli “Federico II”, 2005.

[55] E. F. Ghedini, “Leptis Magna (Libia)” in *Atlante di Archeologia*, p. 356, UTET, 1996.

[56] O. Al Mahjub, *Mosaici della Villa Romana di Silin (I)*, III Colloquio Internazionale Sul Mosaico Antico, Ravenna, 6-10 September 1980.

[57] B. Davide Petriaggi, *La villa romana di Silin (Leptis Magna - Libia): conservazione in situ e sperimentazione di nuovi materiali per il restauro*, Salone del Restauro, Ferrara, 27 March 2014.

[58] B. Davide Petriaggi, C. D’Angelo, D. Gennari, V. Angeletti Latini, A. El-Turki, M. L. Santarelli, F. Bontempi, S. Arangio, G. Quattrociochi , M. Zuena, *Innovative materials to restore mosaic pavements of the Roman villa of Silin (Leptis Magna- Libya)*, the 12th Conference of the International Committee for the Conservation of Mosaics, Sassari – Alghero, October 2014-November 2014.

[59] S. Arangio, F. Bontempi, M.L. Santarelli, M. Zuena, B. Davide Petriaggi, A. El Turki, *Structural design of new panels for the mosaics of Villa of Silin, Leptis Magna: Part 1 – Design strategy*, Atti del Convegno IF CRASC '15, Rome, 14/16 May 2015.

[60] S. Arangio, F. Bontempi, M.L. Santarelli, G. Quattrociochi, B. Davide Petriaggi, A. El Turki, F. Olini, *Structural design of new panels for the mosaics of Villa of Silin, Leptis Magna: Part 2 – Experimental investigation*, Atti del Convegno IF CRASC '15 -, Rome, 14/16 May 2015.

[61] K. Uprichard, D. Thickett, N. Lee, *The Rebacking of mosaics in the British museum*, *The Conservator*, Vol. 24 Issue 1, 52-60, 2000.

[62] A. Ben Abed, M. Demas, T. Roby, “Lessons Learned: Reflecting on the Theory and Practice of Mosaic Conservation”, Getty Publications, 2008.

[63] A. Ben Abed, B. Khader, “Stories in Stone: Conserving Mosaics of Roman Africa: Masterpieces from the National Museums of Tunisia”, 122-127, Getty Publications, 2006.

[64] M. Cordaro, E. Anselmi, “Tecniche di Esecuzione e Materiali Costitutivi – Corso sulla Manutenzione di DIPINTI MURALI, MOSAICI, STUCCHI”, 43-60, DIMOS Istituto Centrale per il Restauro, 1978.

[65] G. De Guichen, R. Nardi, Mosaic Conservation: *Fifty Years of Modern Practice*, Newsletter 21.1, The J. Paul Getty Trust, Spring 2006.

[66] G. Torraca et al., “Il degrado dei materiali archeologici”, Treccani, 2002.

[67] D. Chrysopoulos, *Supporti: una proposta alternativa*, ICCM 93 fifth conference of the international committee for the conservation of mosaics, proceedings, Conimbriga 1995.

[68] “Roman Mosaics from Tunisia, Research and Conservation”, J. Paul Getty, 2006.

Capitolo 2. Caratterizzazione dei materiali

2.1 Introduzione

Nell'illustrare lo stato dell'arte (si veda paragrafo 1.3) si è potuto osservare come la quantità di pubblicazioni sull'uso della BF in conglomerati a base di cemento nelle scienze delle costruzioni sia molto più ampia e rilevante di quanto studiato sull'uso della BF in conglomerati a base di calce idraulica (naturale o meno). Per avere un riscontro con quanto disponibile a livello bibliografico, si è valutato come in C. Jian et al. (2014) di testare preliminarmente il comportamento delle fibre in esame su campioni di malta cementizia a diverse quantità e morfologie [1]. Tra la vasta gamma di prodotti disponibili, il legante scelto per il confronto con quanto in letteratura è cemento Portland di tipo II/b al calcare, che secondo le statistiche dell'Associazione Europea Cemento (CEMBUREAU) in riferimento al decennio 2000-2010 risulta essere il più venduto nel mercato europeo [2], e a confronto del Portland di tipo I viene considerato a ridotte emissioni di CO₂ e gas serra [3, 4].

Per quanto riguarda lo sviluppo della ricerca, ci si è concentrati sulla calce idraulica naturale con maggiori proprietà idrauliche ossia l'NHL 5 dal momento che a confronto con le calce studiate da M.L. Santarelli et al. (2014) [5] risultava avere risultati migliori in termini di prestazioni meccaniche e sarà il legante utilizzato nella produzione finale dei pannelli per la messa in opera e il riposizionamento sul massetto [6].

Vista l'applicazione in malte, ossia conglomerati con aggregato fine (granuli ≤ 4 mm; sabbia ≤ 2 mm) si è scelto di utilizzare delle fibre corte, efficaci nel mitigare gli effetti di ritiro della malta [7], la scelta è ricaduta su due morfologie, chopped e milled, di fibre di basalto che, come visto nel paragrafo 1.2, offrono prestazioni migliori a confronto con la fibra di vetro in ambiente alcalino, il loro costo non equiparabile a quello della fibra di carbonio, e, al contrario delle fibre di natura vegetale o animale, non sono soggette a biodeterioramento.

2.2 Selezione dei materiali

2.2.1 Il legante idraulico

Esistono diverse norme comunemente confrontate in letteratura per la definizione dei leganti idraulici: il prestandard europeo EN 459-1: 2010 [8] per la definizione delle calce da costruzione, e lo standard Europeo EN 197-1: 2011 [9], lo standard britannico BS 6100:1984 [10], e lo standard statunitense ASTM C 219: 2007 [11] per la definizione della composizione dei cementi.

L'idraulicità del legante dipende della quantità di minerali argillosi presenti nella roccia calcareo-marnosa di partenza o del tipo e dalla quantità dei materiali idraulicizzanti nelle miscele artificiali utilizzati per la sua preparazione.

Indice di Idraulicità (I), espresso nel rapporto percentuale degli ossidi presenti, definisce il tenore di idraulicità e si basa quindi sulla quantità dei componenti costituenti la materia prima (silice, allumina, ferro ecc.):

$$I = \frac{\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3}{\text{CaO} + \text{MgO}}$$

L'indice che può variare da 0 a 1.2, rappresenta la capacità di un legante idraulico di far presa ed indurire in nel tempo conservando le proprietà di resistenza anche in ambiente umido o sommerso (allo zero siamo in presenza di calce aerea, a valori di 0.5 calce limite o cementi, da 0.5 a 1.2 cementi a presa rapida) [12].

Per quanto riguarda il cemento Portland menzionato nell'introduzione, due diverse malte cementizie sono state preparate a partire da due diversi prodotti tra i più comunemente utilizzati sul mercato italiano, in particolare il cemento Portland di tipo II/b al calcare in conformità alla norma europea EN 197-1: 2011, fornito da Buzzi (d'ora in poi definito come "PIIa") e da Italcementi (qui di seguito nominato come "PIIb"). PIIa è indicato come cemento per impieghi strutturali mentre PIIb è descritto come cemento per applicazioni di ripristino.

Per quanto riguarda la calce utilizzate, il prestandard europeo EN 459-1: 2010 utilizza la definizione di "calce idraulica" distinguendo tra due macrocategorie: la NHL prodotta dalla combustione (sotto i 1250°C) di rocce calcaree più o meno argillose ridotte a polvere attraverso spegnimento con o senza macinazione senza

aggiunta di additivi; e la NHL-P, che può contenere fino a un 20% di adeguato materiale pozzolanico o idraulizzante.

Tabella 2.1. a) Tipica composizione chimica delle calci (%); b) contenuto analizzato e calcolato di silicati di calcio (%)(da Hewlett, 1998 [13]).

a)

	Air limes			
	Quicklime CL 90	Hydrated lime CL 80	Dolomitic quicklime DL 85	Hydraulic lime
SiO ₂	0.9	0.9	1.0	31.1
Al ₂ O ₃	0.3	0.5	0.3	4.4
Fe ₂ O ₃	0.2	0.2	0.3	2.2
CaO	95.9	71.3	57.5	58.4
MgO	0.3	0.3	37.6	1.1
SO ₃	0.5	0.5	-	0.6
CO ₂	0.8	3.5	1.0	1.3
K ₂ O	0.03	0.04	-	-
Na ₂ O	0.20	0.15	-	-
LOI	0.8	21.4	-	-

b)

	Determined using XRD and microscopy	Determined using Bogue formulae based upon oxide analyses
C ₃ S (alite)	66-82	42-68
C ₂ S (belite)	2-32	10-36

Sempre in accordo con la norma EN 459-1, la calce idraulica naturale è prodotta dalla combustione e dallo spegnimento di roccia calcarea, senza eventuali aggiunte come pozzolana, gesso, aeranti, cenere o cemento. Se queste aggiunte sono rilevate nel materiale, ne provocano la ridenominazione dei prodotti risultanti nelle sottoclassi NHL-z, e si ritiene accettabile fino al 3% di contenuto di SO₃.

Nel caso delle calci naturali prodotte da St. Astier, come quella utilizzata nel presente studio, il fornitore dichiara l'assenza di additivi e un contenuto di SO₃ in traccia (0.45%-0.54%) e tra il 15% e oltre il 50% di calce libera.

Tabella 2.2. Composizione chimica e mineralogica delle calci prodotte da St. Astier (da C.E.S.A.[14]).

Analisi chimica	%	Note
Perdita a combustione	40	
CaO	4>	
SiO₂	13	
>MgO	0.6	<i>L'assenza d'infiltrazioni di argilla e la conseguente presenza minima di Al₂O₃, solfati e alcali assicurano che la produzione di calci idrauliche sia basata quasi totalmente sulla combinazione di ossido di calcio e silice reattiva.</i>
Al₂O₃	1.1	
>Fe₂O₃	0.32	
SO₃	0	
Na₂O	0.04	
K₂O	0.1	
Others	0.84	
Composizione mineralogica corrispondente		
H₂O (contenuto)	8	
CaCO₃	75	
SiO₂ (solubile)	11 reattiva/ combinabile	<i>La silice solubile, disponibile per essere combinata con l'ossido di calcio prodotto dalla calcinazione del carbonato di calcio determina l'idraulicità del prodotto finito.</i>
SiO₂ (insolubile)	2 inerte/ Non combinabile	
MgCO₃	1	
Altri (derivati da quanto sopra)	3	

	Composizione CHIMICA (%)			MINERALOGICA (%)			
	NHL 5	NHL 3.5	NHL 2		NHL 5	NHL 3.5	NHL 2
Perdita a combustione	16	18	20				
Calcimetria (CaO₂)	10	11	6				
Insolubile	5.6	9.6	8		5.6	9.6	8
CaO	59	56	63	Calce libera	22	25	58
				Ca(OH)₂			
				CaCO₃	23	25	13
				incombusto			
SiO₂	15	12	6	Silicato di calcio			
Combinato							
Al₂O₃	1.92	1.66	1.3	C₂S	43	35	17
				C₃A	0.7	0.5	0.4
				C₂AS	1.3	1.0	0.8
Fe₂O₃	0.57	0.49	0.4	C₄AF	0.7	0.5	0.4
SO₃	0.41	0.45	0.31	CaSO₄	0.7	0.8	0.5
				Altri			
MgO	1.01	0.98	0.75				
MnO	0.02	0.01	>0.01				
TiO₂	0.18	0.16	0.12				
K₂O	0.21	0.16	0.12				
Na₂O	0.07	0.06	0.04				

Inoltre, l'alluminato tricalcico si forma quando i materiali sono bruciati a 900°C ed aumenta sopra i 1000°C, i valori maggiori si possono trovare nel cemento ordinario. Ovviamente minore è la quantità di allumina e solfati contenuti nella materia prima, migliore è la qualità del prodotto finale. I depositi St. Astier sono considerati eccezionalmente bassi in allumina e in solfati, e di conseguenza il prodotto risulta quasi esente da tali componenti.

Diverse classi di calce idraulica naturale sono prodotte dallo stesso bacino di roccia calcareo-marnosa. Nella loro classificazione, il numero posto dopo la sigla NHL fornisce informazioni sulla resistenza alla compressione, in conformità a diversi fattori che ne determinano l'idraulicità. Per la composizione chimica delle calce prodotte da St. Astier si rimanda all'apposita tabella 2.3. Una calce tra quelle prodotte da St. Astier, NHL 3.5, era stata utilizzata per un confronto tra leganti idraulici nello studio di Santarelli et al. (2014), e due malte a base della stessa con aggiunta di cocchiopesto [5, 15]. Si sono presi a modello i due prodotti che in accordo con la pubblicazione offrivano risultati migliori per un confronto con la malta a base di NHL 5 che ha mostrato di essere il migliore materiale per rendimento ed il più adatto per essere utilizzato come supporto pavimentale (si veda la Tabella 2.3 per un prospetto sui prodotti).

Tabella 2.3 . Elenco dei leganti idraulici o premiscelati utilizzati nello studio o di confronto.

<i>Fornitore</i>	<i>Descrizione</i>	<i>Legenda</i>
<i>Buzzi</i>	II/b Portland limestone cement	PIIa
<i>Italcementi</i>	II/b Portland limestone cement	PIIb
<i>St. Astier</i>	NHL 5	NHL 5
<i>St. Astier</i>	NHL 3.5*	NHL 3.5
<i>Calci Idrate Marcellina S.p.A.</i>	NHL 3.5- premiscelato con cocchiopesto*	MCC

*materiali di confronto da Santarelli et al. (2014) [5, 15]

I dati sono stati raccolti nel triennio in collaborazione con tre studentesse in fase del tirocinio formativo, Dott. M. Zuena, Ing. M. Albè, e Dott. S. Colandrea e possono essere apprezzati in parte nelle loro dissertazioni finali [16, 17, 18].

2.2.2 L'aggregato

Secondo UNI 10924:2001 l'aggregato è definito come un componente della malta, distinto in base alla sua origine [19] e alle sue dimensioni. Può essere costituito da:

- sabbia (di fiume, di cava o di litorale);
- rocce frantumate;
- materiali naturali a comportamento pozzolanico;
- materiali artificiali a comportamento pozzolanico;
- frammenti di malte indurite.

La norma europea EN 12620:2008 fornisce le linee guida per la definizione degli aggregati da utilizzare per il calcestruzzo tenendo conto delle differenze di produzione delle varie nazioni, definisce gli aggregati in base al diametro minimo (d) e massimo (D) di una frazione di aggregato nel seguente modo:

- aggregato grosso: $d \geq 2 \text{ mm}$; $D \geq 4 \text{ mm}$
- aggregato fine (sabbia): $d = 0$; $D \leq 4 \text{ mm}$
- misto granulometrico naturale 0/8: $d = 0$; $D \leq 8 \text{ mm}$
- aggregato misto (all in): $d = 0$; $D \leq 45 \text{ mm}$
- filler: \leq passante al setaccio 0.063 mm [20]

Da essa in Italia derivano la UNI 8520-1:2016 e la UNI 8520-2:2016 [21, 22].

La UNI 8520-1:2016 fa riferimento ai setacci standard serie UNI 2332 attraverso cui si fa passare l'aggregato per classificarlo:

- filler: con passante allo staccio 0.075 $> 90\%$;
- aggregati fini: con passante allo staccio 4 $> 95\%$;
- aggregati grossi: con passante allo staccio 4 $< 5\%$ [23].

Come aggregato per il confezionamento dei primi provini è stata scelta una sabbia silicea felspatica fornita da Tecno Imac¹ (si veda la Tabella 2.4), in seguito sostituita da una sabbia silicea con caratteristiche granulometriche confrontabili. In una terza fase un aggregato reattivo è stato utilizzato al posto dell'aggregato inerte per valutarne l'influenza sulle prestazioni del composito.

Tabella 2.4. Elenco degli aggregati utilizzati nelle malte prodotte

<i>Fornitore</i>	<i>Descrizione</i>
<i>Tecno Imaac</i>	Sabbia silicea feldspatica
<i>VA-GA S.r.L.</i>	Sabbia silicea
-	Pozzolana rossa scura

2.2.3 Fibre di basalto

Non ci si dilungherà oltre sul perché siano state scelte le fibre di basalto rispetto a fibre di altra natura presenti sul mercato. Ci si soffermerà altresì sul tipo di fibra scelta, infatti nella prima e nella seconda fase del progetto sono state aggiunte alla malta fibre corte di tipo milled e chopped. In generale, le fibre di rinforzo permettono ai compositi di avere un elevato livello di anisotropia e di eterogeneità. Pur tuttavia questa caratteristica dipende dalla lunghezza delle fibre, i compositi di fibre continue normalmente sono anisotropi, con un orientamento preferenziale delle fibre, mentre le fibre discontinue hanno generalmente un orientamento casuale.

Il ruolo delle fibre dipende anche dalla loro forma, infatti una fibra ha una lunghezza molto maggiore del suo diametro. Il rapporto tra lunghezza e diametro (l/d) è conosciuto come "aspect ratio" (rapporto d'aspetto in italiano) e può variare notevolmente se si utilizzano fibre corte chopped o rovings, mats, o tessuto, distribuiti casualmente nella matrice o disposti in modo più regolare.

¹ Questa tipologia di sabbia è stata scelta in base alla somiglianza morfologica con le sabbie libiche in considerazione della necessità dei restauratori di utilizzare materia prima locale per la preparazione della malta.

In teoria la forza di compositi di fibre discontinue può essere paragonabile a quello di compositi di fibre continue se il loro rapporto d'aspetto è abbastanza grande e sono allineati; ma, in pratica, è difficile mantenere un buon allineamento con fibre discontinue. L'allineamento tipico delle fibre discontinue è normalmente isotropo, con una drastica riduzione della resistenza e modulo elastico del composito. Tuttavia, in matrici fragili come nel caso di ceramici, queste fibre controllano l'allargarsi della frattura e la propagazione delle cricche, e l'obiettivo è quello di aumentare la tenacità con effetti di rinforzo spesso di secondaria importanza.

Ciò che si mira a ottenere è un equilibrio tra l'aumento di tenacità e la diminuzione della resistenza e del modulo, quindi il tipo e la quantità del rinforzo, in termini di distribuzione e di frazione volumetrica, definiscono le proprietà finali del composito ceramico.

Un altro elemento determinante è il legame tra le fibre e la matrice. Esso dipende dai processi che avvengono all'interfaccia fibra-matrice (interfase). In alcuni compositi avanzati, nonché nei cementi rinforzati con fibre di vetro, l'interazione chimica tra questi due componenti può essere distruttiva per l'integrità del composito stesso, con conseguente necessità di un trattamento specifico sulla fibra (sizing) per ridurre il problema. Il legame fibre-matrici è assicurato attraverso diversi processi: per adesione, ancoraggio meccanico e per attrito, a seconda delle proprietà chimiche e meccaniche di entrambe le fasi.

La qualità del legame può variare nel tempo a seconda dell'intensità e della durata del carico. La rottura di materiali compositi si verifica poco dopo quella delle fibre ed il comportamento post-rottura della matrice è fortemente non lineare. Alla frattura, si verificano fenomeni differenti che possono essere avvenire a carico della fibre o della matrice: debonding, frattura della fibra e pulling-out della fibra. In generale, è difficile o addirittura impossibile ipotizzare e modellare completamente il comportamento del materiale su considerazioni teoriche, in particolare per quelli molto eterogenei. I tentativi possono mirare a informazioni approssimative, che rendono necessaria la sperimentazione su modelli reali [24, 25, 26].

Nel 2015 Markets&Markets.com ha stilato il profilo di alcuni dei maggiori produttori e rivenditori della fibra di basalto nel mondo [27], si è scelto di partire da essi per la fornitura di fibre corte:

- 1) Basaltex NV
- 2) Isomatex S.A.
- 3) Technobasalt-Invest LLC
- 4) Mafic SA
- 5) Incotelogy GmbH
- 6) Kamenny VEK
- 7) Zhejiang GBF Basalt Fiber Co.
- 8) Sudaglass Basalt Fiber Technology
- 9) Shanxi Basalt Fiber Technology Co. Td
- 10) Mudanjiang Jinshi Basalt Fiber Co. Ltd

I fornitori scelti sono tra i più attivi sul mercato europeo, vale a dire Basaltex NV, al primo posto nell'elenco di cui sopra, e Incotelogy GmbH, che presentava il vantaggio di fornire più tipologie di fibre chopped trattate con diversi sizings da utilizzare in calcestruzzo o in compositi cementizi (vedi Tabella 2.5 per un prospetto sulle fibre impiegate).

Tabella 2.5. Elenco delle fibre studiate.

Fornitore	Morfologia	Diametro (μm)	Lunghezza (mm)	Sizing	Legenda
<i>Basaltex NV</i>	Milled	10-17	-	Silani	M01
<i>Basaltex NV</i>	Chopped	13-19	6.4	B	B
<i>Incotelogy GmbH</i>	Chopped	13	6.4	1	A1
<i>Incotelogy GmbH</i>	Chopped	13	6.4	2	A2
<i>Incotelogy GmbH</i>	Chopped	13	6.4	3	A3
<i>Incotelogy GmbH</i>	Chopped	17	6.4	1	A4
<i>Incotelogy GmbH</i>	Chopped	17	6.4	2	A5
<i>Incotelogy GmbH</i>	Chopped	13	2.8	3	A6

Quindi riassumendo nello sviluppo della tesi i campioni sono stati preparati utilizzando una calce idraulica naturale fornita dalla St. Astier, due diversi tipi di aggregati, ovvero sabbia silicea e pozzolana, e sette tipi di fibre che presentano delle differenze sia in sizing (a base di silani) sia nelle dimensioni.

2.3 Caratterizzazione chimica dei leganti idraulici

Per quanto riguarda le materie prime, i leganti idraulici e l'aggregato pozzolanico sono stati studiati attraverso l'analisi termo-gravimetrica (TGA) utilizzando la termobilancia Q600 della TA Instruments, che permette l'analisi simultanea tramite calorimetria differenziale a scansione e analisi termo-gravimetrica (DSC-TGA). I campioni dei leganti sono stati posti in un crogiolo di platino in un flusso d'aria di 50 ml/min. ad una velocità di riscaldamento di 10° C/min., nell'intervallo di temperatura da 30° C a 1000° C. Gli analizzatori termici simultanei di questo tipo misurano contemporaneamente il flusso di calore e i cambiamenti di peso del materiale in funzione della temperatura (o tempo) in atmosfera controllata.

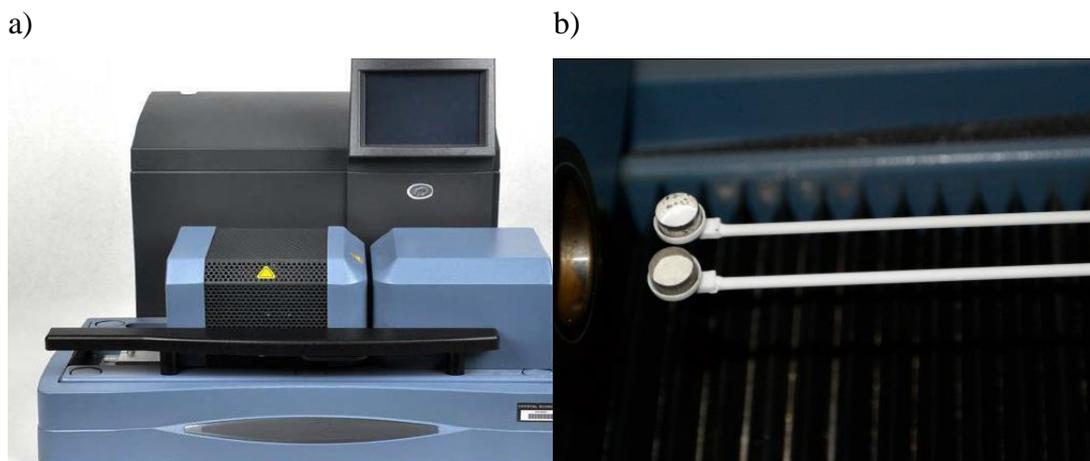


Figura 2.1. a) Termobilancia TA Instruments SDT Q600; b) il segnale della perdita in peso è ottenuto dalla differenza tra il peso del crogiuolo contenente il campione ed il riferimento; particolare dell'interno della bilancia con i crogioli.

I valori del composto ricercato nella miscela si evincono dalla perdita in massa dell'analita dovuta a reazioni conosciute di decomposizione o ossidazione che

avvengono ad una determinata temperatura, e sono apprezzabili in tabella 2.6. Per ogni campione, le curve di decomposizione termica mostrano la variazione di massa in funzione della temperatura [28]. La tecnica della diffrazione a raggi X su polveri (XRD) è stata qui utilizzata come punto di partenza per ottenere informazioni sulla composizione cristallina dei prodotti in calce idraulica naturale (per avere conferma dell'assenza di composti inadatti a un'applicazione nei beni culturali) e confrontare i dati ottenuti con quelli delle schede tecniche. Lo studio XRD è stato effettuato nella fase preliminare, utilizzando un diffrattometro Philips X'Pert secondo il metodo di diffrazione delle polveri, impiegando una radiazione $\text{CuK}\alpha_1$, dimensione del passo di 0.020° , tempo per step di 2 secondi, da 5° a 80° .

Cementi Portland di tipo IIB al calcare

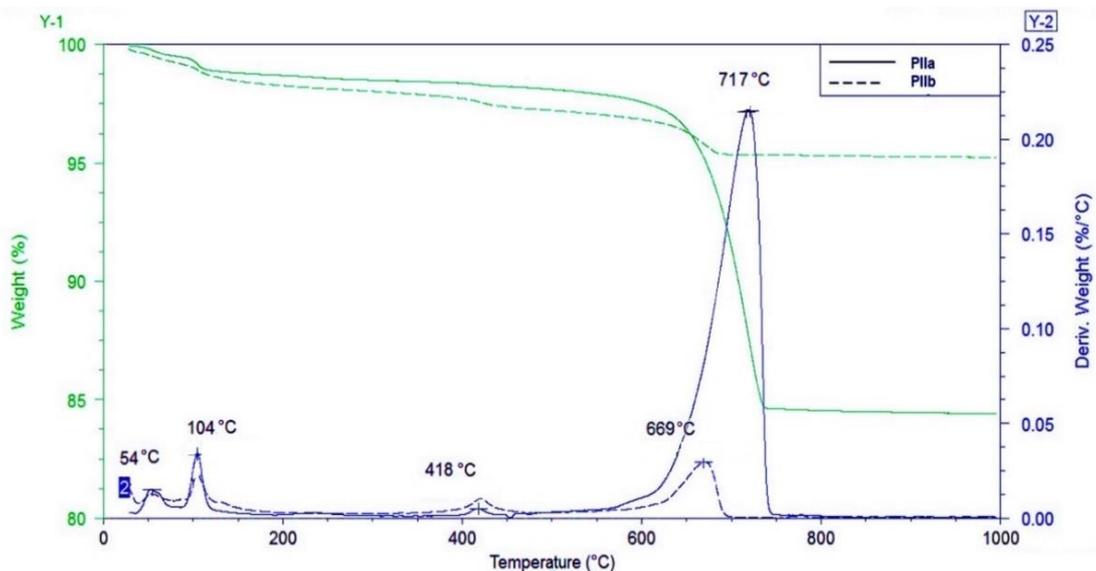


Figura 2.2. La perdita di peso e le curve derivate ottenute dall'analisi TGA dei due cementi (da G. Quattrococchi et al., 2015) [29].

Preliminarmente si sono studiati i due cementi Portland di tipo II/b, durante l'analisi l'attenzione è stata rivolta alla differenza tra i due cementi che appartengono alla stessa categoria, identificati come PIIA e PIIB. I termogrammi mostrano le differenze di composizione tra i due cementi, maggiormente evidenziate sui diagrammi derivati (in blu).

Si evidenzia, in particolare, una differenza principale tra i due leganti nell'intervallo 670 °C e 717 °C, in corrispondenza del picco endotermico della decomposizione del CaCO_3 . Le percentuali delle perdite di peso per CaSO_4 , (ossia per PIIA: 2.0% ;per PIIB: 1.8%), $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (per PIIA: 0.8%; per PIIB: 3.3%), e CaCO_3 (per PIIA: 31.1%; per PIIB: 4.14%) mostrano che PIIA risulta fortemente più ricco di CaCO_3 rispetto a PIIB.

Calce Idraulica Naturale NHL5

Poiché NHL 5 è stato utilizzato in due fasi della presente ricerca, un'analisi termo-gravimetrica di campionatura del nuovo materiale è stata eseguita come controllo qualità per assicurare la rispondenza dei componenti principali.

Qui di seguito, i termogrammi del 2014 e del 2016.

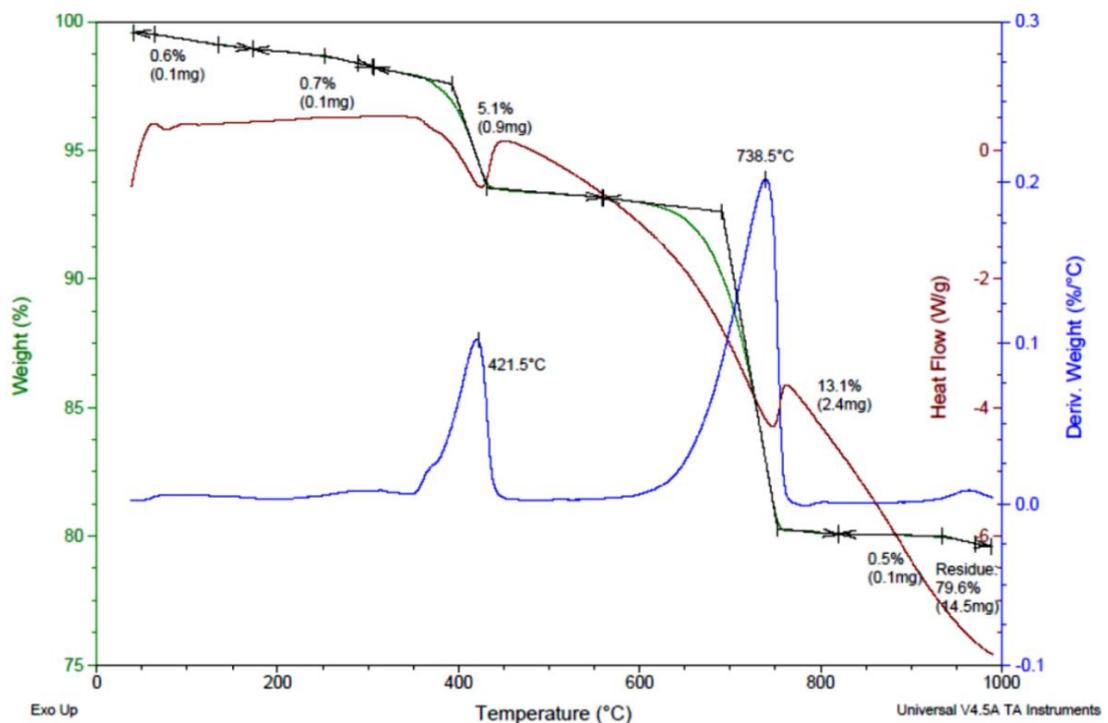


Figura 2.3.. curve DSC-TGA per il legante NHL 5 nel 2014.

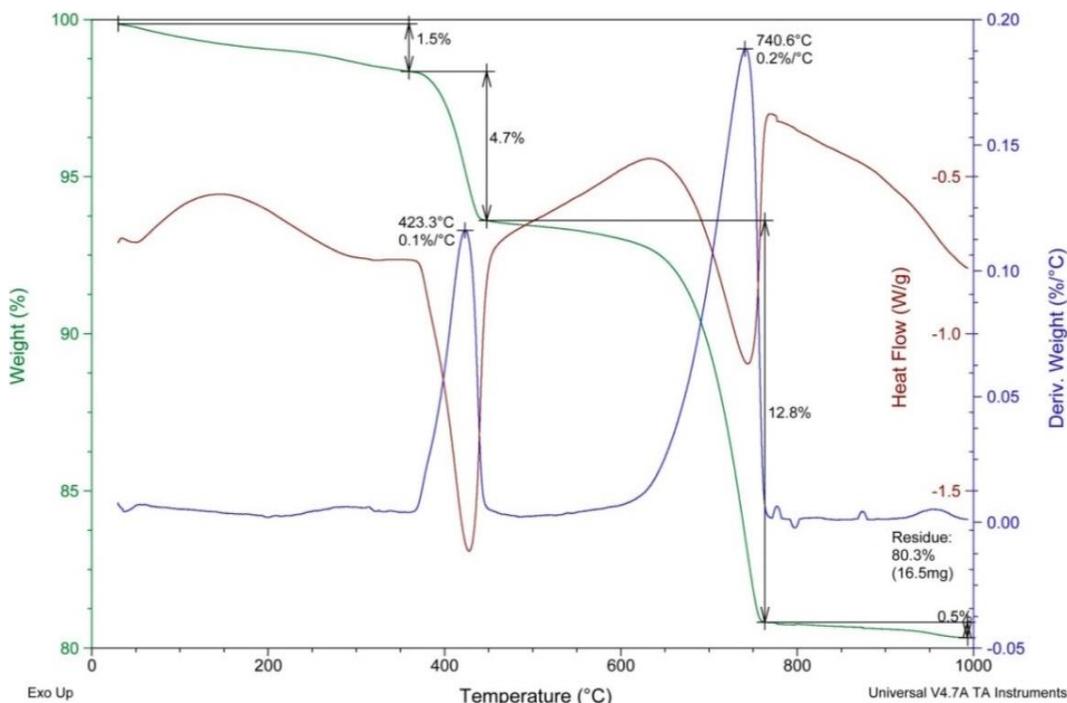


Figura 2.4. Curve DSC-TGA per il legante NHL5 nel 2016.

Nei grafici, in verde è riportata la curva corrispondente alla perdita in peso: all'inizio del riscaldamento avviene la disidratazione del campione, con conseguente perdita di peso di circa 1-1.5%. La fase successiva è in corrispondenza di ca. 420° C, temperatura alla quale avviene la decomposizione dell'idrossido di calcio, con una perdita di peso corrispondente a 5.1% nel 2014 e 4.7% nel 2016; tali valori indicano una percentuale di Ca(OH)_2 vicino al 20% della massa totale. Tra 600 e 800 ° C (circa 739 ° C) il carbonato di calcio perde anidride carbonica a causa di fenomeni di decarbonatazione, che determina una perdita di peso di ca. 12.8%: tali valori indicano una presenza di CaCO_3 corrispondente a ca. il 30%. La curva calorimetrica in rosso mostra gli effetti endo-termici corrispondenti alle perdite di peso più significative.

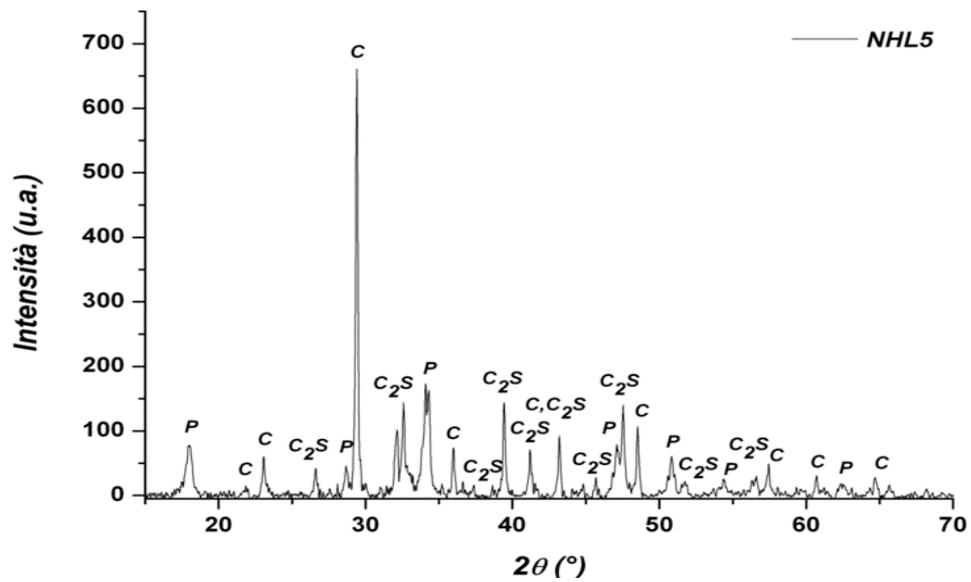


Figura 2.5. Diffratogramma XRD del legante NHL5. C= calcite, C_2S = silicato di calcio, P = portlandite.

Il diffratogramma per NHL 5 conferma la presenza di calcite ($CaCO_3$) e portlandite ($Ca(OH)_2$) come da TGA. Sono visibili anche larnite o belite (silicato bicalcico $\beta-Ca_2SiO_4$), a causa delle argille calcaree delle materie prime.

Leganti di confronto: Calce Idraulica Naturale NHL 3.5 e premiscelato a base di NHL 3.5 con cocciopesto (MCC)

Nei grafici dei campioni di confronto visibili nelle figure 2.5 - 2.9, si possono apprezzare le differenze tra le composizioni dei leganti. Per il campione NHL 3.5 la curva TGA in verde evidenzia un gradino del 7.6%, appartenente alla perdita di peso da idrossido di calcio, a ca. 410 ° C che corrisponde ad una percentuale di $\text{Ca}(\text{OH})_2$ vicina al 31% della massa totale. Tra 600 e 800° C (circa 739° C) il carbonato di calcio perde anidride carbonica in seguito ai fenomeni di decarbonatazione, con una perdita di peso del 10%: da ciò è possibile stimare una presenza di CaCO_3 di ca. 23%.

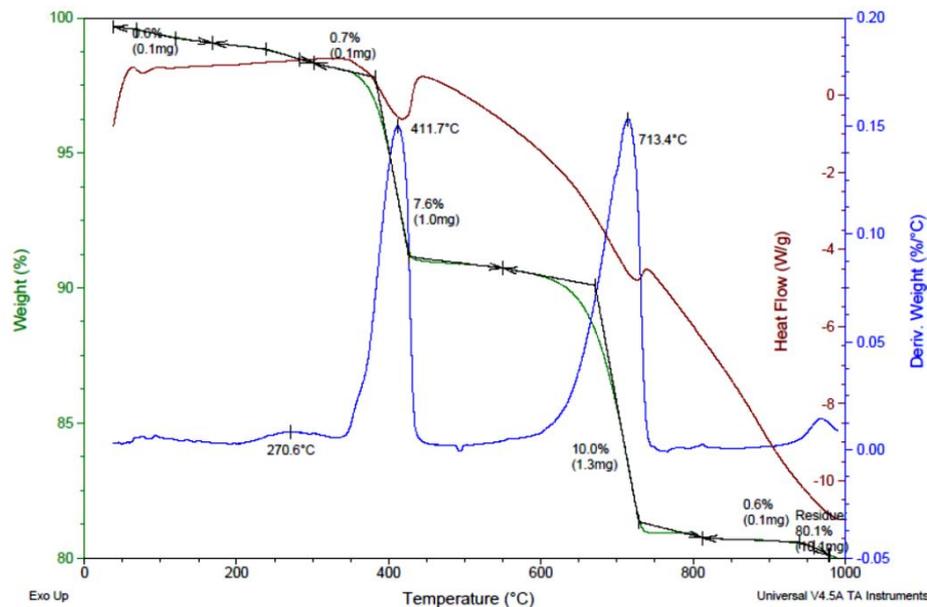


Figura 2.6. Curve DSC-TGA per il legante NHL3.5 (da Santarelli et al. 2014 [5]).

Il diffrattogramma realizzato per il legante NHL 3.5 mostra la stessa composizione mineralogica già evidenziata nell'analisi del legante NHL 5; ed anche i risultati delle analisi TGA-DSC sono qualitativamente comparabili e differiscono solo nelle proporzioni dei componenti [30].

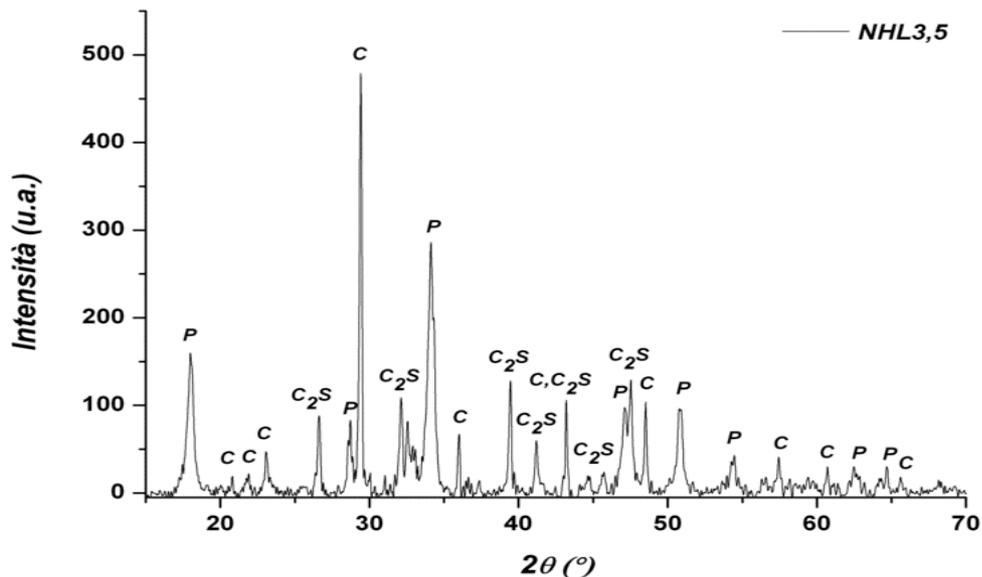


Figura 2.7. Tracciato XRD del legante NHL3.5. C= calcite, C_2S = silicato di calcio, P = portlandite (da Santarelli et al. 2014 [5]).

Per quanto riguarda il premiscelato a base di NHL 3.5 con cocciopesto MCC, il segnale TG, in verde nella curva, registrato tra i 350 ° e i 450 °C sta ad indicare una minor perdita di peso in confronto con pure calci idrauliche naturali, essendo questo valore lo 0.7% del totale; mentre il segnale attribuibile alla decarbonatazione è notevolmente elevato, ca. 40% del totale.

Tale contributo tuttavia è da attribuirsi in parte alla presenza di aggregato inerte nel premiscelato.

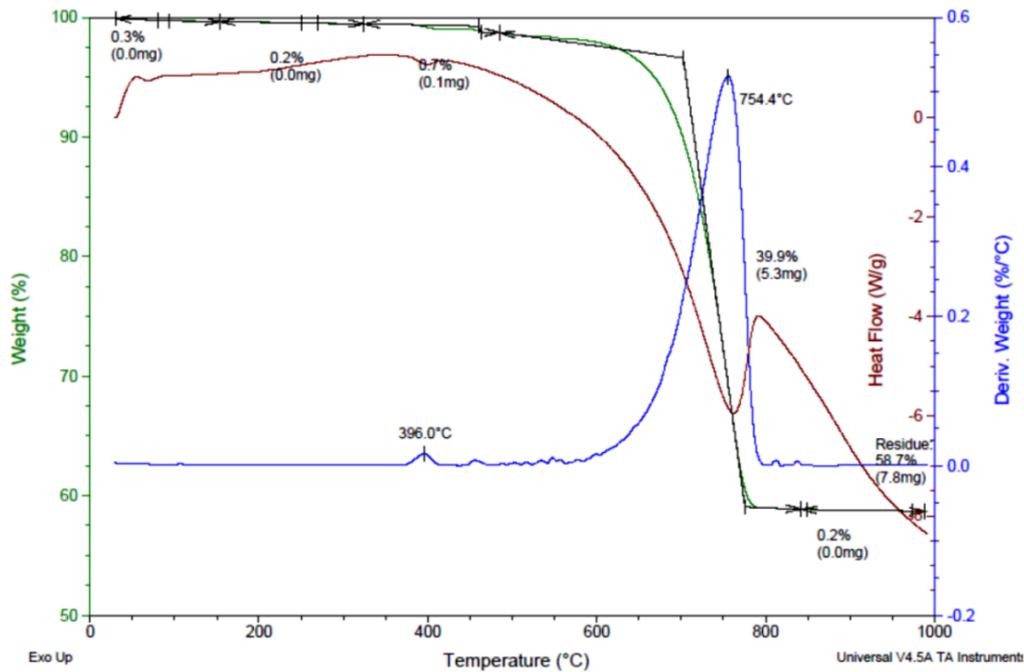


Figura 2.8. curve DSC-TGA per MCC (da Santarelli et al. 2014 [5]).

Il Diffattogramma per MCC conferma la presenza di calcite (CaCO_3), Portlandite ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) e Iarnite (silicato bicalcico $\beta\text{-Ca}_2\text{SiO}_4$) così come già nelle altre due calci idrauliche naturali. Inoltre, dolomite ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$) e quarzo (SiO_2) sono visibili come contributo dovuto agli aggregati del premiscelato.

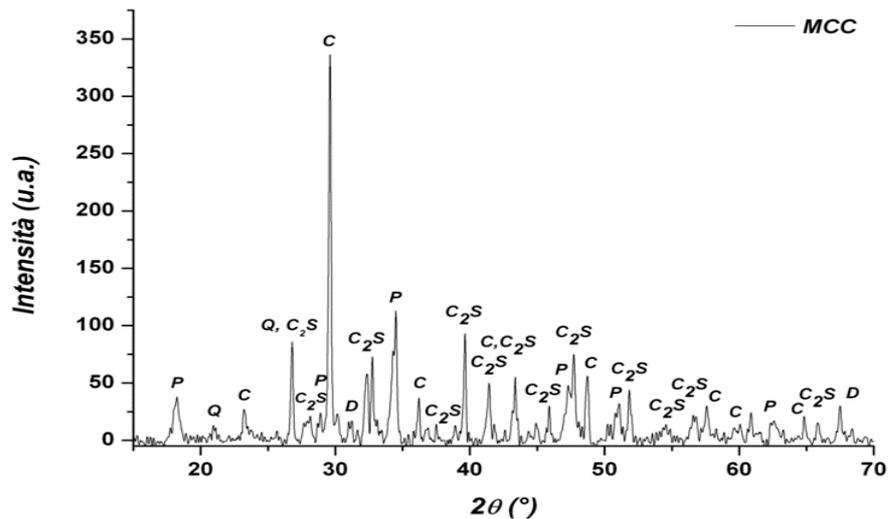


Figura 2.9. Tracciati XRD per MCC. C = calcite, C2S = silicato bicalcico, P = Portlandite, D = dolomite, Q = quarzo (da Santarelli et al. 2014 [5]).

Tabella 2.6. Valori riassuntivi TGA ottenuti per i leganti idraulici; percentuale in peso di CaSO_4 , Ca(OH)_2 e contenuti CaCO_3 ottenuti dalla perdita di massa in funzione della temperatura.

Campione	Temperatura (°C)	Perdita in peso (%)	CaSO_4 (%)	Ca(OH)_2 (%)	CaCO_3 (%)
NHL 5 in 2014	421.5	5.1	-	20.9	-
	738.5	13.1	-	-	30.1
NHL 5 in 2016	423.3	4.7	-	19.3	-
	740.6	12.8	-	-	29.4
NHL 3.5*	411.7	7.6	-	31.2	-
	713.4	10.0	-	-	23.0
MCC*	396	0.7	-	2.9	-
	754.4	39.9	-	-	91.8
PIIA**	110	1.1	2.0	-	-
	420	0.2	-	0.8	-
	717	13.5	-	-	31.05
PIIB**	106	1.0	1.8	-	-
	420	0.8	-	3.3	-
	670	1.8	-	-	4.14

(*da Santarelli et al. (2014) [5] e **Quattrociochi et al. (2015)[29])

Aggregato pozzolanico

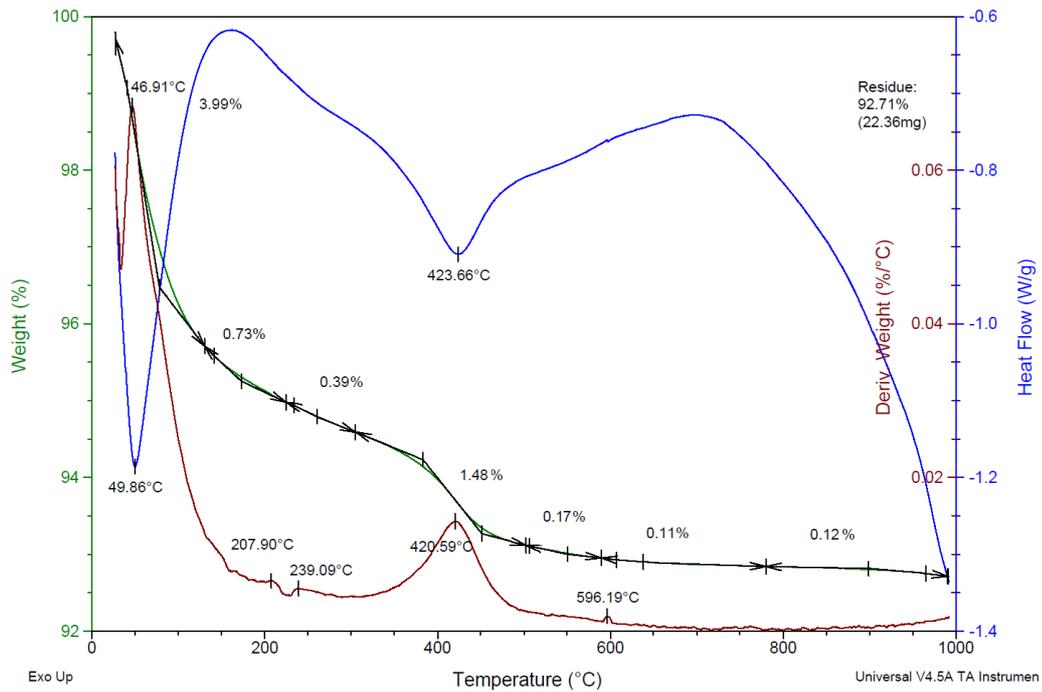


Figura 2.10. Curve DSC-TGA per l'aggregato pozzolanico.

Come visibile nella curva TGA, la perdita di massa del campione pozzolanico è abbastanza uniforme, indicando una costante perdita di acqua dalle fasi amorfe. Intorno ca. 400 °C è visibile la perdita di massa di 1.48% a causa della presenza di silicati. [31]

2.4 Determinazione granulometrica degli aggregati

La determinazione della distribuzione granulometrica degli aggregati è stata eseguita mediante setacciatura secondo UNI EN 1015-1:2007. La dimensione del setaccio è identificata dalla sua denominazione standard nelle normative europee che prevedono degli standard per le dimensioni delle aperture della maglia e del diametro dei fili del setaccio [32]. Sette setacci forniti dalla Retsch sono stati scelti con le maglie secondo il seguente formato di apertura: 4 mm, 2 mm, 1 mm, 250 µm, 125 µm e 63 µm. I setacci sono stati collocati in colonna, sulla sommità è

stato posto il setaccio con le più grandi aperture. Ogni setaccio della colonna presenta aperture più piccole rispetto a quello soprastante. Alla base è collocato uno stampo rotondo, definito ricevitore [33].

Un campione rappresentativo di aggregato, una volta pesato, è stato versato nel setaccio superiore e la colonna è stata posta su un agitatore meccanico Retsch vs 1000, che ha scosso la colonna per dieci minuti, con velocità 40r/min.

a)



b)



Figura 2.11. a) colonna di setacci sull'agitatore; b) Aggregato trattenuto nel setaccio.

Successivamente alla agitazione della colonna, la porzione di materiale inerte rimasta nei setacci è stata pesata, ed i risultati sono rappresentati in un grafico che mostra la percentuale di passaggio dell'aggregato rispetto alla dimensione dei setacci.

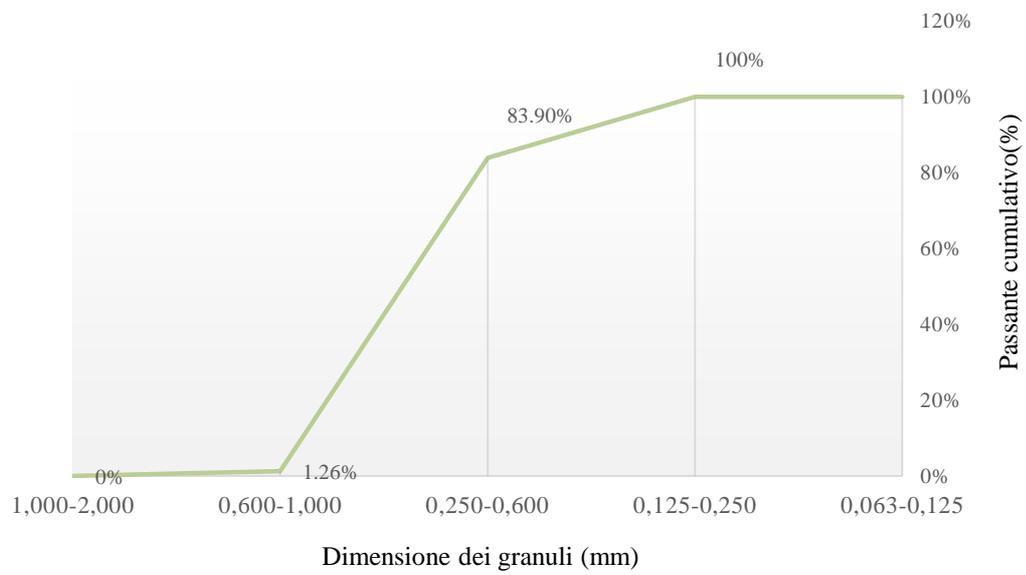


Figura 2.12. Curva cumulativa per l'aggregato sabbia silicea feldspatica.

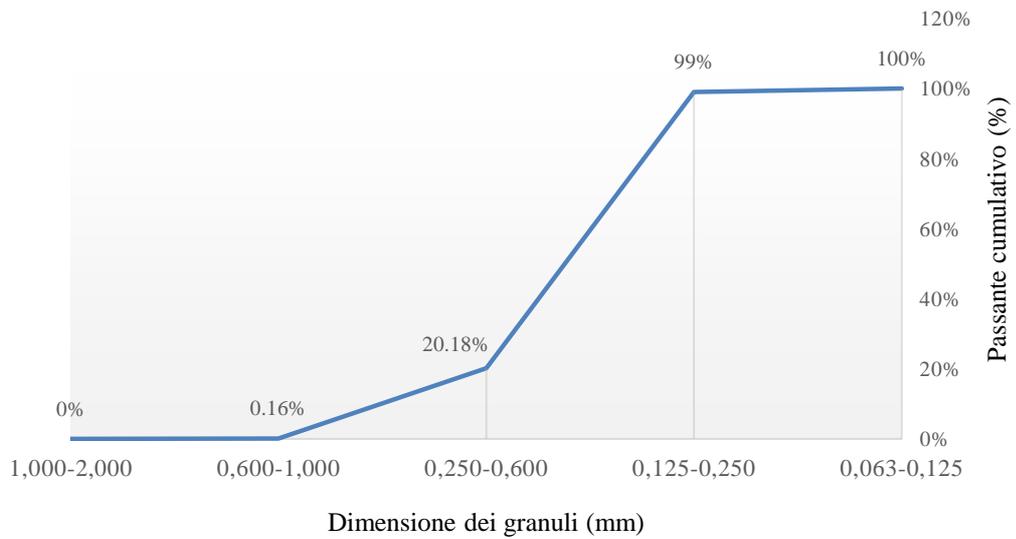


Figura 2.13. Curva cumulativa per l'aggregato sabbia silicea.

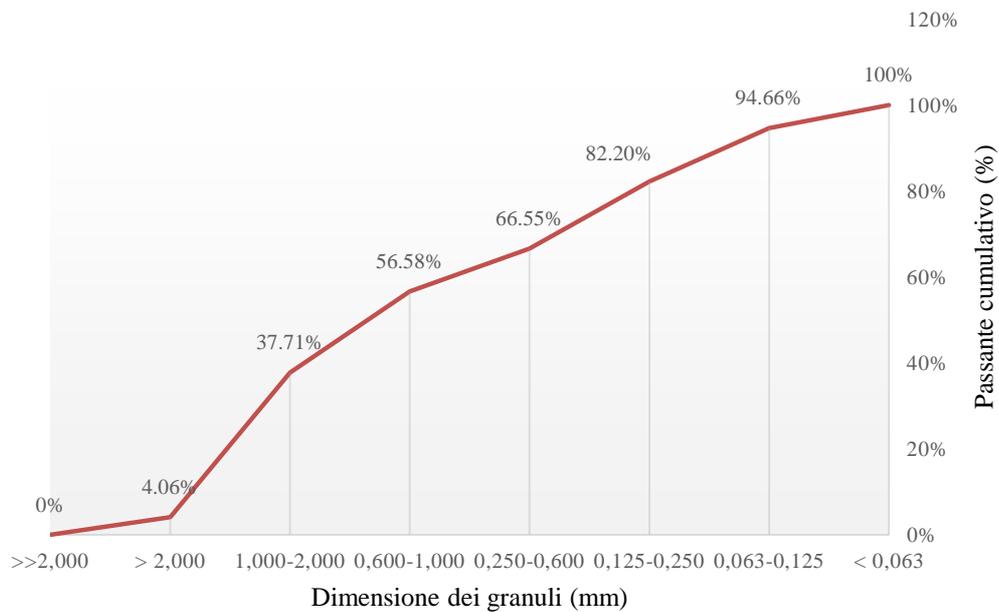
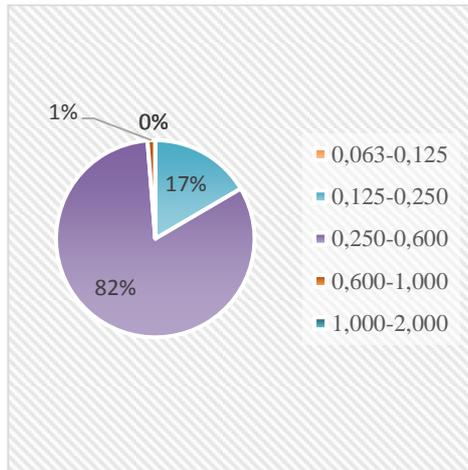


Figura 2.14. Curva cumulativa per l'aggregato pozzolana.

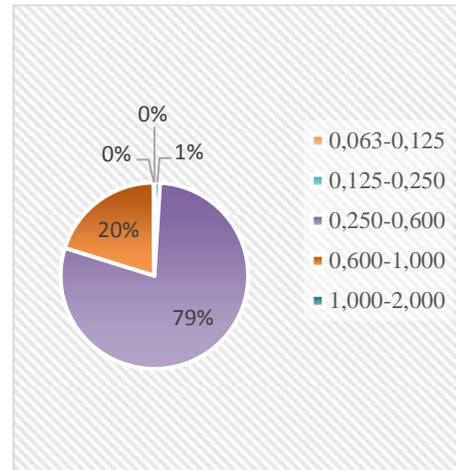
Come visibile nelle curve mostrate in figura 2.12 e in figura 2.13, per quanto riguarda la sabbia silicea in entrambi i casi abbiamo un aggregato ben classato, infatti i tipi di aggregati sono stati scelti per essere comparabili con un campione ben classato a granulometria simile. Mentre l'aggregato pozzolanico ha una classazione moderata.

In figura 2.15 è mostrata la distribuzione granulometrica dei tre aggregati: si riporta in maniera grafica il contributo delle diverse dimensioni dei clasti.

a)



b)



c)

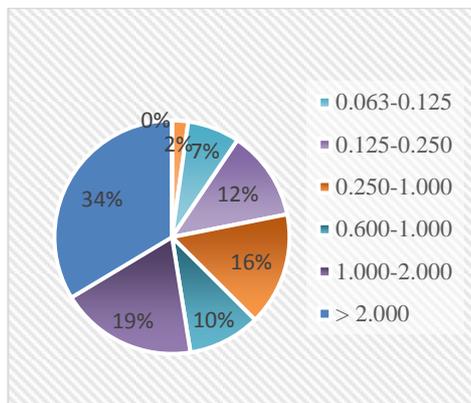


Figura 2.15. Distribuzione granulometrica per a) sabbia silicea feldspatica; b) sabbia silicea; c) aggregato pozzolanico.

2.5 Caratterizzazione chimica e fisica delle fibre

Come primo approccio le fibre descritte nel paragrafo 2.2.3 sono state studiate al microscopio elettronico a scansione SEM (SEM Philips XL 40) e microscopio ottico con le lenti dell'obiettivo (Zeiss) 4x, 10x e 20x.

Nell'osservazione delle fibre, particolare attenzione è stata rivolta alla geometria, alla dispersione e al controllo delle dimensioni. Particolare attenzione è stata

posta alla caratterizzazione superficiale che può determinarne la tendenza all'aggregazione [24-26].

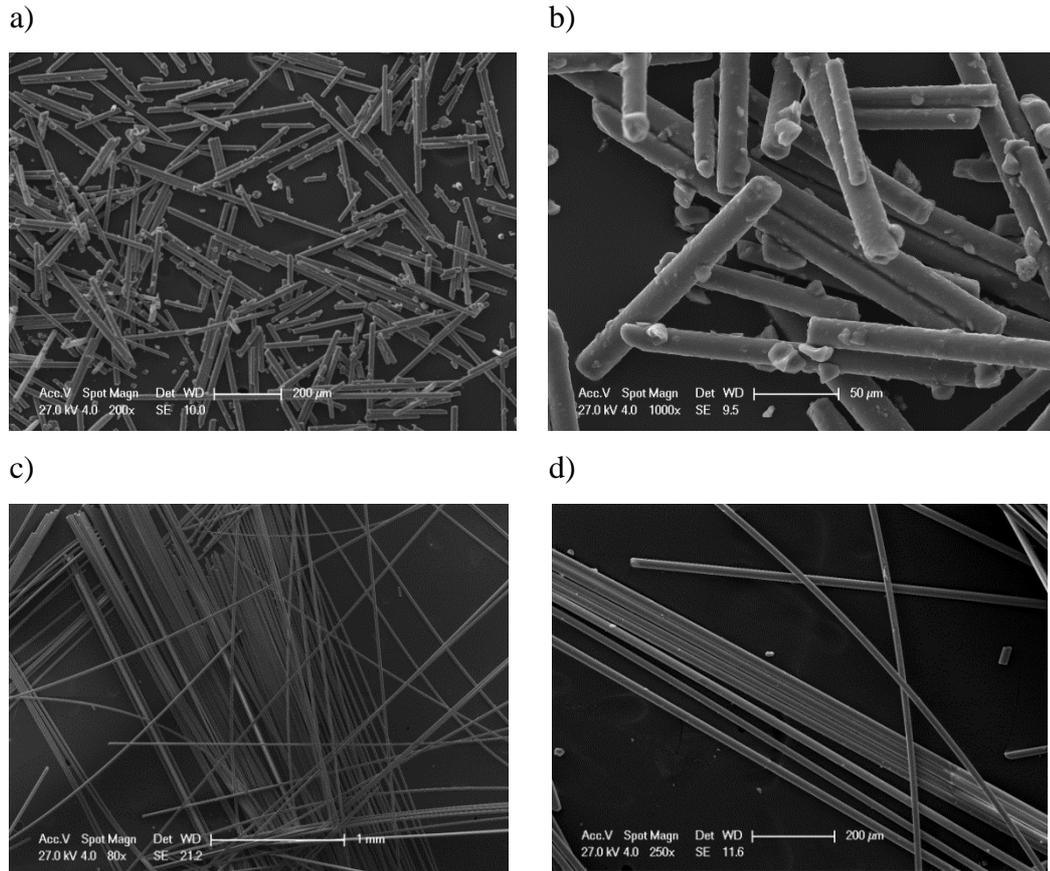


Figura 2.16. Micrografie SEM eseguite in elettroni secondari a) , b) fibre di basalto milled fornite da Basaltex NV (da Santarelli et al. (2014) [15]), c) , d) le fibre di basalto chopped fornite da Basaltex NV .

Dalle micrografie SEM è possibile osservare come le fibre milled siano ottenute dalla macinazione del filamento continuo di BF, e siano formate da frammenti del filamento originario. La distribuzione di questo tipo di fibre è tendenzialmente isotropa. Per quanto riguarda le fibre chopped al contrario si assiste ad un allineamento delle fibre stesse, che dipende dal processo produttivo e che le vede vendute direttamente in fasci “yarn”(si veda paragrafo 1.2), come visibile sia nelle micrografie al microscopio elettronico a scansione sia nelle fotografie al

microscopio ottico (fig. 2.16, 2.17). Nell'osservazione al microscopio ottico (fig. 2.17) si può osservare come le fibre chopped fornite da Incotology GmbH presentino del particolato sulla superficie, favorendone l'ancoraggio fisico alla matrice.

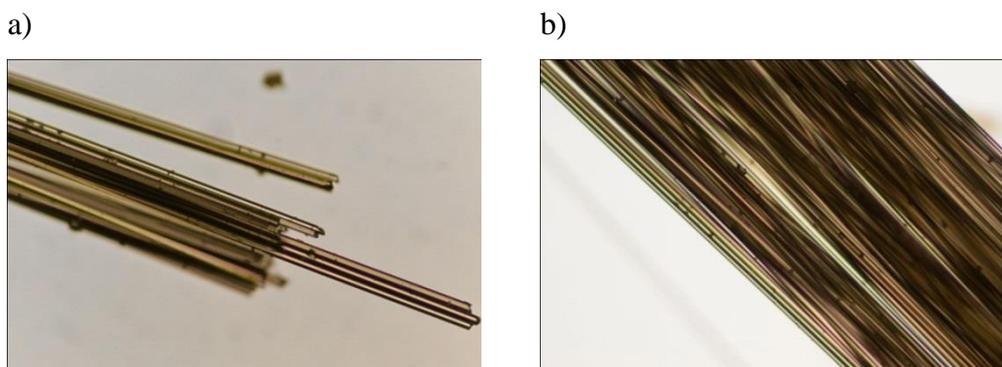


Figura 2.17. Fibre di basalto chopped fornite da Incotology GmbH osservate al microscopio ottico, a diversi ingrandimenti: a) 20x; b) 10x.

Le fibre chopped mostrano quindi una tendenza all'anisotropia e aggregazione che deve essere considerata nella fase di miscelazione.

Questa tendenza dipende dal sizing utilizzato nel progettare le fibre; tale appretto non è costituito da un singolo composto chimico, ma una miscela di più composti complessi, ognuno dei quali contribuisce alle sue prestazioni complessive.

I componenti primari del sizing sono due, un film chimicamente simile alla matrice per il quale il prodotto è stato progettato - e un agente di accoppiamento (coupling agent) [34]. In letteratura gli effetti degli agenti di accoppiamento e degli appretti a base di silano sono stati ampiamente studiati per le fibre di vetro (con analogie per la BF), confermando l'importanza dell'appretto nelle proprietà complessive del composito, in termini di prestazioni e la durabilità.

Tradizionalmente, i silani sono utilizzati come agenti di accoppiamento per aumentare l'adesione del rinforzo in fibra di vetro a una matrice polimerica o per migliorarne la resistenza anche in ambiente umido o da bagnate [35, 36].

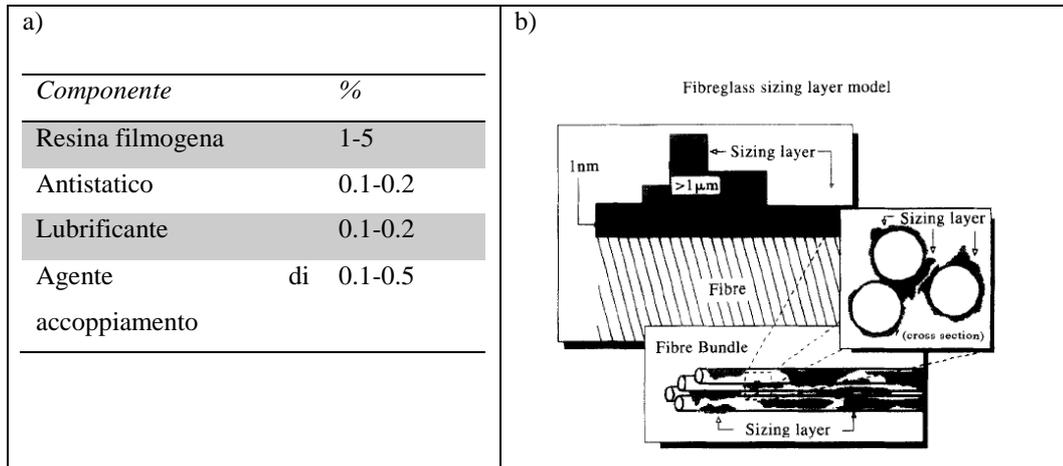


Figura 2.18. a) Componenti tipiche di una fibra di vetro (da Dow Corning Corporation, 1985 b) modelli fisici della distribuzione degli strati di sizing su fibre di vetro commerciali (Wu, 1991).

Al fine di comprendere meglio l'effetto dell'appretto sulle fibre di basalto, fibre con la stessa morfologia e prodotte dalla stessa azienda (Incotology GmbH), destinate all'utilizzo nel calcestruzzo o in matrice cementizia, sono state qui studiate mediante spettrometria FT-IR in riflettanza totale attenuata (FTIR-ATR). L'analisi è stata eseguita utilizzando lo strumento Bruker Vertex 70, su quattro campioni selezionati di fibre chopped.

Come si evince dagli spettri di assorbimento, il segnale IR più evidente è quello dovuto alla banda Si-O corrispondente alla silice del basalto, che determina un assorbimento a ca. $800, 1000 \text{ cm}^{-1}$, come osservabile in figura 2.19. Questo segnale risulta molto simile in tutti i tipi di fibre, dipendendo entrambi dai materiali componenti e dal silano/sizing (che è comune a tutte le fibre). Secondo Ishida [37, 38], poiché le bande del *sizing* superano quelle dei componenti delle fibre, lo spettro di assorbimento del campione non può essere utilizzato direttamente per studiare la fibra stessa. Uno studio più approfondito del *sizing*, che coinvolge il trattamento termico e chimico delle fibre, supera l'obiettivo della presente tesi, può essere altresì apprezzato in altre ricerche [39].

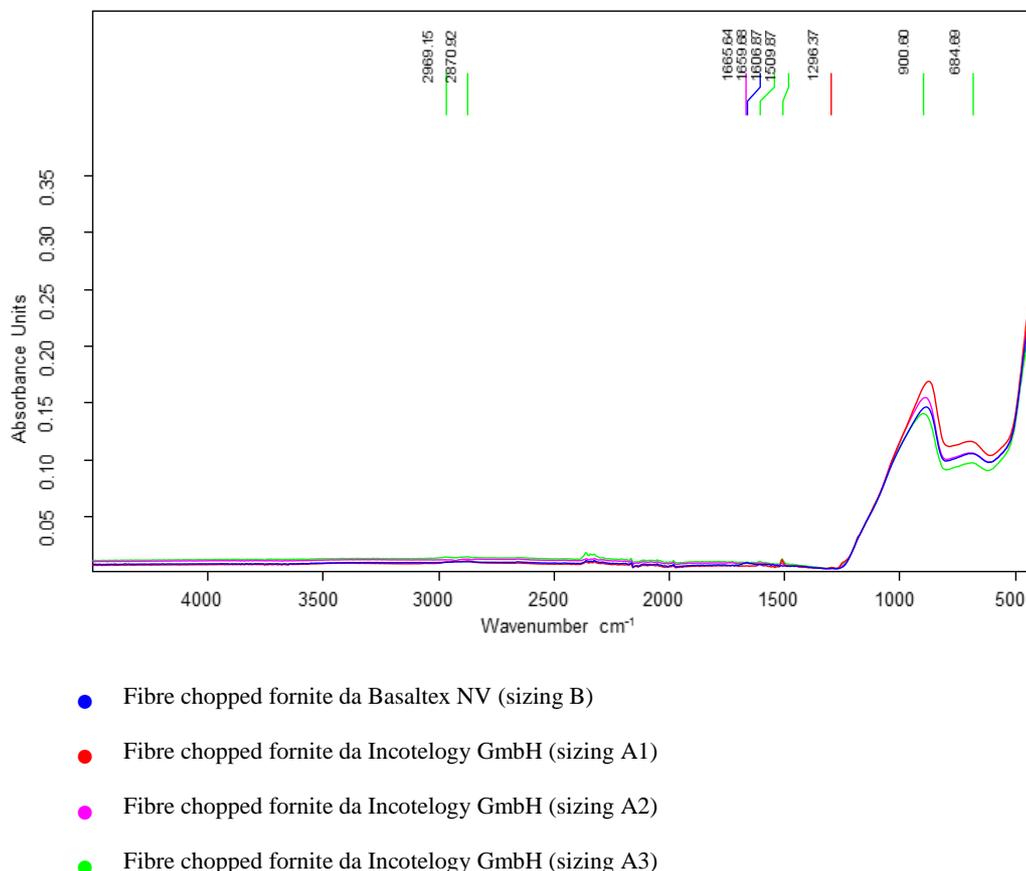


Figura 2.19. Spettri FTIR-ATR dei quattro tipi di fibre di basalto con diversi sizings.

Per utilizzi polivalenti, compreso quello in matrice di resina, comunemente gli agenti di accoppiamento silani dei compositi vetrorinforzati utilizzati per aumentare le prestazioni strutturali e la resistenza all'umidità incorporano, come componente organico reattivo, gruppi funzionali epossidici, amminici, o metacrilici. Negli spettri mostrati in figura 2.20 alcuni di questi gruppi funzionali sono riconoscibili. Bande di assorbimento a 1650-1640, 1570 e 1506 cm^{-1} potrebbero corrispondere ai valori caratteristici per le ammine in questa regione ma, mancando la banda di assorbimento tipica dello stretching di N-H tra 3500 e 3300 cm^{-1} , tale interpretazione si può escludere. Il segnale a 1509 cm^{-1} è visibile solo per i tipi "A" di fibre, ossia per A2, A3 e in maniera minore A1, nell'articolo di M.G. González (2012) si segnala come nello studio di resine epossidiche il picco a 1509 cm^{-1} sia attribuibile al legame C-C aromatico presente in una delle

due resine oggetto di studio [40]. Nel considerare i picchi intorno ai 1650 cm^{-1} , il segnale dell' H_2O deve essere considerato come possibile interferente.

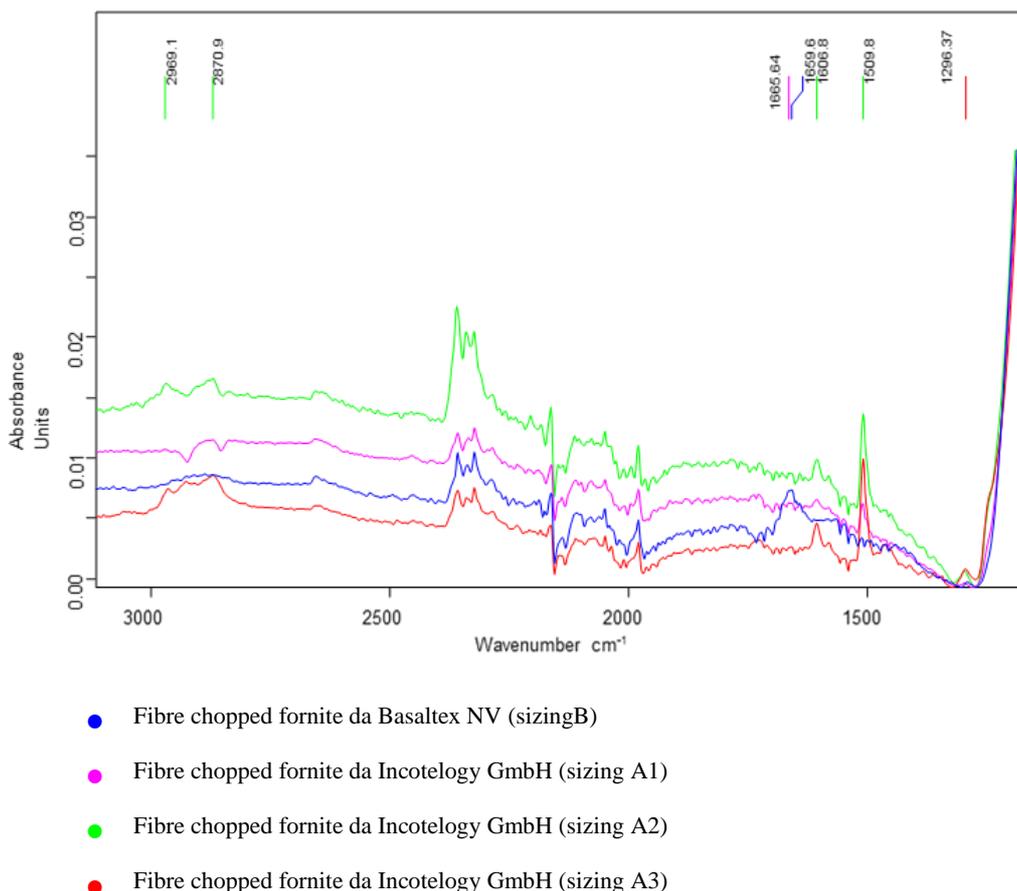


Figura 2.20. Spettri FTIR-ATR dei quattro tipi di fibre di basalto con diversi sizings. Particolare tra il 3000 e 1000 cm^{-1} .

I segnali che si individuano intorno a 2950 e 2970 cm^{-1} sono dovuti a vibrazioni del legame C-H e possono essere attribuiti alla frazione organica della molecola, come ad esempio i gruppi CH_3 . Lo spettro può fornire inoltre informazioni sul metodo di deposizione: ad esempio, nello spettro, strati di SiO_2 formati dalla deposizione tramite Chemical Vapor Deposition (CVD) a bassa temperatura di composti organici come il tetra-metil-ossi-silano (TMOS) o il tetra-etil-ortosilicato, possono causare bande di assorbimento a 2870 e 2960 cm^{-1} corrispondenti alle vibrazioni di stretching del legame C-H, e bande a 1195 e 840

cm^{-1} attribuibili ai legami C-O e Si-OCH₃. Questa corrispondenza è coerente con le bande presenti in figura 2.20 [41].

Considerando singolarmente ogni tipo di *sizing*, è possibile evidenziare le seguenti differenze:

Lo spettro blu del *sizing* B mostra meno segnali vibrazionali rispetto agli altri tipi di *sizing*. Non sono visibili bande intorno a 1500 cm^{-1} , e tra 2900 e 2870 cm^{-1} (in corrispondenza dei legami C-C e C-H), mentre è presente una banda di assorbimento è visibile a 1660 cm^{-1} ossia a circa 50 numeri d'onda rispetto agli altri campioni di difficile identificazione [42].

Gli spettri verde e rosso, corrispondenti ad A2 e A3, sembrano essere molto simili nella struttura. La differenza più rilevante risiede nel segnale a ca. 2300 cm^{-1} che per la A2 è molto più consistente, la banda a 1296 cm^{-1} presente solo in questi due spettri potrebbe essere attribuibile alla presenza di legami C-F la cui banda caratteristica è tra 1400 e 1000 cm^{-1} [42].

Lo spettro rosa, A1, differisce da A2 e A3 per l'assenza delle bande di assorbimento appartenenti al legame C-H e un picco minore a 1500 cm^{-1} in confronto con gli stessi in A2 e A3.

I *sizings* sono utilizzati per cercare di adattare le proprietà d'interfaccia tra fibre e matrice al fine di ottimizzare le proprietà meccaniche e strutturali nei compositi, per migliorarne la forza/rigidità (interfaccia forte) e/o la tenacità (interfaccia debole) [35, 43].

2.6 Riferimenti bibliografici

[1] C. Jiang, K. Fan, F. Wu, D. Chen, *Experimental study on the mechanical properties and microstructure of chopped basalt fibre reinforced concrete*, Mater. Des., 58, 187-193, 2014.

[2] CEMBUREAU, “Cements for a Low Carbon Europe – The role of cement in the 2050 low carbon economy”, January 2013 (On line).

[3] C. Goguen, *Portland-Limestone Cement*, Precast Magazine, May-June 2014, (Online).

[4] R.D Hooton, M. Nokken, M.D.A. Thomas, *Portland-Limestone Cement, State-of-the-Art Report and Gap Analysis for CSA A 3000*, University of Toronto, 2007.

[5] M.L. Santarelli, F. Sbardella, M. Zuena, J. Tirillò, F. Sarasini, *Basalt fiber reinforced natural hydraulic lime mortars, A potential bio-based material for restoration*, Materials and Design, 63, 398–406, 2014.

[6] B. Davide Petriaggi, C. D’Angelo, D. Gennari, V. Angeletti Latini, A. El-Turki, M. L. Santarelli, F. Bontempi, S. Arangio, G. Quattrococchi, M. Zuena, *Innovative materials to restore mosaic pavements of the Roman villa of Silin (Lepcis Magna- Libya)*, the 12th Conference of the International Committee for the Conservation of Mosaics, Sassari – Alghero, October 2014-November 2014.

[7] D.J. Hannant, *Fibre reinforcement in the cement and concrete industry*, Materials Science and Technology, 11, 853-862, 1995.

[8] UNI EN 459-1:2010. Calci da costruzione - Parte 1: Definizioni, specifiche e criteri di conformità, 2010.

[9] EN 197-1:2011, Cement - Part 1, Composition, specifications and conformity criteria for common cements, 2011.

[10] BS 6100: Building and civil engineering terms- 6. Binders, 1984.

[11] ASTM C219 - 14a: Standard Terminology Relating to Hydraulic Cement, 2007.

[12] E. Pecchioni, F. Fratini, E. Cantisa, "Le malte antiche e moderne tra tradizione e innovazione", Pàtron Editore, Bologna.

[13] P. C. Hewlett, "Lea's Chemistry of Cement and Concrete", Butterworth-Heinemann, 2003.

[14] C.E.S.A., Raw materials and production, 2005-2016, <http://www.stastier.com> (on-line).

[15] M.L. Santarelli, F. Sbardella, M. Zuena, M. Albé, G. Quattrocioni, J. Tirilló, M. Valente, F. Sarasini, *Malte più performanti con le fibre di basalto*, *Compositi Magazine*, 7-16, Settembre 2014 (on-line Tecneditazioni.it).

[16] M. Zuena, "Valutazione delle proprietà meccaniche di leganti idraulici modificati con fibre di basalto", Tesi di Laurea Magistrale, Università degli Studi di Roma "La Sapienza, 2014.

[17] M. Albe', "Effetto della fibra di basalto a differente morfologia come rinforzo di leganti idraulici" Tesi di Laurea Magistrale, Università degli Studi di Roma "La Sapienza, 2014.

[18] S. Colandrea, "Valutazione del comportamento delle fibre di basalto in miscele a base di calce NHL", Tesi di Laurea Magistrale, Università degli Studi di Roma "La Sapienza, 2016.

[19] UNI 10924:2001, Beni culturali - Malte per elementi costruttivi e decorativi - Classificazione e terminologia, 2001.

[20] EN 12620:2008, Aggregati per calcestruzzo, 2008.

[21] UNI 8520-1:2016, Aggregati per calcestruzzo - Istruzioni complementari per l'applicazione della EN 12620 - Parte 1: Designazione e criteri di conformità, 2016.

[22] UNI 8520-2:2016, Aggregati per calcestruzzo - Istruzioni complementari per l'applicazione della EN 12620 – Requisiti, 2016.

[23] M. Collepari, “Scienza e tecnologia del calcestruzzo”, 288-324, Hoepli, 1991.

[24] F.C Campbell., Introduction to Composite Materials, Structural Composite Materials, ASM, 2010.

[25] W. D. Jr. Callister, “Scienza e ingegneria dei materiali una introduzione” Edises, 2007.

[26] A.M. Brandt, “Cement-based Composites: Materials, Mechanical Properties and Performance”, Routledge, 2009.

[27] Marketsandmarkets.com, “Basalt Fiber Market by Usage Type (Composites and Non-Composites), by Application (Building & Construction, Transportation, Wind Energy, Electronics, Marine, And Others), and by Region - Global Trends and Forecasts to 2020”, 87-110, 2015, (Online).

[28] D.A. Skoog, F.J. Holler, S. R. Crouch, “Chimica Analitica Strumentale”, 894-904, Edises, 2007.

-
- [29] G. Quattrociochi, M. Albé, J. Tirilló, F. Sarasini, M. Valente, M.L. Santarelli, *Basalt fibres as a sustainable reinforcement for cement based mortars: preliminary study*, Material Characterisation VII, 109-120, 2015.
- [30] TESTS and RESEARCH - Mineralogy and Chemistry of Raw Materials & Products St Astier Natural Hydraulic Limes (NHL), 2016. (Online)
- [31] A. Moropoulou, A. Bakolas, E. Aggelakopoulou, *Evaluation of pozzolanic activity of natural and artificial pozzolans by thermal analysis*, Thermochimica Acta, 420, 1–2, 1 October 2004, 135-140, 2004.
- [32] UNI EN 1015-1: 2007 Metodi di prova per malte per opere murarie – Parte 1: Determinazione della distribuzione granulometrica (mediante setacciatura), 2007.
- [33] ASTM C136 / C136M - 14 Standard Test Method for Sieve Analysis of Fine and Coarse Aggregates.
- [34] Dow Corning Corporation. A guide to Dow Corning Silane Coupling Agent, 1985.
- [35] H. F. Wu, W. Dwight, T. Huff, *Effects of silane coupling agents on the interphase and performance of glass-fiber reinforced polymer composites*, Composites Science and Technology, 57, 975-983, 1997.
- [36] R.E. Jensen, S.H. McKnight, *Inorganic–organic fiber sizings for enhanced energy absorption in glass fiber-reinforced composites intended for structural applications*, Composites Science and Technology, 66, 509–521, 2006
- [37] H. Ishida, J. Koenig, *Fourier transform infrared spectroscopic study of structure of silane coupling agent on E-glass fiber*, Journal of Colloid and Interface Science, May, 1978.

[38] H. Ishida, J. Koenig, *Fourier transform infrared spectroscopic study of structure of silane coupling agent / porous silica interface*, Journal of Colloid and Interface Science, May, 1978.

[39] M.F. Pucci, M.C. Seghini, P-J. Liotier, F. Sarasini, J. Tirillo, S. Drapier, *Surface characterisation and wetting properties of single basalt fibres*, Composites Part B 109, 72-81, 2017.

[40] M.G. Gonzalez, J.C. Cabanelas, J. Baselga, “Applications of FTIR on Epoxy Resins –Identification, Monitoring the Curing Process, Phase Separation and Water Uptake”, Chapter 13, InTech, 2012.

[41] V.P. Tolstoy, I.V. Chernyshova, V.A. Skryshevsky, “Handbook of infrared spectroscopy of ultrathin films”, 140-306, Wiley, 2003.

[42] R. Cozzi, P. Protti, T. Ruaro, “Elementi di analisi chimica strumentale”, Appendice, Bande di assorbimento IR, 2014.

[43] J.K. Kim, Y.W. Mai, “Engineered interfaces in fiber reinforced composites”, Elsevier Science Technology, 1998.

Capitolo 3. Preparazione dei campioni

3.1 Design della miscela

La praticità d'impiego è un requisito fondamentale per un materiale da essere utilizzato in situ, ma il miglioramento di tale requisito non deve compromettere le prestazioni del prodotto né la sua durabilità nel tempo, che rispondono a dei precisi parametri qualitativi. Al fine di capire come possa essere presentato il prodotto per un utilizzo in cantiere, sono state eseguite diverse prove sul processo di miscelazione, e sulla frazione di fibre da aggiungere alla matrice, per trovare un equilibrio tra lavorabilità e prestazioni del composito. Si è partiti dall'aggiunta di fibre in quattro differenti percentuali in peso, per poi concentrarsi sulle due che mostravano le caratteristiche migliori (per un prospetto sui campioni si veda tabella 3.2).

Un altro parametro fondamentale che garantisce la lavorabilità della malta fresca e influenza direttamente le proprietà del legante è l'acqua di miscela, per tanto sia la quantità di acqua da aggiungere sia come essa venga addizionata durante la miscelazione sono stati studiati per ottimizzare il processo.

Poiché si parte da un confronto con quanto riscontrabile in letteratura, la messa a punto del metodo di miscelazione si è ottenuta a partire da malte cementizie di modo da poter avere un riscontro sia in termini di tempi di miscelazione sia in termini di rapporto acqua/legante post-aggiunta di fibre [1, 2].

3.1.1 Determinazione della corretta quantità di acqua e comportamento delle fibre

Come discusso in precedenza, l'interazione delle fibre con la matrice è influenzata in maniera determinante dalla natura del sizing che le riveste. Tutte le fibre chopped in studio essendo prodotte come fasci, mostrano la stessa tendenza all'aggregazione; che nel caso di una ricercata distribuzione isotropa all'interno della matrice provoca difficoltà nel processo di miscelazione e una distribuzione non omogenea delle fibre stesse nella miscela.

Esistono vari esempi in letteratura di come, sia per le fibre di vetro sia per le fibre di basalto aggiunte a conglomerati anche in bassi volumi, generalmente si richieda una modifica del rapporto acqua/legante (a/l) per ottenere la necessaria lavorabilità.

In Y. Cheng et al. (2000) ad esempio il rapporto acqua/legante varia dallo 0.42 che rappresenta per quanto riguarda i cementi Portland il rapporto ideale per l'idratazione completa (100%) del legante allo 0.52 per aggiunta di fibre di vetro di tipo AR-13 [3], mentre in N. Kabay (2014) si arriva allo 0.60 per fibre chopped di basalto a bassi volumi [2].

Sono state effettuate varie prove per valutare se un pretrattamento, (consistente in immersione in acqua delle fibre prima della miscelazione con legante ed aggregato preliminarmente miscelati a secco) faciliti la distribuzione isotropa delle fibre nella matrice, senza aggiunta di una quantità superiore di acqua di miscela.

Quando vengono immersi in acqua, i fasci di fibre chopped rigonfiano aumentando il loro volume complessivo (come visibile in figura 3.1) ed intrappolando acqua inter-fibre.

In primo luogo, si è valutato se la sottrazione di acqua di miscela ad opera delle fibre fosse permanente o di breve durata. Questa eventuale sottrazione di acqua è stata valutata portando un volume noto di fibre a peso costante in forno. Raggiunto il quale, sono state immerse in un recipiente con acqua e poste in agitazione. Le fibre sono state filtrate, per la rimozione dell'acqua in eccesso, e pesate dopo 10, 30, 240 minuti e 24 ore.

Il fenomeno di rigonfiamento è risultato strettamente collegato al comportamento delle fibre in acqua e cessa una volta che esse sono filtrate, poiché il rilascio dell'acqua temporaneamente intrappolata tra i fasci rigonfiati le riporta al peso originale. Un lento rilascio di acqua dai fasci di fibre deve essere previsto anche nel corso della stagionatura dei campioni con un conseguente aumento di porosità [4]. In generale, la quantità di acqua necessaria per la miscela è una variabile chiave per la riuscita del materiale. Se l'acqua non è sufficiente durante l'indurimento il legante non riesce a idratarsi completamente. Invece, un eccesso nella quantità di acqua causa la formazione di pori capillari [5].

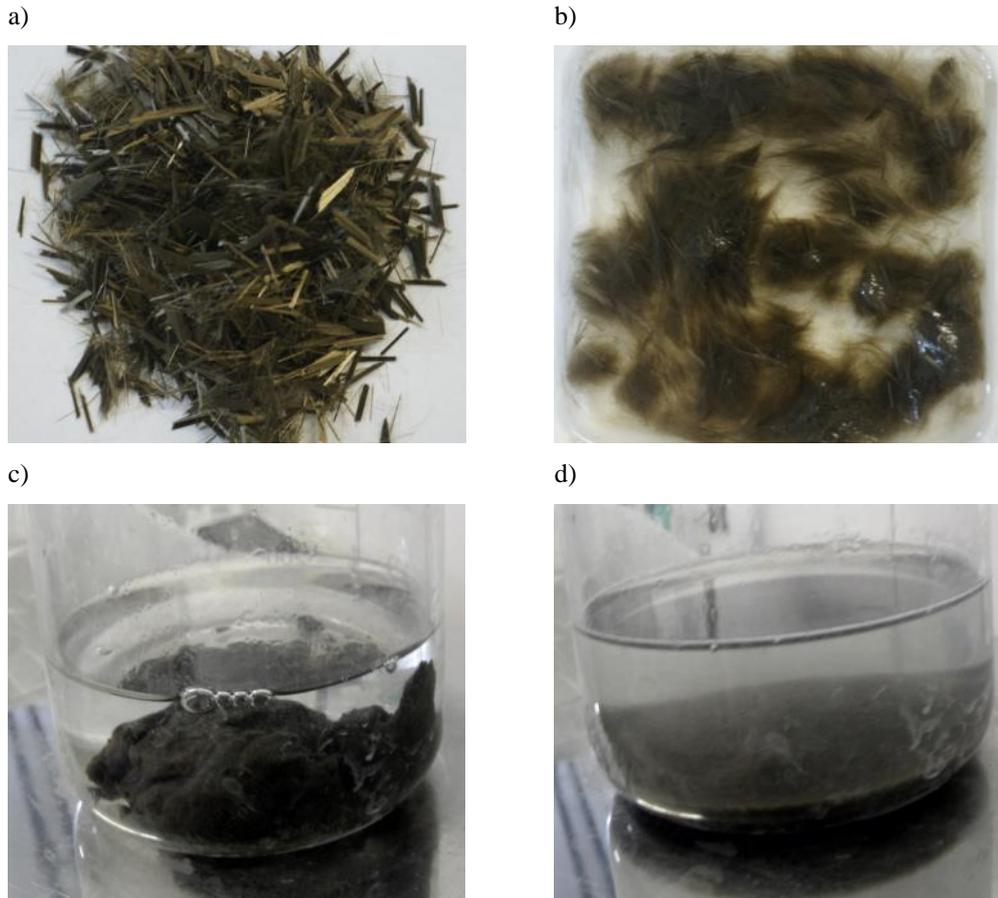


Figura 3.1. a) Campione di fibre chopped prima dell'immersione in acqua; b) le medesime fibre dopo 10 minuti di agitazione; c) le fibre milled subito dopo l'immersione; d) le stesse fibre dopo 10 minuti di agitazione.

Nella tabella seguente è mostrata la quantità di acqua necessaria per ottenere i requisiti minimi di lavorabilità per le differenti malte cementizie. P. Hawkins et al (2003), nel paragrafo dedicato alla lavorabilità delle malte fresche descrivono come già a partire dal 1991 con gli studi di Sprung and Siebel si sia dimostrata la notevole influenza della distribuzione granulometrica sulla quantità d'acqua richiesta per l'idratazione del cemento in malte e calcestruzzi. Un aggregato ben classato richiede maggiore quantità di acqua rispetto un aggregato con distribuzione granulometrica più ampia [6,7].

Tabella 3.1. Rapporto acqua / legante in malte a base cemento Portland tipo IIb al calcare necessario per ottenere una lavorabilità corretta nella miscela in funzione del contenuto di fibre.

Percentuale di fibre nella malta	a/l per malte con fibre milled	a/l per malte con fibre chopped
REF	0.42	0.42
1%	0.43	0.45
2%	0.44	0.47
3%	0.46	0.55
6%	0.50	0.70

Come riportato in tabella l'aggiunta di fibre richiede una modifica nel rapporto acqua-legante. Un rapporto a/l di 0.50 è comunemente riscontrabile in letteratura per conglomerati a base di cementi Portland al calcare [8], ed è rispettato per l'aggiunta di fibre milled. I campioni di riferimento preparati senza aggiunta di fibre sono stati preparati con rapporto 0.42 a/l. L'aggiunta di fibre milled non richiede un'aggiunta di acqua che ecceda la quantità adeguata. Aumentando il rapporto a/l, aumenta la porosità, in particolare quella capillare, un fattore che deve essere considerato in funzione delle proprietà meccaniche e di permeabilità, come confermato dalla discussione dei risultati. La spiegazione di questo fenomeno dipende dalle difficoltà nella miscelazione sollevate dal maggiore volume di fibre e dall'acqua intrappolata tra i fasci.

Come descritto in precedenza le due morfologie di fibre reagiscono in modo simile, richiedendo più acqua, ma con proporzioni diverse. Le fibre milled, essendo più corte, risultano più facili da miscelare a confronto con le chopped, richiedono per percentuali basse un rapporto a/l accettabile e determinano una porosità moderata.

Le fibre chopped, invece, richiedono circa 0.5 a/l in basse percentuali, arrivando a 0.7 per il 6%, in peso, che è da considerare eccessivo. Per quanto concerne i calcestruzzi, ad esempio, la norma UNI 11104:2004 determina il limite massimo del rapporto acqua/cemento allo 0.6 [9].

Questo risultato conferma quanto riportato nella tabella 3.1, il rigonfiamento delle fibre milled in acqua è molto inferiore e contenuto rispetto a quello causato dalle chopped. Inizialmente, si assiste ad un rigonfiamento delle fibre che inseguito si disperdono omogeneamente nell'acqua una volta agitate.

Si è passati alla valutazione dei medesimi parametri su malte preparate con calce idraulica naturale NHL 5. Dopo aver appurato che le condizioni di miscelazione portassero ai medesimi comportamenti anche con un legante differente, si è deciso di impostare il rapporto acqua-legante necessario per ottenere la corretta lavorabilità al fine di evitare la propagazione di errori dovuta all'aggiunta di ulteriori variabili. Un adattamento del Flow Table Test è stato utilizzato per valutare la proporzione corretta del mix in termini di lavorabilità e consistenza della malta fresca (UNI EN 1015-4:2000) [10, 11].

I primi test sono stati eseguiti utilizzando un rapporto legante - aggregato di 1: 2 e legante/acqua di 0.4. Dopo la rimozione del cono, la consistenza della malta era quella di una classe umida con zero slump, che notoriamente risulta nei calcestruzzi adatta solo a prestampati nella prefabbricazione, soprattutto per manufatti ottenuti a livello industriale [12]. È stato testato anche il rapporto legante - aggregato 1: 3, ma il rapporto 1: 2 ha dimostrato risultati migliori. Fissando il rapporto del legante aggregato a 1: 2, la quantità di acqua è stata aumentata gradualmente fino a 0.6 a/l quando il corretto slump e la lavorabilità si raggiungono anche in presenza di fibre chopped al 2 wt.%



Figura 3.2. Slump della miscela di legante con sabbia 1:2 e rapporto acqua /legante 0.6.

La stessa prova è stata effettuata per la miscela calce idraulica naturale con aggregato pozzolanico, e anche se con una diversa distribuzione granulometrica, il rapporto a/l ottimale risulta 0.6.

3.1.2 Metodo di miscelazione

Diversi test sono stati eseguiti con l'obiettivo di ottimizzazione del metodo di miscelazione. I primi test sono stati eseguiti utilizzando un solo legante; un rapporto legante – aggregato di 1:2; e il rapporto acqua-legante di 0.42, condizione ideale per cementi Portland.

Nella meccanica dei fluidi per un recipiente agitato, si considera che il processo di macromixing coinvolgente i fluidi newtoniani (non considerando le reazioni chimiche) implica quattro parametri di diversa natura, ossia, viscosità del fluido μ ; turbolenza (caratterizzata da scala ℓ e velocità u) e la scala del recipiente L [13]. Ma le malte non possono essere considerate come fluidi newtoniani e la legge di Newton sulla viscosità diventa inadeguata per la descrizione di miscele in cui il coefficiente di viscosità può drasticamente variare con il cambiamento della velocità di deformazione del fluido. Mentre i fluidi incomprimibili sono caratterizzati da due costanti del materiale: la densità ρ e la viscosità μ ; il calcestruzzo e le malte come fluidi sono più spesso portati a comportarsi come un fluido plastico o di Bingham (Figura 3.3), che è caratterizzato dallo yield stress e da viscosità plastica. I parametri del modello possono essere trovati tramite metodi reologici e dipendono dalla qualità degli ingredienti del conglomerato (nel presente caso presenza e tipo di fibre) [14].

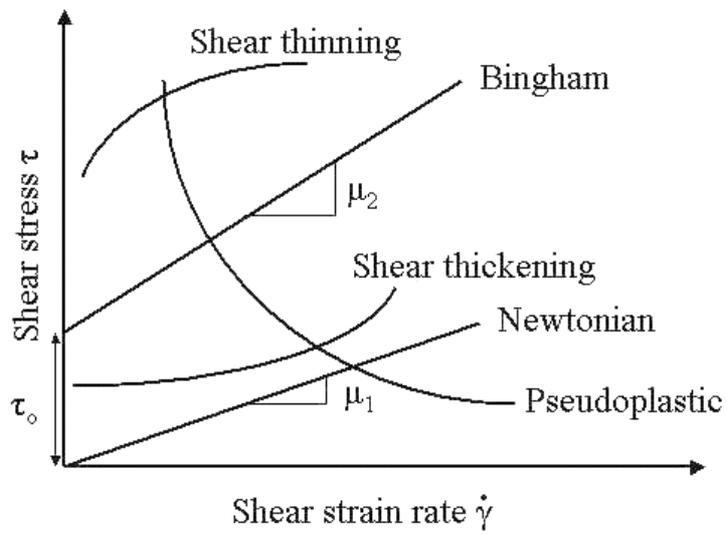


Figura 3.3. Modelli comuni reologici per fluidi (da www.theconcreteportal.com [15]).

I seguenti parametri sono stati presi in considerazione:

- Tipo di fibra;
- Diametro del recipiente;
- Posizione dell'elica;
- Velocità e durata della miscelazione.

Sono state studiate tre diverse condizioni di recipienti/agitatori come visibile in figura 3.4:

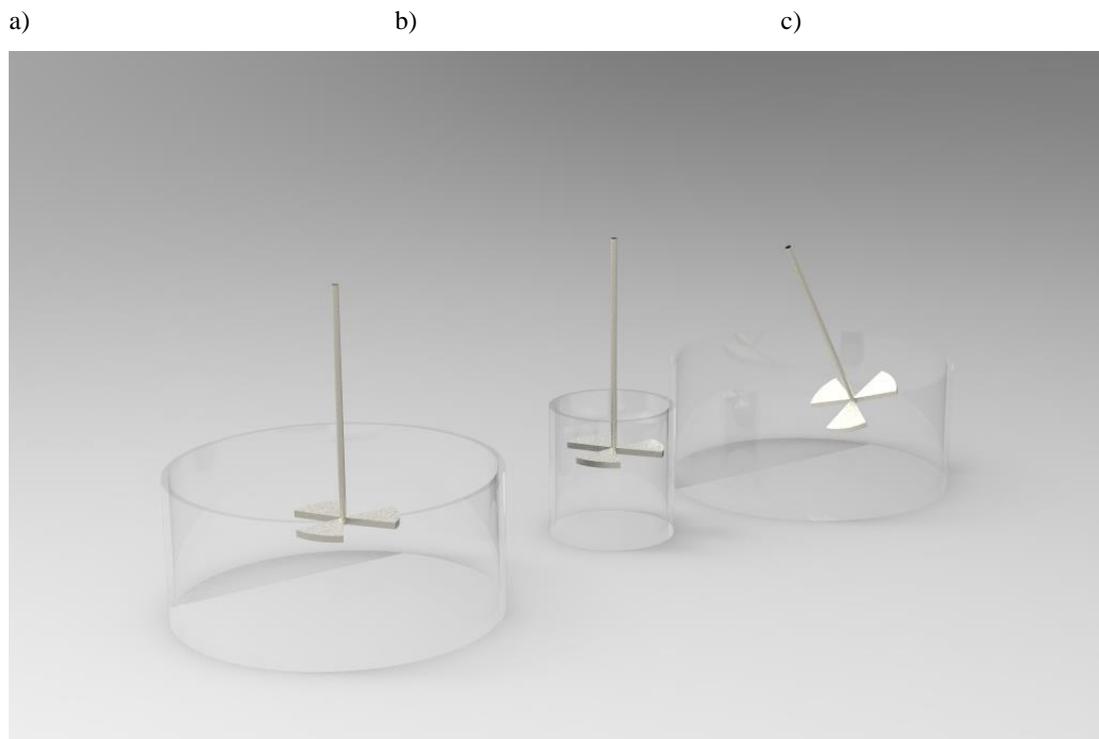


Figura 3. 4 Diverse combinazioni di recipiente- agitatore.

- a) Un agitatore centrale con un'elica a tre lame che crea vortici in un recipiente largo senza deflettori. La larghezza del recipiente è ca. 2x il diametro dell'elica.
- b) Il diametro del recipiente è di ca. delle stesse dimensioni dell'elica senza deflettori.
- c) L'agitatore è decentrato così ed inclinato per evitare vortici. La larghezza del recipiente è ca. 2x il diametro dell'elica.

Le miscele sono state studiate nelle seguenti diverse condizioni di miscelazione:

- Aggiunta al legante di fibre milled all'1 % in peso a secco;
- Aggiunta al legante di fibre milled all'1 % in peso disperse in acqua;
- Aggiunta al legante di fibre chopped all'1 % in peso a secco;
- Aggiunta al legante di fibre chopped all'1 % in peso disperse in acqua.

Per ogni tipo di miscela, sono stati preparati quattro campioni. I quarantotto campioni così preparati sono stati lasciati per 7 giorni a stagionare e poi osservati

allo stereo-microscopio a 4.5 x. È stato determinato che l'adeguata condizione di miscelazione si otteneva con velocità di 140 rpm per 3 min.

La miscelazione è stata migliore nelle condizioni di un recipiente con un diametro di grandezza confrontabile con quello dell'elica, questa condizione porta alla completa ed omogenea idratazione del legante con buona dispersione delle fibre.

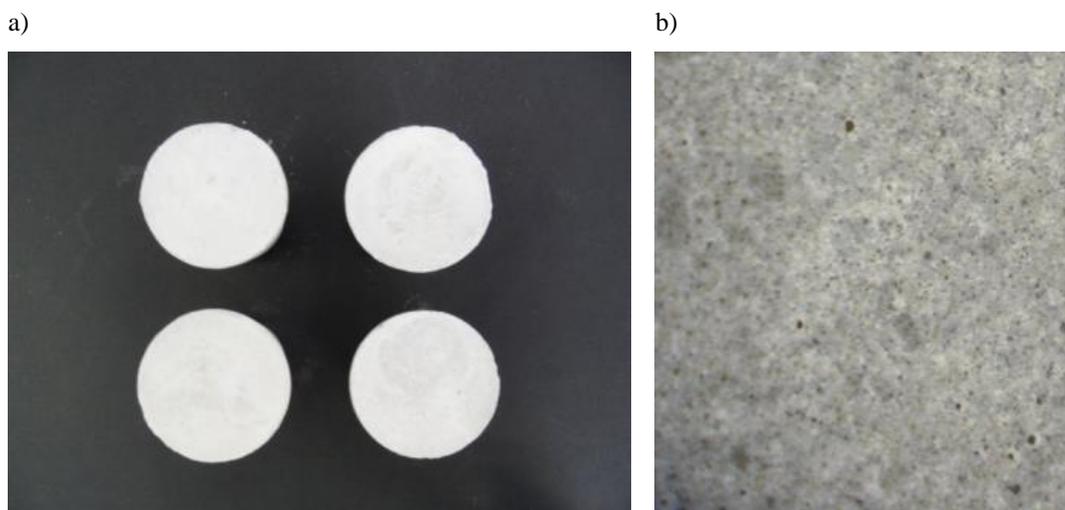


Figura 3. 5. a) I campioni all'1% di fibre milled miscelate in un recipiente con un diametro di larghezza simile a quella dell'elica; b) dettagli al microscopio (4.5x) di un campione nella stessa condizione di miscelazione.

I campioni preparati nello stesso tipo di condizione di miscelazione, ovvero condizione b), sono caratterizzati da dispersione omogenea di fibre, colore e superficie liscia.

Nel caso di un recipiente con una larghezza di diametro molto maggiore dell'agitatore, il legante non è omogeneamente idratato, con fibre non correttamente disperse e una colorazione eterogenea. In caso di condizioni a), ossia in cui l'elica è centrata, il flusso turbolento provoca una tendenza alla segregazione con conseguente bleeding, considerando il rapporto acqua/legante ideale di 0.42 utilizzato per questo test, il bleeding dovrebbe essere attribuito alla miscelazione. In caso di agitatore decentrato e spostato, i vortici evitano la segregazione del materiale, ma il risultato è una generale mancanza di omogeneità, con parti non adeguatamente idratate e miscelate. Questa mancanza di omogeneità nella miscelazione rende impossibile la ripetibilità per una produzione su larga scala.

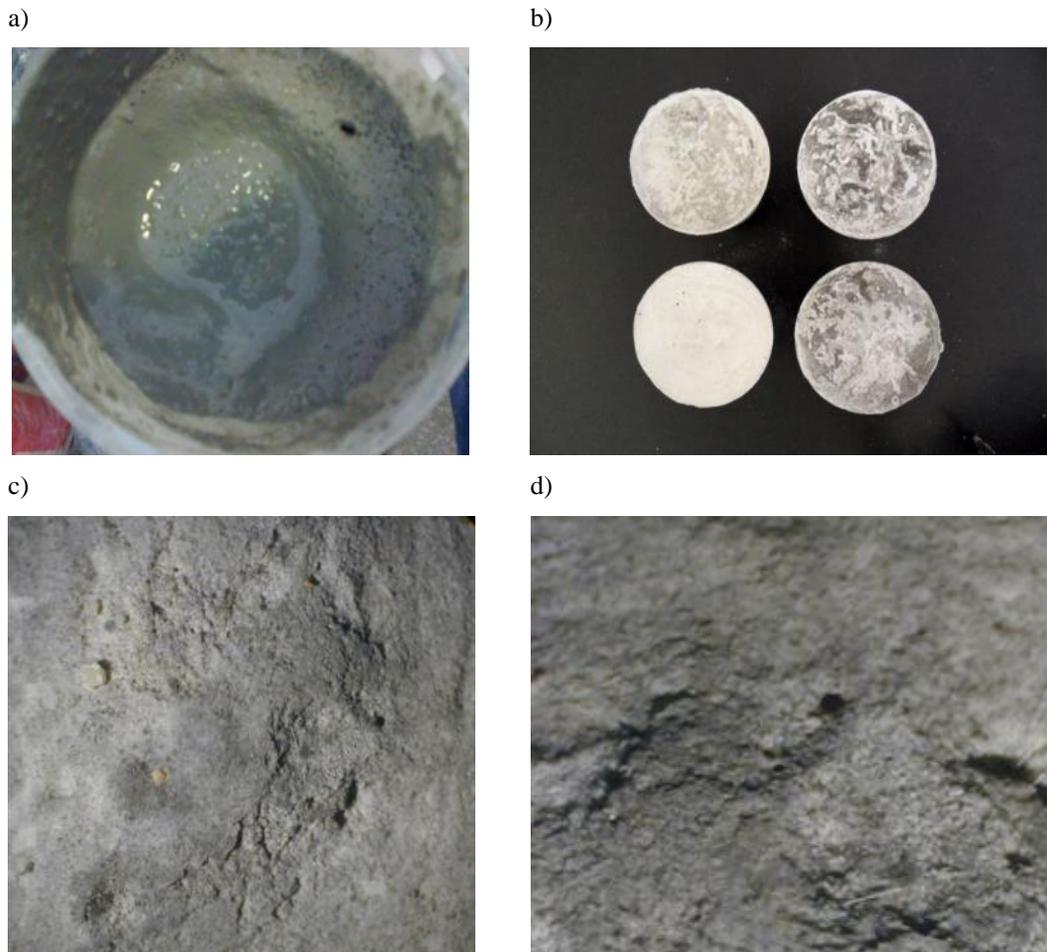


Figura 3.6. a) Miscelazione in recipiente con una larghezza di diametro 2x più grande del agitatore; b) I campioni 1% milled miscelati nello stesso recipiente; c) la fotografia al microscopio (4.5x) di un campione con fibre chopped nella stessa condizione di miscelazione, d) i dettagli della superficie disomogenea.

Attraverso l'osservazione al microscopio, si è considerato come la morfologia milled sia più omogeneamente distribuita se aggiunta alla miscela dopo la dispersione preliminare in acqua, mentre le fibre chopped forniscono risultati migliori se aggiunte a secco.

Nell'ultima fase dello studio, i campioni sono stati preparati seguendo le impostazioni di tempi e velocità della norma EN 196-1: 2005 [16], utilizzando il miscelatore per malte, Automatic controller L5-025 della Controls. Il mixer può essere impostato a due diverse velocità (140 rpm e 285 rpm).

a)



b)



Figura 3.7. a) Miscelatore automatico della Controls; b) la miscela dopo 30 secondi con aggiunta di sabbia.

Come da norma, la miscelazione automatica è stata impostata come segue:
30 secondi di miscelazione a bassa velocità, aggiunta di sabbia, altri 30 secondi ad alta velocità, 1 minuto e 30 secondi di attesa, e 1 minuto ad alta velocità.

3.2 Quantità di fibre

L'ottimizzazione del rapporto di fibra è stato impostato in diverse fasi. Per quanto riguarda il calcestruzzo rinforzato con fibre di vetro, che è il modello paragonabile a quello addizionato con fibre di basalto per composizione e densità, nella tecnologia ordinaria dei premiscelati il limite massimo indicato è solitamente 3-3.5% in peso [17, 18] mentre per impasti non pre-miscelati il limite superiore per l'apporto di fibra è 5-6% [19]. Si noti che in tutti i casi citati la percentuale di fibre è indicata in peso.

Come visto in precedenza per il metodo di miscelazione anche in questo caso sono stati preliminarmente preparati i campioni a base cementizia per un più agevole confronto con la letteratura. I campioni sono stati preparati in quattro differenti percentuali in peso (1%; 2%; 3%; 6%). Il limite massimo è stato impostato al 6% che la International Glassfibre Reinforced Concrete Association (GRCA) (2016) [18] indica adeguato per alcuni tipi di miscele, e si è rivelato essere troppo elevato per le condizioni di miscelazione e i componenti selezionati. Anche i campioni di malta a base di NHL hanno prodotto i medesimi risultati, si sottolinea pur tuttavia che il risultato varia in funzione del rapporto legante aggregato. Si può considerare il 3 wt.% come limite superiore per l'aggiunta di fibre. Ma nell'ultima fase dello studio, ci si è concentrati sulle aggiunte di 1%, e 2% in peso, che hanno dimostrato di fornire risultati migliori anche secondo F. Iucolano et al. (2010), sia per le fibre di vetro sia per le fibre di basalto [20].

3.3 Preparazione dei campioni

I campioni sono stati preparati seguendo la norma UNI EN 1015-11: 2007 [21] per tempi di stagionatura, umidità, temperatura e le condizioni di umidità relativa.

La miscela ottenuta è stata versata in stampi per malta in ghisa di 40 x 40 x 160 mm, è quindi posta a vibrazione, ed in seguito posta in condizione ambientali controllate.

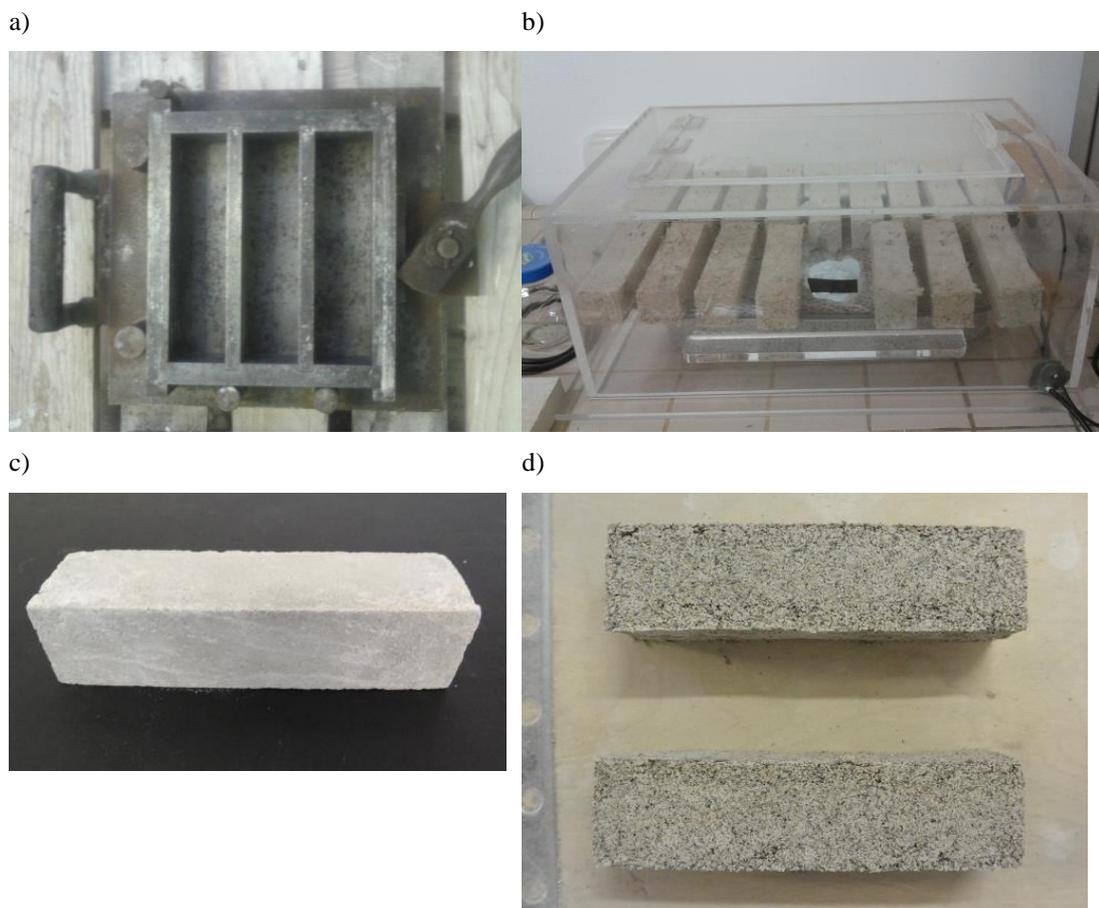


Figura 3.8. a) Stampo per malta in ghisa; b) I campioni nella camera climatizzata; c) Campione indurito di malta a base di cemento Portland al calcare a 28 giorni; d) campioni induriti di malta a base di NHL 5 a 28 giorni.

I campioni sono stati testati meccanicamente dopo 28 giorni di stagionatura. Cinquantatre diversi tipi di miscele sono stati preparati e studiati. Utilizzando tre

diversi, tre aggregati, tra cui la pozzolana ossia un aggregato attivo; e otto diversi tipi di fibre di basalto.

La tabella 3.2 mostra una prospettiva di campioni preparati e studiati nel corso della ricerca.

Tabella 3.2. prospettiva schematica delle miscele utilizzate nella ricerca. Per ogni tipo di miscela sono stati preparati cinque campioni.

Legante	Legante: aggregato	Acqua/legante	Fibre wt. %	Legenda
<i>PIIA</i>	1:2	0.42	0	-REF
<i>PIIA</i>	1:2	0.43	1%	M01
<i>PIIA</i>	1:2	0.44	2%	M01
<i>PIIA</i>	1:2	0.46	3%	M01
<i>PIIA</i>	1:2	0.50	6%	M01
<i>PIIA</i>	1:2	0.45	1%	B
<i>PIIA</i>	1:2	0.47	2%	B
<i>PIIA</i>	1:2	0.55	3%	B
<i>PIIA</i>	1:2	0.70	6%	B
<i>PIIA</i>	1:2	0.42	0	-REF
<i>PIIB</i>	1:2	0.43	1%	M01
<i>PIIB</i>	1:2	0.44	2%	M01
<i>PIIB</i>	1:2	0.46	3%	M01
<i>PIIB</i>	1:2	0.50	6%	M01
<i>PIIB</i>	1:2	0.45	1%	B
<i>PIIB</i>	1:2	0.47	2%	B
<i>PIIB</i>	1:2	0.55	3%	B
<i>PIIB</i>	1:2	0.70	6%	B

<i>Legante</i>	<i>Legante: aggregato</i>	<i>Acqua/ legante</i>	<i>Fibre wt. %</i>	<i>Legenda</i>
NHL 5	1:1	0.60	0	-REF
NHL 5	1:1	0.60	3%	B
NHL 5	1:1	0.60	3%	M
NHL 5	1:1	0.60	0	-REF
NHL 5	1:1	0.60	1%	B
NHL 5	1:1	0.60	2%	B
NHL 5	1:1	0.60	3%	B
NHL 5	1:2	0.60	0	-REF
NHL 5	1:2	0.60	1%	B
NHL 5	1:2	0.60	2%	B
NHL 5	1:2	0.60	3%	B
NHL 5	1:3	0.60	0	-REF
NHL 5	1:3	0.60	1%	B
NHL 5	1:3	0.60	2%	B
NHL 5	1:3	0.60	3%	B
NHL 5	1:2	0.60	0	-REF
NHL 5	1:2	0.60	1%	B
NHL 5	1:2	0.60	2%	B
NHL 5	1:2	0.60	1%	A1
NHL 5	1:2	0.60	2%	A1
NHL 5	1:2	0.60	1%	A2
NHL 5	1:2	0.60	2%	A2
NHL 5	1:2	0.60	1%	A3
NHL 5	1:2	0.60	2%	A3
NHL 5	1:2	0.60	1%	A4
NHL 5	1:2	0.60	2%	A4
NHL 5	1:2	0.60	1%	A5
NHL 5	1:2	0.60	2%	A5
NHL 5	1:2	0.60	1%	A6
NHL 5	1:2	0.60	2%	A6

<i>Legante</i>	<i>Legante: aggregato</i>	<i>Acqua/ legante</i>	<i>Fibre wt. %</i>	<i>Legenda</i>
<i>NHL 5</i>	1:2	0.60	1%	-REF+P
<i>NHL 5</i>	1:2	0.60	1%	A3+P
<i>NHL 5</i>	1:2	0.60	1%	A4+P
<i>NHL 5</i>	1:2	0.60	1%	A5+P
<i>NHL 5</i>	1:2	0.60	1%	A6+P

3.4 Riferimenti bibliografici

[1] C. Jiang, K. Fan, F. Wu, D. Chen, *Experimental study on the mechanical properties and microstructure of chopped basalt fibre reinforced concrete*, Mater. Des., 58, 187-193, 2014.

[2] N. Kabay, *Abrasion resistance and fracture energy of concretes with basalt fiber*, Construction and Building Materials, 50, 95–101, 2014.

[3] Y. Cheng, P. Stroeven, X. Peng, R. Gao, *Concrete reinforced by low volume content of short glass fibers*, PRO 15: 5th RILEM Symposium on fiber reinforced concrete (FRC), BEFIB, 2000.

[4] F. Iucolano, B. Liguori, C. Colella, *Fibre-reinforced lime-based mortars: A possible resource for ancient masonry restoration*, Construction and Building Materials 38, 785–789, 2013.

[5] V. Alunno Rossetti, “Il Calcestruzzo: Materiali e Tecnologia”, 343, McGraw-Hill, 1999.

[6] P. Hawkins, P. Tennis, R. Detwiler, “The Use of Limestone in Portland Cement: A State-of-the-Art Review - EB227”, 4, Portland Cement Association, 2003.

[7] S. N. Ghosh, “Advances in Cement Technology: Chemistry, Manufacture and Testing”, 755, Tbi, 2003.

[8] S. Tsivilis, E. Chaniotakis, G. Kakali, G. Batis., *An analysis of the properties of Portland limestone cements and concrete*, Cement & Concrete Composites 24, 371–378, 2002.

[9] UNI 11104: 2004. Specificazione, prestazione, produzione e conformità

Istruzioni complementari per l'applicazione della EN 206-1, 2004.

[10] UNI EN 1015-4: 2000. Metodi di prova per malte per opere murarie- Determinazione della consistenza della malta fresca, 2000.

[11] G. H. Tattersall, "Workability and Quality Control of Concrete", Taylor & Francis, 1991.

[12] Buzzi Unical calcestruzzi, "Guida alla classe di consistenza", www.unicalcestruzzi.it (On line).

[13] M. Mory, "Fluid mechanics for chemical engineering", 193-273, Wiley, 2011.

[14] P. Sváček, *On approximation of non-Newtonian fluid flow by the finite element method*, Journal of Computational and Applied Mathematics 218 167 – 174, 2008.

[15] Rheology, <http://www.theconcreteportal.com>, 2003. (On line)

[16] EN 196-1: 2005. Methods of Testing Cement - Part 1: Determination Of Strength, 2005.

[17] Fibrecn International Co.Ltd., Products, GFRC/GRC. (On line).

[18] Fibre Technologies International Ltd GRC Guide – Glass fibre Reinforced Concrete (GRC o GFRC) is a cement-based composite reinforced with alkali resistant fibres, 2012. (On line).

[19] The International Glassfibre Reinforced Concrete Association (GRCA) - Specification for the Manufacture, Curing & Testing of Glassfibre Reinforced Concrete (GRC) Products, 2016. (On line).

[20] F. Iucolano, B. Liguori, C. Colella, *Malte di calce fibro-rinforzate di potenziale impiego nel ripristino del patrimonio edilizio*, Atti IV Convegno Monitoraggio e Conservazione preventiva dei Beni Culturali”, Università di Cassino, 27-29 maggio 2010, p. 249-256, 2010.

[21] UNI EN 1015-11: 2007. Metodi di prova dei per malte per opere murarie- parte 11: Determinazione della resistenza a flessione e a compressione della malta indurita, 2007.

Capitolo 4. Caratterizzazione meccanica delle miscele ottenute

La caratterizzazione meccanica delle malte è stata eseguita utilizzando la macchina di prova universale Zwick / Roell Z010, dotata di una cella di carico di 10 kN per le proprietà a flessione. Sono state effettuate prove di flessione a tre punti su cinque campioni per ogni tipo di miscela come previsto da norma UNI EN 1015-11:2007 [1], con distanza dei coltelli inferiori (support span) di 120 mm, una velocità della traversa mobile di 2 mm/min. e un precarico di 5 N. Il modulo di elasticità delle malte è stato valutato attraverso la deflessione del provino, misurata da un trasduttore di spostamento posizionato in mezzeria.

Sono stati valutati diagrammi di sforzo-deformazione per tutti i campioni testati (stress σ lungo l'asse y e deformazione ϵ lungo l'asse x) ed è stata scelta una curva rappresentativa di ogni miscela da utilizzare come modello esemplificativo, mentre i risultati delle medie sono apprezzabili in tabella.

a)



b)

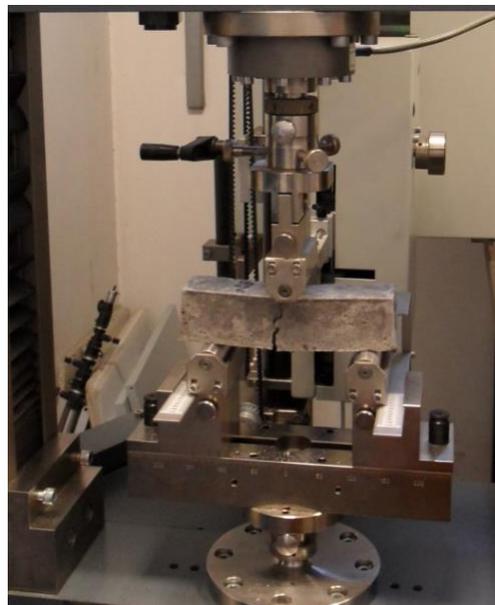


Figura 4.1. a) Set-up delle prove di flessione a tre punti; b) un campione sottoposto alla prova.

La prova di resistenza a compressione è stata effettuata sui due porzioni di ciascun campione ricavate dal precedente test di flessione su una macchina di prova universale servo-idraulica Instron 8033 (figura 4.2) in accordo con UNI EN 1015-11: 2007 [1].

Il set-up sperimentale prevede dimensioni del campione, 40 x 40 x 40 mm; velocità di 1 mm / min e un pre-carico di 10 N.



Figure 4.2. Instron 8033 macchinario di prova universale.

Riguardo l'aggiunta di fibre nella miscela, non è prevista una grande influenza nel miglioramento della resistenza a compressione, in quanto la forza è monoasse e la distribuzione è casuale. Si possono identificare differenze significative di comportamento dovute all'aggiunta di fibre di morfologie diverse.

Considerando l'obiettivo dell'intera ricerca, lo scopo che deve essere raggiunto è quello di evitare un'eccessiva diminuzione della resistenza a compressione a causa dell'aumento di disomogeneità.

4.1 Scelta preliminare del legante

Nel capitolo 1 si è contestualizzato il punto di partenza della presente ricerca, inserito all'interno di un progetto più ampio, realizzato da una collaborazione tra il CISTeC, l'Università "La Sapienza" e l'Istituto Superiore per la Conservazione e il Restauro. Si è trattato dello studio del comportamento fisico-meccanico di campioni di materiali compositi a base di legante idraulico naturale, aggregato inerte (anche come premiscelato), e fibre di basalto di varie morfologie, mirato ad ottenere un prodotto da usare sul posto di lavoro. Il primo obiettivo era l'identificazione di un legante adatto all'uso in situ, si è partiti dal confronto delle prestazioni meccaniche di malte additivate con fibre analizzate nello studio condotto da M.L. Santarelli et al. (2014) (ossia NHL 3.5 e MCC) [2,3], con malte a base di NHL 5. Si tratta di alcuni rilevanti prodotti presenti sul mercato della conservazione dei beni culturali.

Il confronto tra i materiali studiati è stato essenziale al fine di scegliere una matrice di partenza per lo studio del composito in esame e per la selezione di un legante adatto alla realizzazione dei pannelli di supporto per i mosaici di Villa Silin, come descritto in B. Davide Petriaggi et al. (2014) e in S. Arangio et al. (2015) [4, 5, 6].

La figura 4.3 mostra il tipico comportamento a flessione delle malte a base di NHL 3.5, NHL 5 e MCC (senza aggiunta di fibre, da essere usate come riferimento (consultare il capitolo 3 per dettagli sul disegno delle miscele).

I valori del modulo di Young (E) relativi al tratto elastico delle curve, risultano paragonabili per le tre malte di riferimento. Il valore di E per i campioni a base di NHL 5, pur essendo molto più elevato a confronto con i campioni a base di NHL 3.5 e di MCC, presenta una deviazione standard tale da renderlo paragonabile agli altri. Le curve mostrano un tipico comportamento fragile.

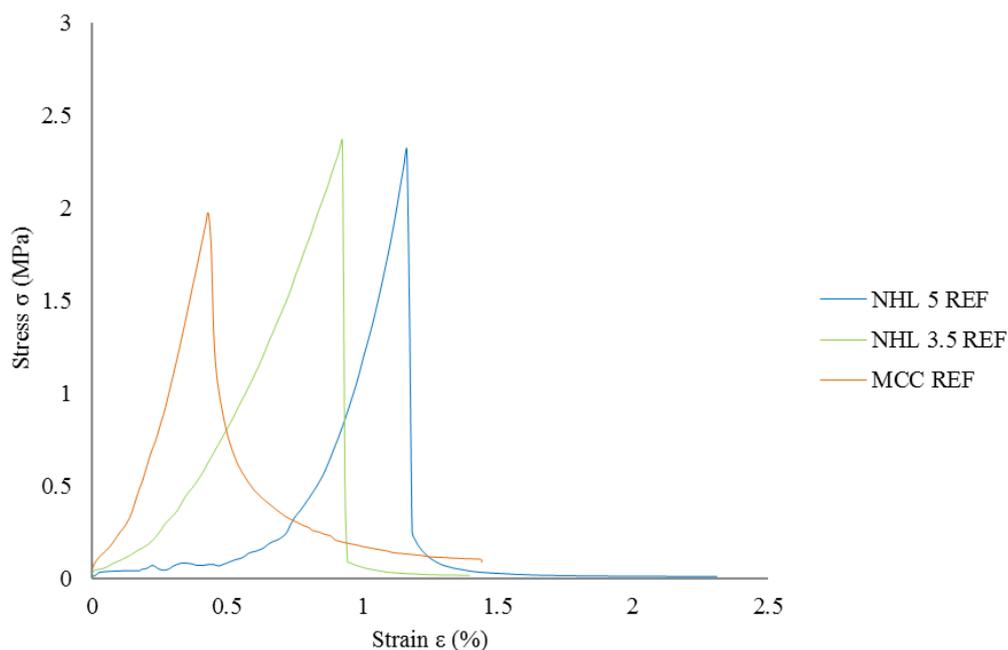


Figure 4.3. Tipico comportamento a flessione delle malte NHL 5, NHL 3.5 e MCC a confronto.

Le curve dei campioni NHL sono comparabili per resistenza a flessione e moduli di Young. La resistenza a flessione leggermente inferiore dei MCC deve essere attribuita alla presenza di aggregato aggiuntivo nel premiscelato.

Tabella 4.1. Le proprietà meccaniche e fisiche delle malte dopo 28 giorni.

Campioni	Resistenza a flessione σ (MPa)	Modulo a Flessione E (MPa)
NHL 5 REF	2.32 (0.20)	995 (398)
NHL 5 + M	2.19 (0.14)	232 (130)
NHL 5 + B	2.94 (0.21)	831 (355)
NHL 3.5 REF*	2.37 (0.42)	300.60 (32.3)
NHL 3.5 + M *	2.60 (0.15)	529.90 (42.6)
NHL3. 5 + B*	2.03 (0.11)	355 (21.3)
MCC REF*	1.89 (0.85)	564 (35)
MCC + M *	2.18 (0.04)	448 (213)
MCC + B*	1.71 (0.84)	264 (128)

Nota: in parentesi le deviazioni standard. M=Milled, B=Chopped (Basaltex), REF=malta di riferimento.

*confronto con campioni da Santarelli et al. (2014) [2,3]

Nella tabella 4.1 è riportato un prospetto del comportamento a flessione dei campioni testati, per la valutazione delle diverse malte rinforzate con due tipi di fibre di basalto. In riferimento ai campioni rinforzati con fibre al 3% in peso, il valore massimo della resistenza a flessione è raggiunto dal campione NHL 5 + B, che è l'unico a mostrare un aumento medio della resistenza a flessione con l'aggiunta di questo tipo di fibre. Entrambi i campioni NHL 3.5 e MCC, rinforzati con fibre milled, mostrano un leggero miglioramento rispetto al campione senza fibre. Nelle figure 4.4 e 4.5 viene riportato il comportamento tipico di flessione dei campioni rinforzati con le due diverse morfologie di fibre. Analogamente a quanto riscontrato da Santarelli et al. (2014) le fibre milled non cambiano il comportamento fragile della matrice, mentre i campioni rinforzati con fibre chopped mostrano un comportamento quasi-fragile a frattura [2,3].

In generale nei materiali classificati come quasi fragili tra cui i conglomerati, rocce, compositi ecc. la formazione di macrofratture è anticipata da una serie di fenomeni che si sviluppano preliminarmente, ossia la preventiva formazione, aggregazione e sviluppo di microvuoti e microfratture. La meccanica del danno continuo può essere utilizzata per ottenere dei modelli che descrivano questi fenomeni non lineari come le proprietà elastiche medie del materiale sottoposte a un degrado progressivo e il softening del materiale, ossia la complessiva riduzione della sua resistenza meccanica al crescere della deformazione [7].

Le figure 4.4 e 4.5 e la tabella 4.1 riassumono l'evoluzione delle proprietà meccaniche in funzione delle malte, del tipo di fibra di basalto e del contenuto della fibra. Al contrario dei campioni a base di NHL 5 nei campioni NHL 3.5 la presenza di fibre chopped al 3% in peso, influenza in maniera leggermente negativa la resistenza a flessione della malta di riferimento, mentre l'aggiunta di fibra di tipo milled ha mostrato un effetto opposto. Riguardo al modulo di Young, non è stato riscontrato un incremento rispetto alla malta di riferimento se non per questo tipo di fibre come visibile negli stufi di Santarelli et al. (2014 [2,3], in misura diversa a seconda del tipo di fibre di basalto.

Maggiori informazioni sui meccanismi di frattura delle malte possono essere ottenute dall'analisi morfologica delle superfici di frattura (si veda il capitolo 5).

Tutte le malte di riferimento presentano una curva di sforzo-deformazione fragile, mentre i campioni rinforzati con fibre chopped mostrano un comportamento quasi-fragile con un evidente softening post frattura.

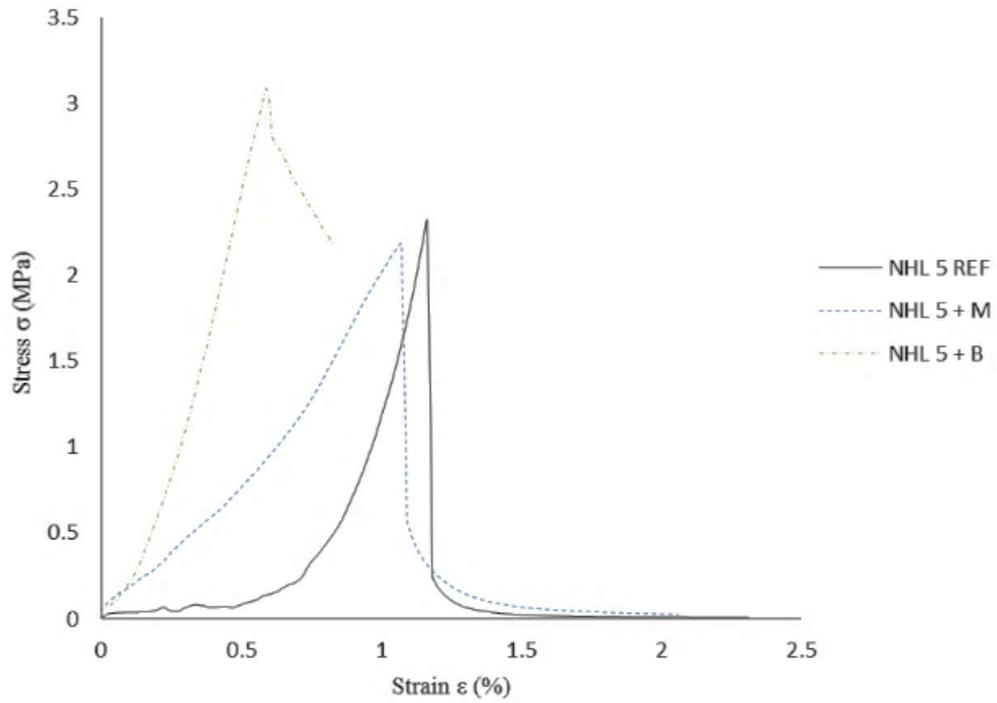
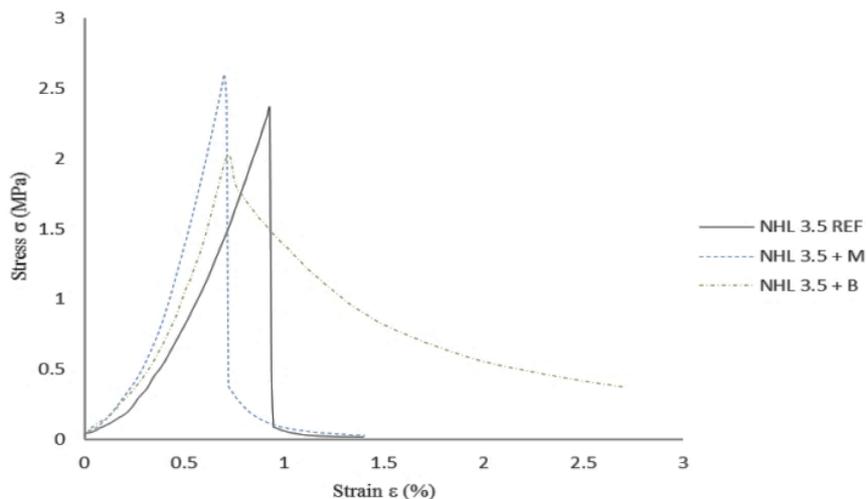


Figura 4.4. Comportamento tipico di flessione di malte rinforzate al 3 wt. % a base di NHL 5

a)



b)

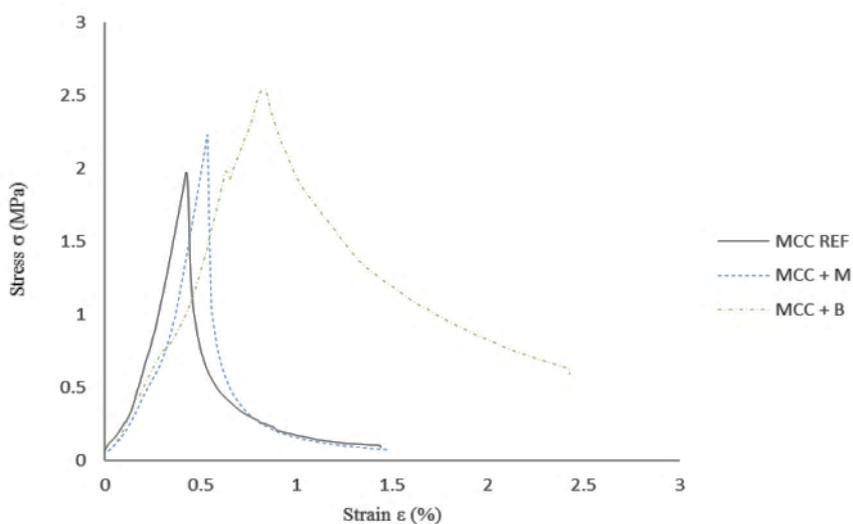


Figura 4.5. Comportamento tipico di flessione di malte rinforzate al 3 wt. % per il legante; a) NHL 3.5, b) MCC. (Santarelli et al. (2014) [3])

Tale comportamento trova riscontro con quanto osservato per le malte a base di cemento Portland¹, infatti possiamo osservare in figura 4.6 come i campioni

¹ Si è ampiamente descritto come alcuni campioni di malte a base di cemento Portland di tipo IIB rinforzate con fibre corte di basalto siano stati preparati preliminarmente per la messa a punto di un protocollo sperimentale per un'adeguata miscelazione e apporto di fibre e di come essi rappresentassero un materiale di confronto con quanto riscontrabile in letteratura per i risultati del

presentino comportamento fragile nelle curve sforzo deformazione con aggiunta di fibre di tipo milled e comportamento quasi fragile per aggiunte di fibre chopped (in modo più evidente per aggiunte maggiori dell'1 % in peso). Maggiori dettagli su questo studio possono essere apprezzati in Quattrococchi et al. (2015) [8].

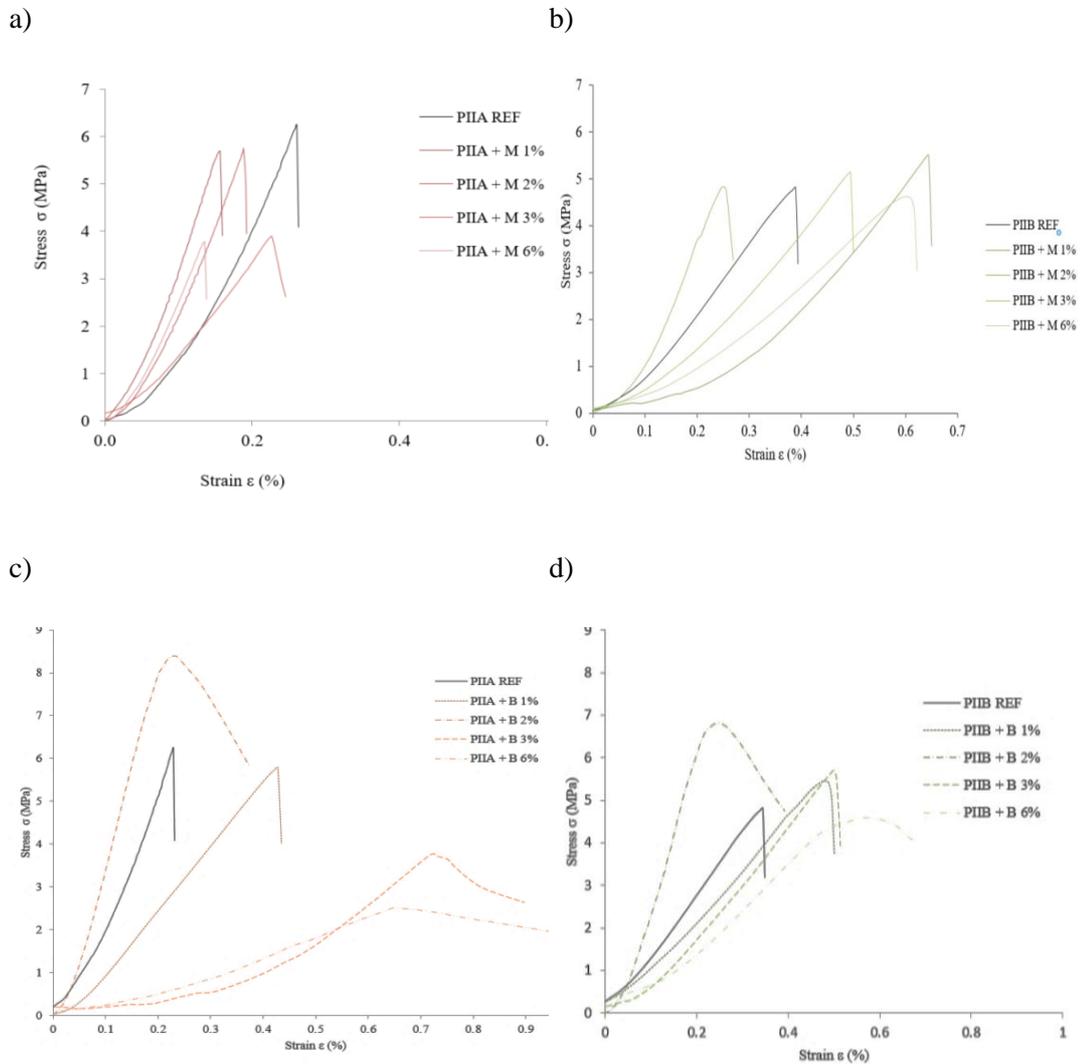


Figura 4.6 Curve di sforzo-deformazione per compositi a base di cemento Portland rinforzati con a) e b) fibre milled e c) e d) fibre chopped a varie percentuali (Quattrococchi et al. (2015) [8].

presente studio. Ma dal momento che l'utilizzo in ambito di beni culturali di conglomerati a base di cemento Portland deve essere evitato, e in architettura ecosostenibile troverebbero ridotta applicazione, i dati analitici delle prove eseguite su questi campioni verranno utilizzati unicamente come confronto per supportare quanto riscontrato nei compositi a base di NHL o evidenziarne le differenze.

Un'altra importante considerazione da fare riguarda le cricche da fatica e come esse cambino a seconda della morfologia della fibra. I campioni rinforzati con fibre milled hanno cricche da fatica precise rispetto ai campioni rinforzati con fibre chopped (si veda figura 4.7), evidenziando un aumento di tenacità di queste ultime.

a)



b)

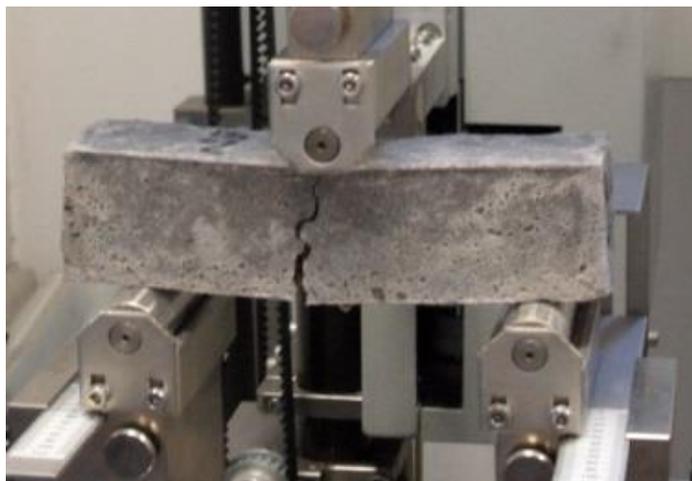


Figura 4.7. Comportamento tipico a flessione di: a) campione rinforzato con fibre milled; b) campione rinforzato con fibre chopped.

A causa di questo aumento generale della tenacità in presenza di fibre chopped, e un miglioramento delle proprietà meccaniche dei campioni NHL 5 (come visibile in figura 4.7), ulteriori studi si sono concentrati sulle sole malte a base di calce idraulica naturale NHL5.

La tabella 4.2 e la figura 4.8 c) riassumono i dati della ricerca preliminare con il confronto tra tre leganti anche per le proprietà meccaniche a compressione.

Le malte rinforzate a base NHL 5 risultano essere migliorate nella resistenza a compressione mediante l'aggiunta di fibre di basalto di entrambe le morfologie, così come riscontrato anche per le malte a base di NHL 3.5.

Le fibre chopped diminuiscono la resistenza a compressione quando vengono utilizzate come rinforzo dei campioni MCC, mentre le fibre milled risultano migliorare le proprietà meccaniche di compressione di tutte e tre le malte.

Tabella 4.2. Proprietà meccaniche a compressione delle malte indurite rinforzate con fibre diverse.

<i>Campioni</i>	<i>Resistenza a compressione (MPa)</i>
<i>NHL 5 REF</i>	4.69 (0.43)
<i>NHL 5 + M 3%</i>	5.73 (0.19)
<i>NHL 5 + B 3%</i>	9.95 (0.56)
<i>NHL 3.5 REF*</i>	5.11 (0.17)
<i>NHL 3.5 + M 3%*</i>	8.43 (0.05)
<i>NHL 3.5 + B 3%*</i>	7.20 (0.24)
<i>MCC REF*</i>	3.50 (0.24)
<i>MCC + M 3%*</i>	3.83 (0.12)
<i>MCC + B 3%*</i>	1.91 (0.09)

Nota: in parentesi le deviazioni standard.

*confronto con campioni da Santarelli et al. (2014) [2,3]

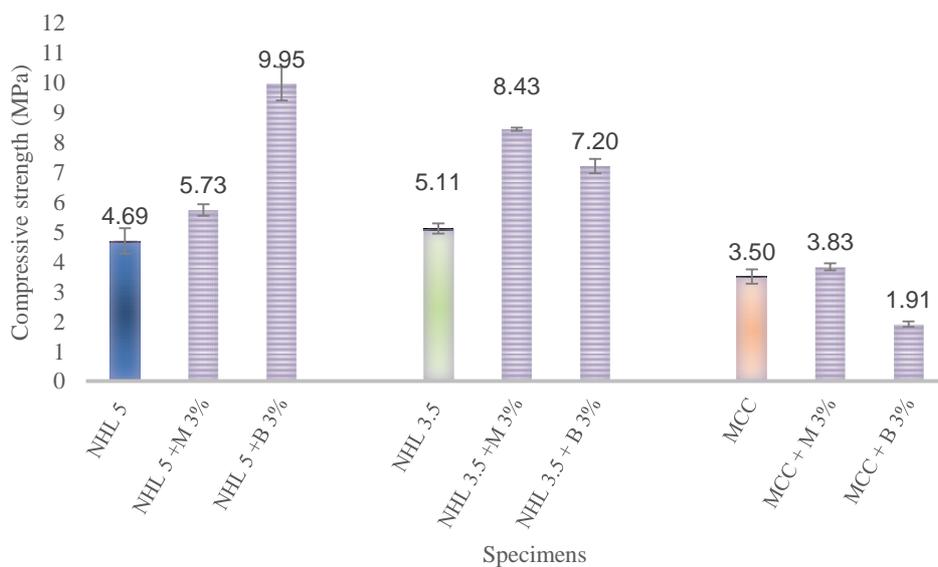
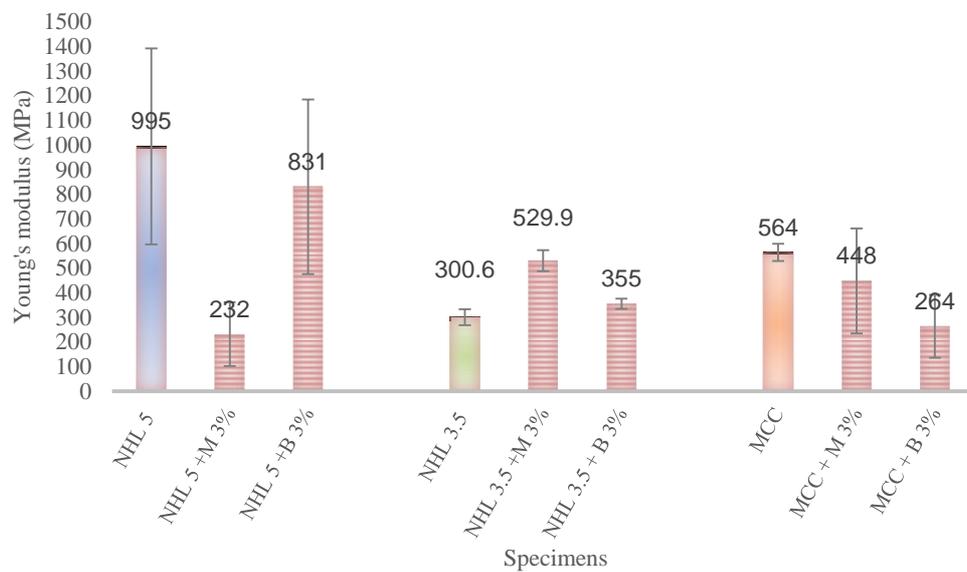
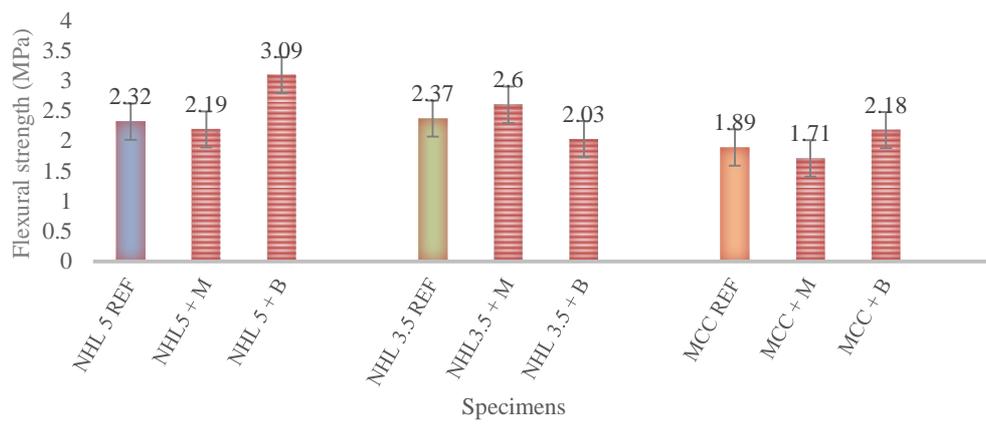


Figura 4.8. Grafico riassuntivo del comportamento a flessione: a) resistenza a rottura, e b) modulo di elasticità; e del comportamento a c) compressione di malte rinforzate al 3% in peso per i seguenti leganti: NHL 5; NHL 3.5; MCC.

4.2 Studio di malte a base di NHL 5

Per quanto concerne la preparazione delle malte a base di NHL 5 legante scelto dopo la fase preliminare, sono stati realizzati campioni con diverso rapporto legante aggregato, 1:1, 1: 2 e 1:3, con il fine di avere una visione generale del loro comportamento meccanico in caso di utilizzo nel campo di restauro. I risultati sono riportati nella tabella 4.3.

Tabella 4.3. Proprietà meccaniche a flessione delle malte indurite a diversi rapporti legante-aggregato con aggiunta di fibre chopped.

<i>Campioni</i>	<i>Rapporto Legante-Aggregato</i>	<i>Resistenza a Flessione σ (MPa)</i>	<i>Modulo di Young E (MPa)</i>
<i>NHL5 REF</i>	1:1	2.32 (0.20)	995 (398)
<i>NHL5 + 1% B</i>	1:1	2.10 (0.47)	992 (550)
<i>NHL5 + 2% B</i>	1:1	2.35 (0.16)	966 (679)
<i>NHL5 +3% B</i>	1:1	2.94 (0.21)	831 (355)
<i>NHL5 REF</i>	1:2	1.45 (0.31)	980 (741)
<i>NHL5 + 1% B</i>	1:2	1.47(0.15)	328 (101)
<i>NHL5 + 2% B</i>	1:2	1.26 (0.30)	990 (222)
<i>NHL5 +3% B</i>	1:2	1.01 (0.01)	113 (9)
<i>NHL5 REF</i>	1:3	1.22 (0.10)	645 (261)
<i>NHL5 + 1% B</i>	1:3	1.44 (0.17)	951 (637)
<i>NHL5 + 2% B</i>	1:3	0.72 (0.16)	553 (122)
<i>NHL5 +3% B</i>	1:3	1.78 (0.19)	396 (260)

Nota: i valori riportati nelle parentesi sono deviazioni standard.

La tabella 4.3 mostra le proprietà a flessione della resistenza delle malte a base di NHL miscelate manualmente con apporto di fibre chopped, la resistenza è condizionata sia dal rapporto legante-aggregato e sia dall'apporto di fibre. Riguardo ai campioni con rapporto legante aggregato 1:1 (figura 4.9) , non è stato

rilevato un incremento della resistenza a flessione o del modulo di Young con l'aggiunta dell'1% o del 2% in peso. In caso di aggiunta di fibre corrispondenti al 3% in peso, si può riscontrare un aumento della resistenza a flessione (in accordo con i risultati della fase 1), relativo ad una lieve diminuzione del modulo di Young.

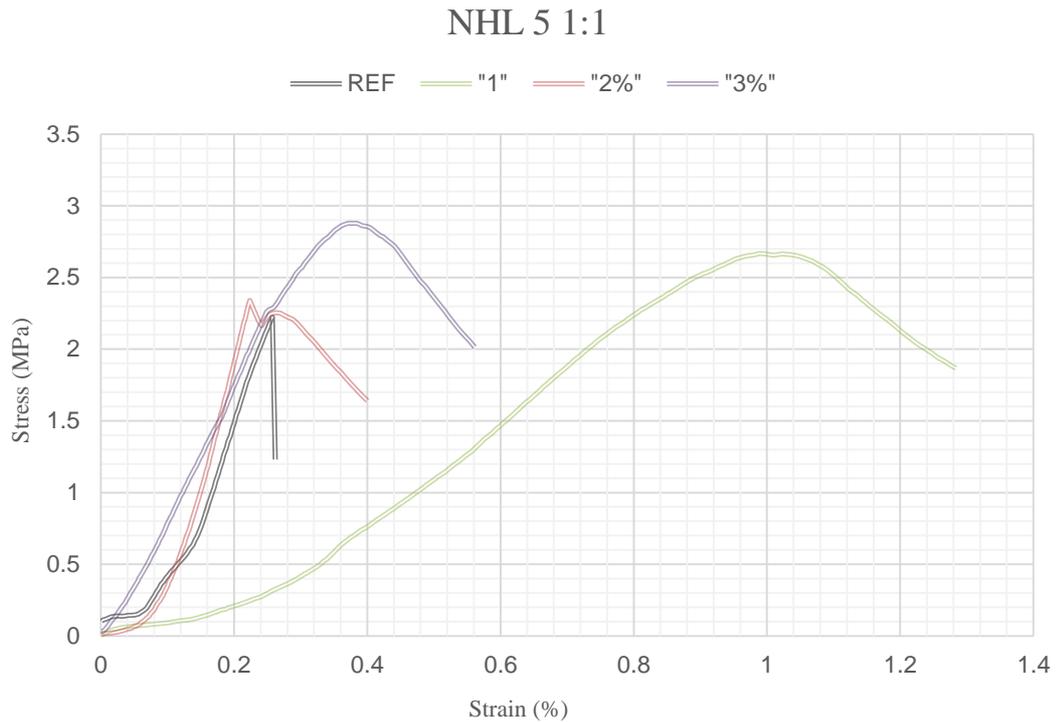


Figure 4.9. Tipico comportamento a flessione delle malte NHL 5 in rapporto legante aggregato 1:1 con aggiunta di fibre chopped a diverse percentuali in peso.

In caso di aggiunta di fibre chopped per un rapporto legante-aggregato di 1:2 (figura 4.10), si verifica una rispettiva diminuzione delle proprietà a flessione (specialmente il modulo di Young) in caso di aggiunta rispettiva al 3% in peso.

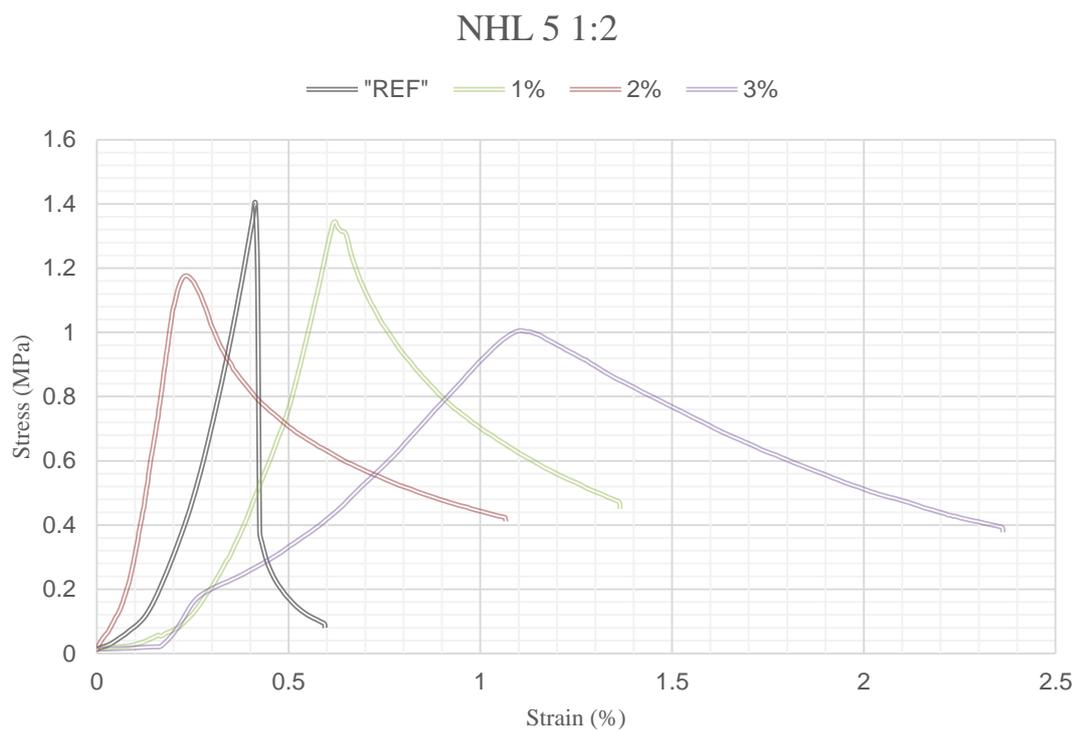


Figure 4.10. Tipico comportamento a flessione delle malte NHL 5 in rapporto legante aggregato 1:2 con aggiunta di fibre chopped a diverse percentuali in peso.

Un incremento della resistenza a flessione e del modulo di Young si verifica unicamente con l'aggiunta di fibre ad 1% alle malte con rapporto legante-aggregato pari a 1: 3 (figura 4.11). Come visibile, in generale, le proprietà meccaniche risultano essere piuttosto basse per l'ultimo gruppo di campione.

NHL 5 1:3

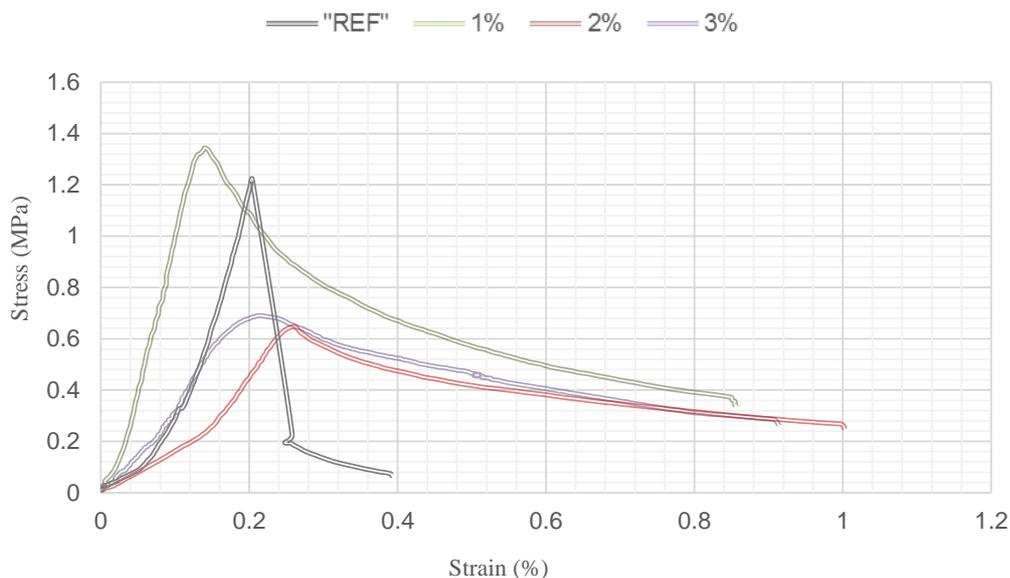


Figure 4.11. Tipico comportamento a flessione delle malte NHL 5 in rapporto legante aggregato 1:3 con aggiunta di fibre chopped a diverse percentuali in peso.

Il rapporto legante-aggregato 1:2 in peso è un buon compromesso per quanto concerne le proprietà meccaniche, che è il riferimento tra gli Standard Europei e la scheda dati dei leganti relative a 1:1 in volume.

Fissato il rapporto legante- aggregato si sono nuovamente studiate le proprietà delle malte rinforzate con fibre milled a diverse percentuali. In tabella 4.4 è apprezzabile un prospetto delle proprietà meccaniche a flessione di tali malte.

Tabella 4.4. Proprietà meccaniche a flessione delle malte dopo 28 giorni con aggiunta di fibre chopped in diverse percentuali in peso.

Campioni	Rapporto Legante-Aggregato	Resistenza a Flessione σ (MPa)	Modulo di Young E (MPa)
NHL5 REF	1:2	1.25 (0.10)	420 (40)
NHL5 + 1% M	1:2	1.33 (0.30)	250 (100)
NHL5 + 3% M	1:2	2.00 (0.20)	1000 (100)
NHL5 + 6% M	1:2	0.75 (0.05)	540 (50)

In parentesi le deviazioni standard.

L'aggiunta del 3% di fibre milled mostra un netto miglioramento della resistenza a flessione e del modulo elastico, un miglioramento di minore entità è rilevato con l'aggiunta del 1%. Il 6 % invece determina un peggioramento della resistenza a flessione, e del modulo elastico. Solo l'aggiunta di fibre al 6% ha mostrato una modifica del comportamento fragile del campione a frattura, ed un aumento molto blando dell'indice di tenacità (si veda figura 4.12 e paragrafo 4.2).

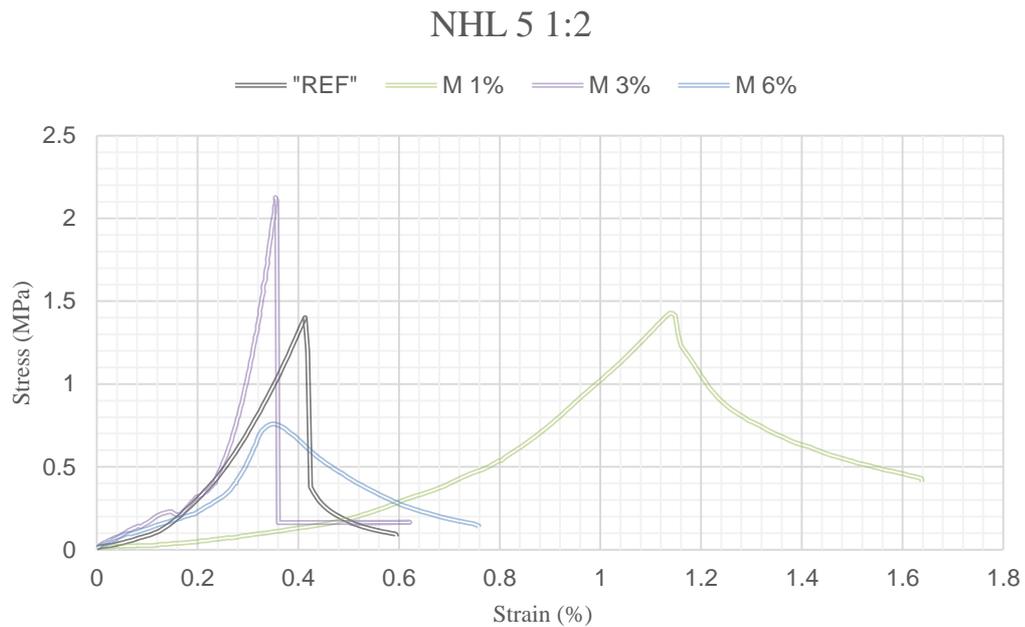


Figure 4.12. Tipico comportamento a flessione delle malte NHL 5 in rapporto legante aggregato 1:3 con aggiunta di fibre milled a diverse percentuali in peso.

Per quanto concerne la resistenza a compressione, la tabella 4.5 mostra come anche essa sia condizionata sia dai rapporti legante- aggregato che dalle fibre, considerando che le fibre partecipano dell'aggregato. In caso di aggiunta di fibre chopped ai campioni con rapporto legante-aggregato 1: 1, le proprietà di compressione risultano diminuire per ogni percentuale di fibre.

In caso di aggiunta di fibre chopped con rapporto legante-aggregato 1: 2, si verifica una riduzione lieve delle proprietà di compressione per l'1% e il 2% in peso e un aumento maggiore per un'aggiunta di fibre del 3%.

Un incremento della resistenza a compressione si verifica unicamente con l'aggiunta di fibre al 3% alle malte con un rapporto legante-aggregato 1:3, ma le proprietà compressive non sono sufficientemente buone per far considerare questa miscela come caso di studio.

Tabella 4.5. Proprietà meccaniche a compressione delle malte indurite a diversi rapporti legante aggregato.

<i>Campioni</i>	Rapporto Legante-Aggregato	Resistenza a Compressione (MPa)
<i>NHL5 REF</i>	1:1	7.15 (0.23)
<i>NHL5 + 1% B</i>	1:1	4.85 (0.55)
<i>NHL5 + 2% B</i>	1:1	4.61 (1.13)
<i>NHL5 +3% B</i>	1:1	4.67 (0.20)
<i>NHL5 REF</i>	1:2	3.57 (0.49)
<i>NHL5 + 1% B</i>	1:2	3.26 (0.06)
<i>NHL5 + 2% B</i>	1:2	3.30 (0.64)
<i>NHL5 +3% B</i>	1:2	1.84 (0.11)
<i>NHL5 REF</i>	1:3	2.10 (0.63)
<i>NHL5 + 1% B</i>	1:3	2.92 (0.19)
<i>NHL5 + 2% B</i>	1:3	1.29 (0.15)
<i>NHL5 +3% B</i>	1:3	0.93 (0.37)

In parentesi le deviazioni standard.

a)



b)



Figura 4.13. Comportamento tipico di compressione di a) campioni rinforzati con fibre milled; b) campioni rinforzati con fibre chopped.

Per quanto riguarda l'aggiunta della fibra di basalto a morfologia milled gli effetti risultano differenti a seconda della quantità. Per percentuali comprese fra l'3 ed il 6 %, come visibile in tabella 4.6, si rileva una notevole diminuzione del carico massimo sopportato, mentre con l'aggiunta dell'1 % si ritorna a valori prossimi se non superiori a quelli della malta in assenza di fibre.

Tabella 4.6. Proprietà meccaniche a compressione di malte indurite rinforzate con fibre milled

<i>Campioni</i>	<i>Resistenza a Compressione (MPa)</i>
<i>NHL 5 REF</i>	3.81 (0.38)
<i>M 1%</i>	3.75 (0.15)
<i>M 3%</i>	2.00 (0.50)
<i>M 6%</i>	1.80 (0.20)

In parentesi le deviazioni standard

Di seguito, ci si è concentrati su campioni addizionati con fibre corte di tipo chopped a vari sizing e misure, sono state studiate due miscele, una con aggregato inerte e una con aggregato reattivo. Il comportamento delle fibre è stato valutato in funzione della miscela, il tipo di sizing, e la morfologia.

4.3 Miscela 1: NHL5 + sabbia+ fibre chopped

Le figure 4.14 e 4.15 mostrano le curve caratteristiche dei campioni rinforzati con quattro tipi di fibre della stessa misura e diverse sizing i cui dati a flessione sono riportati nella tabella 4.7.

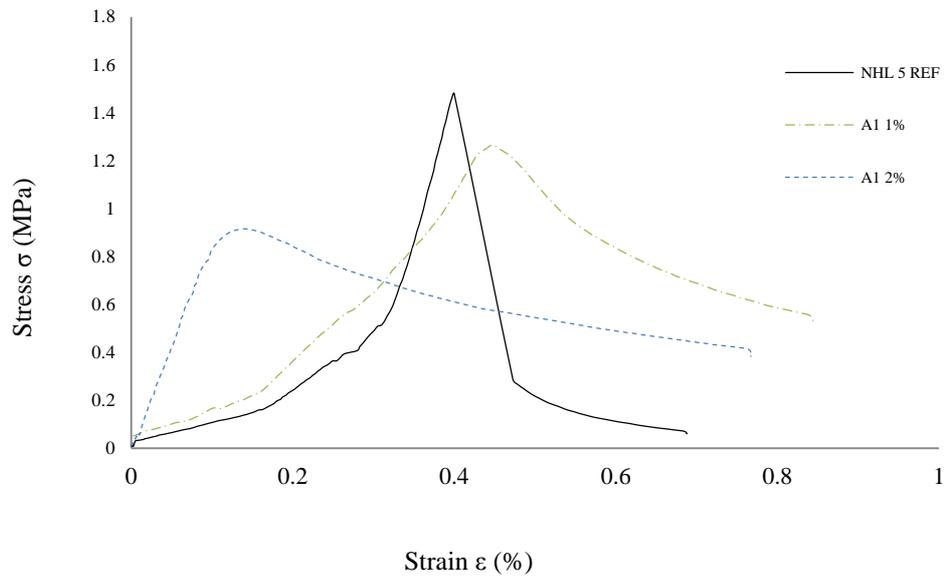
Tabella 4.7. Proprietà meccaniche di flessione di malte indurite rinforzate con fibre di uguale misura e diverse dimensioni. (anche in G. Quattrococchi et al (2015) [9]).

<i>Campioni</i>	<i>Resistenza a Flessione σ (MPa)</i>	<i>Modulo di Flessione E (MPa)</i>
<i>NHL5 REF</i>	1.56 (0.27)	1230 (316)
<i>NHL5 + 1% A1</i>	1.17 (0.11)	458 (218)
<i>NHL5 + 2% A1</i>	1.01 (0.09)	554 (224)
<i>NHL5 + 1% A2</i>	0.80 (0.15)	507 (184)
<i>NHL5 + 2% A2</i>	0.95 (0.16)	610 (167)
<i>NHL5 + 1% A3</i>	1.48 (0.16)	1090(188)
<i>NHL5 + 2% A3</i>	1.26 (0.14)	990 (222)
<i>NHL5 + 1% B</i>	1.76 (0.10)	1013 (233)
<i>NHL5 + 2% B</i>	1.57 (0.27)	1086 (254)

Nota: I valori riportati nelle parentesi sono deviazioni standard.

In tutti e quattro i casi, l'aggiunta determina un aumento della tenacità rappresentata dall'area sotto la curva.

a)



b)

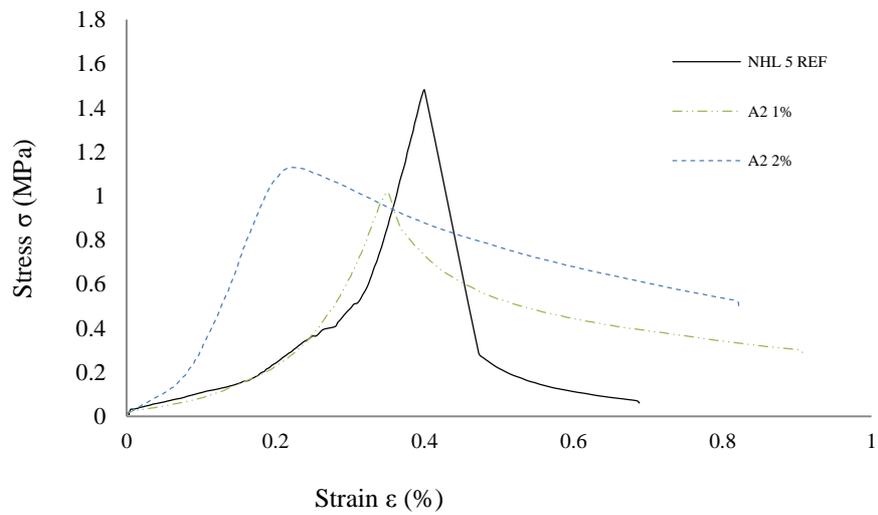
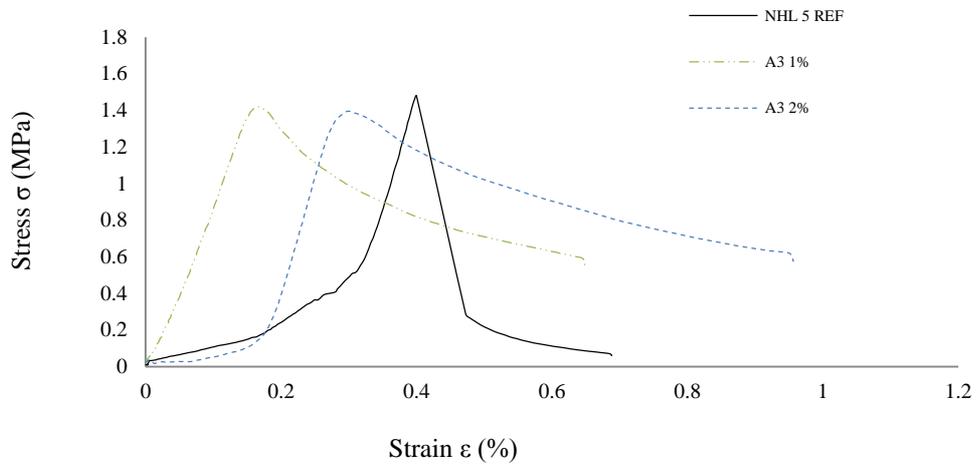


Figura 4.14. Curve tipiche per campioni rinforzati con fibre della stessa misura $D = 13 \mu\text{m}$, $L = 6.4 \text{ mm}$ e diverse dimensioni: a) fibre A1: sizing 1; b) fibre A2: sizing 2. (anche in G. Quattrococchi et al (2015) [9]).

c)



d)

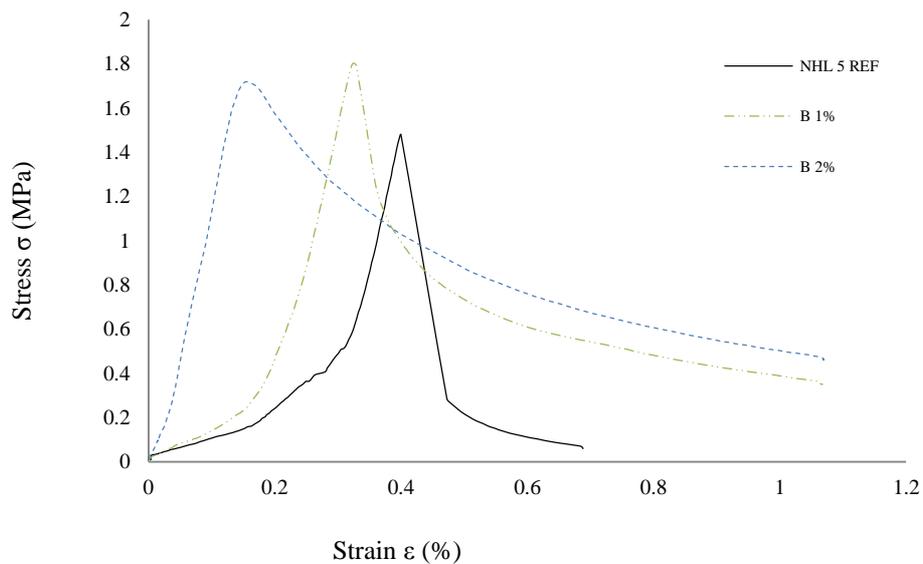


Figura 4.15. Curve tipiche per campioni rinforzati con fibre della stessa misura $D = 13 \mu m$, $L = 6.4 \text{ mm}$ e diverse dimensioni: c) fibre A3: sizing 3; d) fibre B, sizing B^2 . (anche in G. Quattrococchi et al (2015) [9]).

Il comportamento è coerente con i risultati riportati nei paragrafi precedenti. La malta di riferimento mostra una frattura fragile, mentre i campioni rinforzati

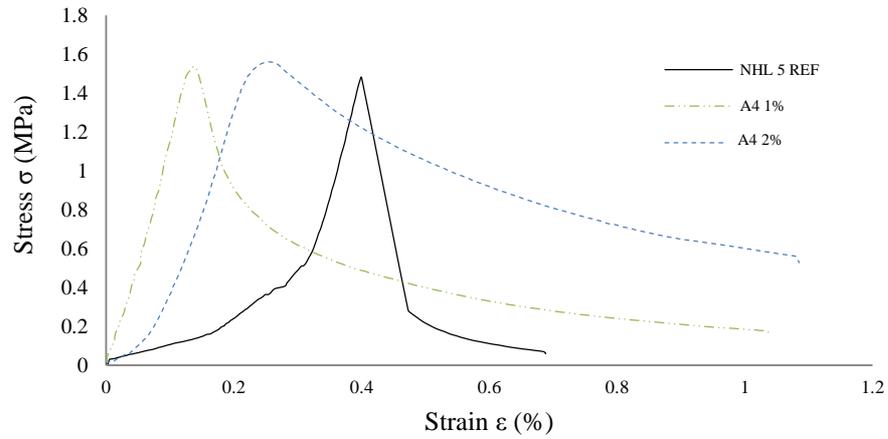
² $D = 13-17 \mu m$

mostrano un comportamento quasi-fragile dovuto all'effetto di tenacità delle fibre chopped.

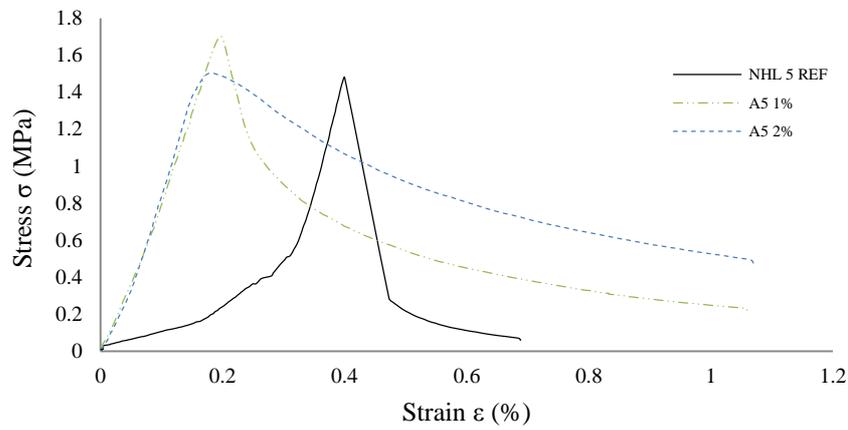
Questa tendenza è visibile su tutti i campioni presi in esame. I campioni A3, caratterizzati da una complessa dimensione di silano (si veda capitolo 2, paragrafo 2.5), mostrano la migliore resistenza a flessione e il modulo di Young tra questi gruppi di campioni forniti da Incotology. I campioni B mostrano un aumento della resistenza a flessione e del modulo di elasticità per l'aggiunta di fibre in peso sia dell'1% che del 2%, confermando il miglior comportamento a flessione. In generale, l'aggiunta del 2% di fibre sembra favorire un aumento consistente della tenacità che, in caso di A3 e B, avviene con valori accettabili di resistenza alla rottura e del modulo di Young, per una valutazione nel dettaglio si veda il paragrafo 4.2.

Nella figura 4.16 sono rappresentate curve tipiche di compositi rinforzati con fibre di diametro più largo (A5, A4) e più lungo (A6).

a)



b)



c)

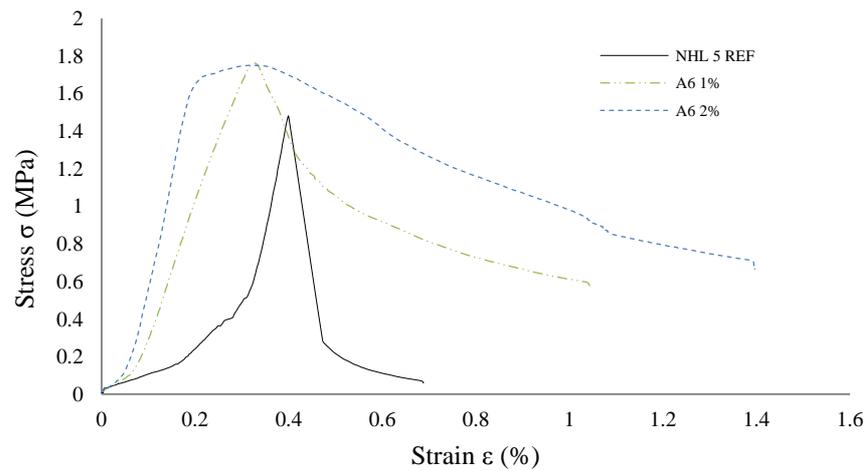


Figura 4.16. Curve tipiche di campioni rinforzati con fibre di diverse dimensioni, a) fibre A4: sizing 1, $D = 17 \mu\text{m}$, $L = 6.4\text{mm}$; b) fibre A5: sizing 2; $D = 17 \mu\text{m}$, $L = 6.4\text{mm}$; c) fibre A6: sizing 3, $D = 13\mu\text{m}$, $L = 12.8 \text{ mm}$

I campioni rinforzati mostrano un lieve miglioramento della resistenza a rottura rispetto alle malte di riferimento REF, a seconda della dimensione della fibra. Tra i campioni con l'aggiunta di fibre dell'1% in peso, quelli con diametro maggiore A4, A5 consentono di raggiungere la resistenza a rottura di REF, e mostrano risultati migliori rispetto a quelli con la stessa misura e un diametro più sottile. Nel caso di fibre più lunghe, si verifica un generale miglioramento della resistenza a flessione con l'aggiunta di fibre sia dell'1% che del 2% in peso. L'aggiunta delle fibre A4, A5, e A6 migliora le proprietà meccaniche in termini di tenacità, a prescindere dal tipo di dimensione. Riguardo il diametro, le fibre A4 aumentano costantemente il modulo di elasticità rispetto a quelle A1 (stessa misura, diametro diverso), questo aumento è più evidente con l'aggiunta di peso dell'1% rispetto al 2%. Le fibre A2 aumentano di circa il doppio dei valori E rispetto ad A5 (stessa misura, diametro diverso). Le fibre A6 e A3 sono vicine ai valori E di REF.

Tabella 4.8. Proprietà meccaniche a flessione di malte indurite rinforzate con fibre di diverse dimensioni.

<i>Campioni</i>	<i>Resistenza a Flessione σ (MPa)</i>	<i>Modulo di Flessione E (MPa)</i>
<i>NHL5 REF</i>	1.56 (0.27)	1230 (316)
<i>NHL5 + 1% A4</i>	1.44 (0.20)	1162 (193)
<i>NHL5 + 2% A4</i>	1.26 (0.33)	825 (173)
<i>NHL5 + 1% A5</i>	1.67 (0.19)	1087 (164)
<i>NHL5 + 2% A5</i>	1.44 (0.06)	894 (174)
<i>NHL5 + 1% A6</i>	1.58 (0.45)	1265 (430)
<i>NHL5 + 2% A6</i>	1.73 (0.22)	1127 (294)

Nota: I valori riportati nelle parentesi sono deviazioni standard.

La tabella 4.9 mostra i dati di resistenza a compressione per le malte a base di NHL 5 e sabbia, rinforzate con fibre aventi diversi sizing, diametro o lunghezza. Considerando le fibre con le stesse dimensioni, i valori delle resistenze a compressione dei campioni rinforzati con fibre sono abbastanza vicini al valore di riferimento, con un leggero aumento solo nel caso di fibre con sizing 3 e sizing B al 1%. Le fibre con diametri più grandi, come quelle dei campioni A4 e A5, non risultano essere efficaci nel migliorare la resistenza a compressione delle malte. Le fibre più lunghe, ovvero i campioni A6, riportano i valori migliori di resistenza a compressione, sia per l'aggiunta dell'1% che del 2% in peso. Riassumendo, si può notare un netto miglioramento nel caso di fibre B all'1% in peso, e nel caso di fibre A6 (le più lunghe tra quelle studiate), aggiunte all'1% e al 2% in peso. È interessante notare come le fibre A6 sono caratterizzate da sizing 3, il quale ha precedentemente mostrato per le corrispettive fibre più corte A3, un miglioramento delle proprietà meccaniche.

Tabella 4.9. Proprietà meccaniche a compressione di malte indurite rinforzate con fibre diverse (G. Quattrococchi et al (2015) [9]).

<i>Campioni</i>	<i>Resistenza a Compressione (MPa)</i> ^a
<i>NHL 5 REF</i>	3.81 (0.38)
<i>NHL 5 + A1 1%</i>	3.16 (0.93)
<i>NHL 5 + A1 2%</i>	3.20 (0.50)
<i>NHL 5 + A2 1%</i>	2.56 (0.51)
<i>NHL 5 + A2 2%</i>	2.05 (0.25)
<i>NHL 5 + A3 1%</i>	3.88 (0.64)
<i>NHL 5 + A3 2%</i>	3.30 (0.64)
<i>NHL 5 + B 1%</i>	4.48 (1.06)
<i>NHL 5 + B 2%</i>	3.38 (0.34)
<i>NHL 5 + A4 1%</i>	3.28 (0.33)
<i>NHL 5 + A4 2%</i>	2.06 (0.57)
<i>NHL 5 + A5 1%</i>	3.65 (0.68)
<i>NHL 5 + A5 2%</i>	2.73 (0.30)
<i>NHL 5 + A6 1%</i>	5.79 (0.29)
<i>NHL 5 + A6 2%</i>	5.74 (0.20)

Nota: I valori riportati nelle parentesi sono deviazioni standard.

4.3.1 Tenacità del materiale

Oltre alle descrizioni del precedente paragrafo si è approfondita la valutazione della tenacità della miscela 1 con diversi tipi di fibre di basalto.

La valutazione quantitativa della tenacità di conglomerati è argomento controverso. A. M. Brandt (2009) illustra in un apposito paragrafo come l'idea di una grandezza adimensionale chiamata indice di frattura come caratteristica di un materiale risalga probabilmente al 1978. L'indice di tenacità (TI) era calcolato come il rapporto tra l'area totale sottesa dalla curva sforzo deformazione e la sola area sottesa dal tratto lineare della curva.

Per calcestruzzi o malte non addizionati il valore di TI è solitamente 1.0 o poco più di 1.0, mentre per compositi fortemente rinforzati può arrivare a 30 - 40.

Si premette che il metodo di seguito illustrato è messo a punto per calcestruzzi e non per malte e che quindi l'applicazione di questo procedimento è da considerarsi un adattamento ed in quanto tale risente di una serie di criticità.

Un altro metodo simile non correlato ad alcuna particolare caratteristica dimensionale, e presentato in forma di indici di tenacità a flessione è quello proposto da ASTM e si basa sulle curve ottenute dalla prova di flessione a tre punti. Anche in questo caso la deflessione che corrisponde alla prima cricca (δ) è misurata dal punto zero e relativa al comportamento elastico lineare. Gli indici si ottengono attraverso la divisione dell'area totale sottesa dalla curva divisa per l'area fino al punto precedentemente misurato [10]. Questo metodo trova applicazione nella norma ASTM C1018-90 e ASTM C1018-97 [11, 12]

L'indice I5 è determinate a 3δ , I10 a 5.5δ e I30 a 15.5δ (nessuno dei campioni in esame arriva a I30). Come per il TI in caso di materiali elastico-fragili gli indici sono pari a 1.0.

Un approccio critico a questo approccio è fornito da A.M. Brandt stesso, egli infatti ne individua le criticità dovute alle scelte soggettive dell'operatore, che si trova a dover determinare in maniera arbitraria il punto di inizio di deflessione della curva, con un ampio margine di errore. La norma ASTM C1018-90 trova critica anche in N. Banthia e J.-F. Trottier (1995) in cui si suggeriscono delle

modifiche al metodo, quali ad esempio la considerazione della sola area sottesa dalla curva post-picco [13].

Come descritto da D. P. Dias e C. Thaumaturgo (2005), al fine di ottenere risultati riproducibili solitamente si privilegiano campioni di dimensioni maggiori con un rapporto maggiore di 2.5 tra la distanza dei coltelli e la profondità per cricche più profonde [14].

In generale il test a flessione è raccomandato per stabilire la tenacità del materiale Intesa come capacità di assorbire energia sotto carico statico [10].

La norma ASTM C 1018 è stata ritirata nel 2006 e non trova sostituzione, dal momento che gli aspetti critici di questo metodo trovano così ampio riscontro, gli indici di seguito riportati (calcolati come il rapporto delle aree sottese dalla curva sforzo deformazione) sono da intendersi come indicativi e coadiuvanti l'osservazione delle curve. Sempre A.M. Brandt osserva come materiali con un comportamento post-fessurativo completamente diverso possano infatti essere caratterizzati da uno stesso indice di tenacità.

Di seguito un confronto tra i valori di TI e i valori di I5 per i campioni della Miscela 1 e i campioni con fibre milled.

Tabella 4.10 Indici di tenacità di malte a base di NHL indurite e rinforzate con fibre a diverse % in peso

CAMPIONE	REF	B	A1	A2	A3	A4	A5	A6
TI	1.15 (0.03)							
1%	-	2.15 (0.23)	2.27 (0.38)	3.87 (1.33)	2.70 (0.52)	2.85 (0.27)	3.19 (0.77)	5.61 (2.51)
2%	-	4.29 (0.83)	3.17 (0.37)	3.49 (0.34)	3.72 (0.25)	3.45 (0.75)	3.36 (1.02)	10.22 (2.00)
I5	1.15 (0.03)							
1%	-	1.90 (0.18)	2.21 (0.30)	2.93 (0.66)	2.33 (0.24)	2.15 (0.17)	2.37 (0.67)	4.21 (0.47)
2%	-	2.49 (0.46)	2.58 (0.22)	3.05 (0.64)	2.39 (0.20)	2.45 (0.66)	2.42 (0.49)	5.41 (1.50)

Nota: i valori riportati nelle parentesi sono deviazioni standard.

In figura 4.17 è possibile apprezzare un confronto dell'indice di tenacità per i vari campioni preparati con aggregato inerte e addizionati con fibre chopped di varia morfologia e appretto a due percentuali. Come ci si aspettava dall'osservazione delle curve sforzo deformazione e verrà discusso statisticamente nel capitolo 6, in generale si osserva un aumento della tenacità all'aumento delle fibre in miscela, tranne nel caso dei campioni A3 in cui la deviazione standard associata alla popolazione di campioni dell'1% non rende significativa questa osservazione. Si noti inoltre come la tenacità del materiale sia assicurata in maniera determinante dalla presenza di fibre più lunghe ossia fibre A6.

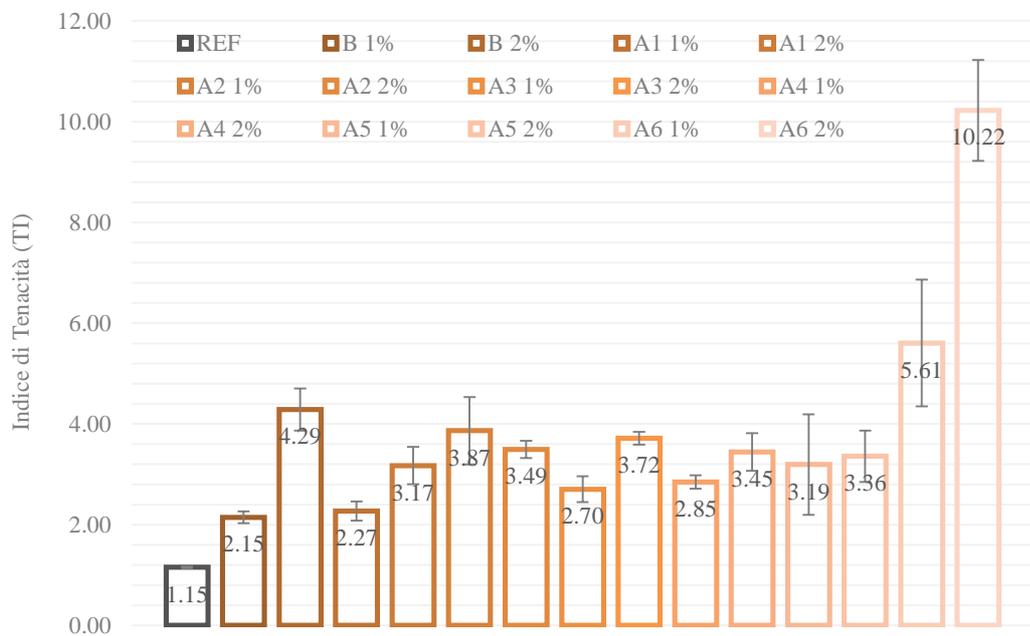


Figura 4.17. Confronto degli indici di tenacità (TI) di campioni addizionati con fibre chopped a diverse percentuali 1 wt. % e 2 wt. %, e la malta di riferimento.

Sempre utilizzando l'indice di tenacità TI si può apprezzare in figura 4.18 un confronto tra i valori della malta di riferimento in blu, la malta addizionata con fibre milled all'1% e la malta addizionata con i vari tipi di fibre chopped sempre all'1%. Come si può notare i valori della malta addizionata con fibre milled sono molto vicini ai valori di tenacità di una malta semplice.

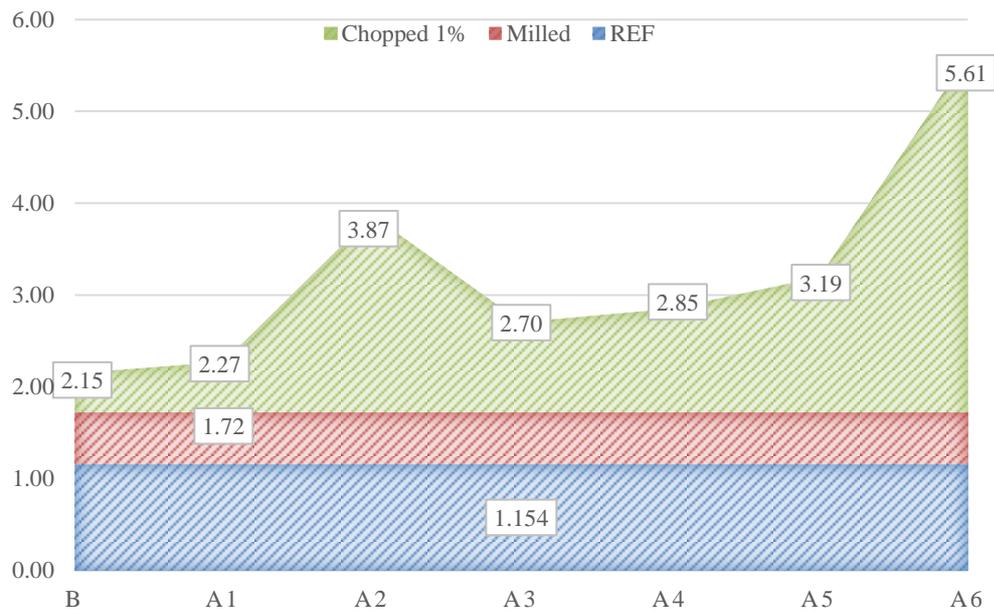


Figura 4.18. Confronto degli indici di tenacità (TI) di campioni addizionati con fibre milled e chopped all'1% e la malta di riferimento.

In figura 4.19 si può invece apprezzare un confronto tra gli indici I5, che considerano il comportamento dei campioni a 3δ , come si può intuire dalla vicinanza di tali valori a confronto con TI sussiste una minore discrepanza, e gli indici hanno sempre un valore maggiore per i campioni addizionati al 2% o confrontabile.

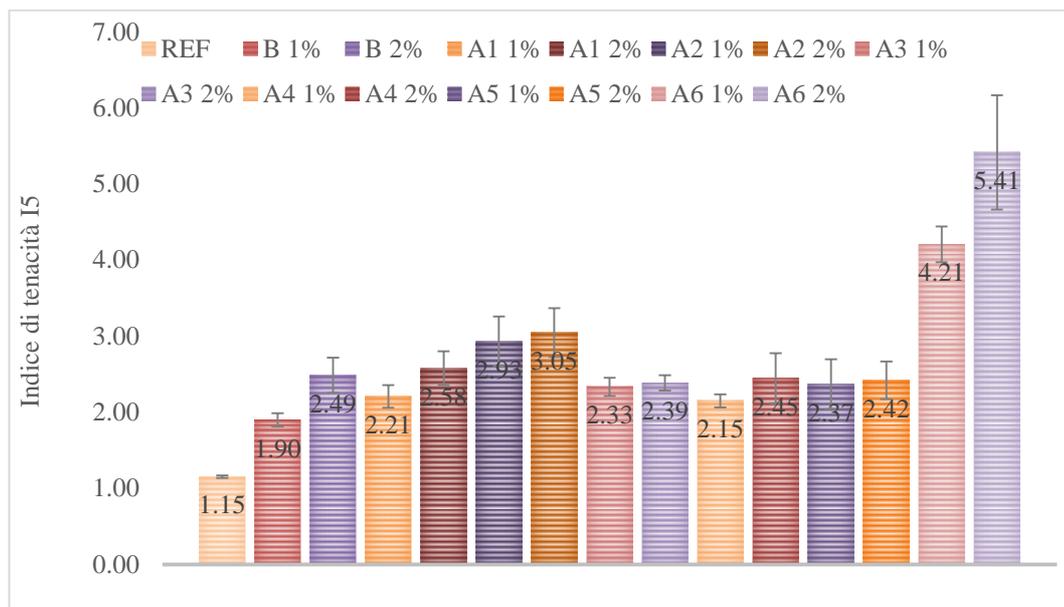


Figura 4.19. Confronto degli indici di tenacità (TI) di campioni addizionati con fibre chopped a diverse percentuali 1 wt. % e 2 wt. %, e la malta di riferimento.

4.4. Miscela 2: NHL 5 + aggregato pozzolanico + fibre

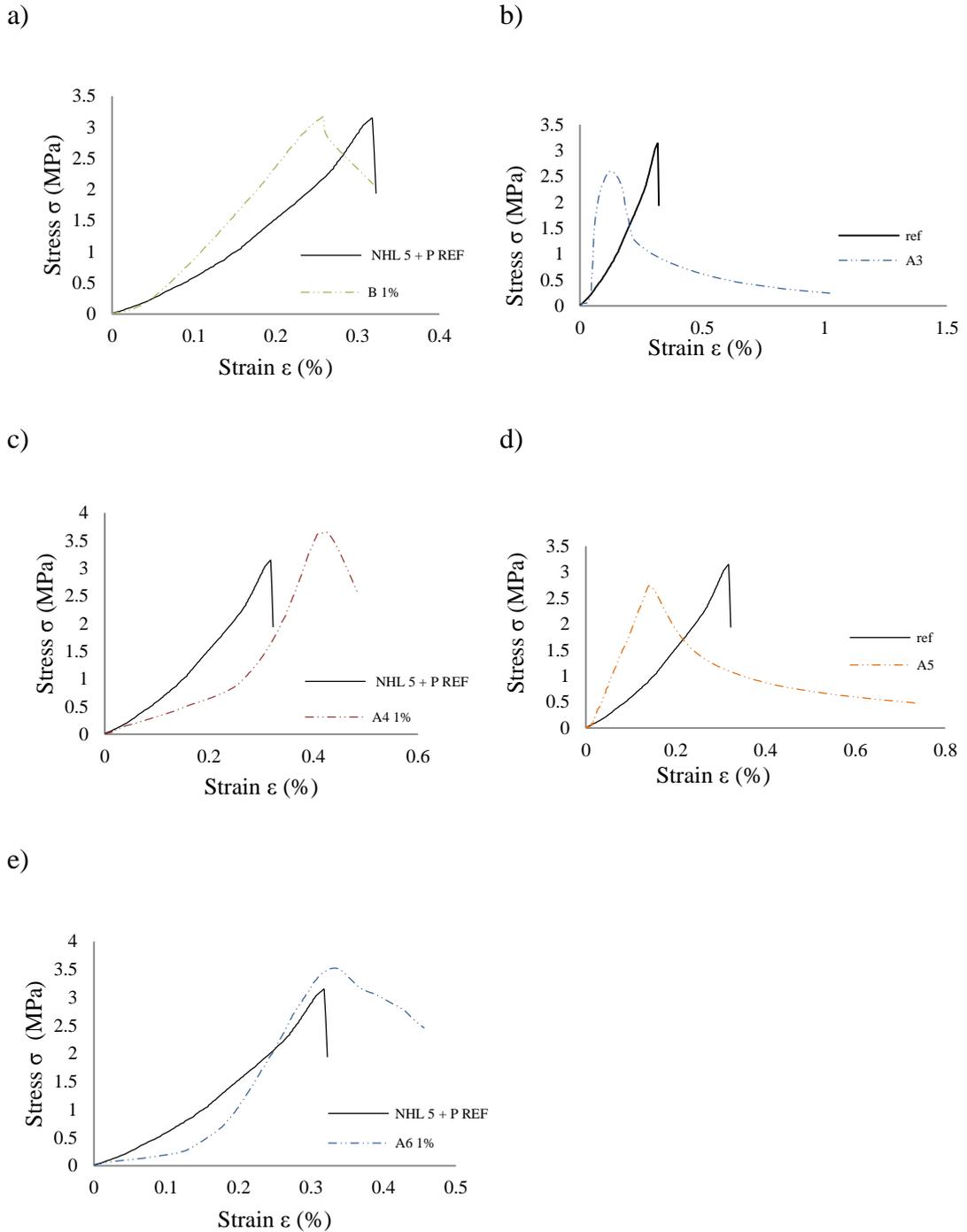


Figura 4.20. Curve tipiche di campioni rinforzati con diverse fibre all'1 wt.%, a) fibre B: sizing B, $D=13-19 \mu\text{m}$, $L= 6.4 \text{ mm}$; b) fibre A3: sizing 3, $D=13 \mu\text{m}$, $L= 6.4\text{mm}$; c) fibre A4: sizing 1, $D = 17 \mu\text{m}$, $L = 6.4\text{mm}$; d) fibre A5: sizing 2; $D = 17 \mu\text{m}$, $L = 6.4 \text{ mm}$; e) fibre A6, sizing 3, $D = 13 \mu\text{m}$, $L = 12.8 \text{ mm}$.

L'aggiunta dell'1% di fibre al NHL 5 e alle malte pozzolaniche porta ad un miglioramento delle caratteristiche meccaniche di tenacità, suggerendo un migliore comportamento post frattura. Inoltre, la stessa aggiunta non porta ad un miglioramento in termini del modulo di Young.

Tabella 4.11. Proprietà meccaniche a flessione di malte pozzolaniche e NHL indurite e rinforzate con fibre diverse all' 1% in peso.

<i>Campioni</i>	<i>Resistenza a Flessione σ (MPa)</i>	<i>Modulo di Flessione E (MPa)</i>
<i>NHL5 REF</i>	2.80 (0.39)	2072 (730)
<i>NHL5 + 1% chopped B</i>	3.08 (0.54)	1660 (389)
<i>NHL5 + 1% chopped A3</i>	2.50 (0.35)	1987 (120)
<i>NHL5 + 1% chopped A4</i>	3.64 (0.52)	2015 (416)
<i>NHL5 + 2% chopped A5</i>	2.87 (0.25)	1695 (332)
<i>NHL5 + 1% chopped A6</i>	3.54 (0.08)	2029 (465)

Nota: I valori riportati nelle parentesi sono deviazioni standard.

Il materiale ha una maggiore tenacità, e minore rigidità. Le malte rinforzate con fibre A4 e A6 mostrano anche un aumento della resistenza a rottura. Come visto per il NHL 5 e la miscela di sabbia, anche in caso di pozzolana, le fibre più lunghe garantiscono alle malte migliori proprietà meccaniche. Nella tabella 4.11 è evidenziata una prospettiva delle proprietà a flessione. I campioni rinforzati con le fibre B³, A4, A5, A6, mostrano una maggiore resistenza a rottura rispetto a quelle di riferimento.

³ $D = 13-17 \mu m$

In riferimento alla resistenza a compressione la tabella 4.12 mostra come l'aggiunta di fibre, indipendentemente dalla misura e dal sizing, non determini un notevole miglioramento delle caratteristiche meccaniche del campione rinforzato. Solo l'aggiunta di fibre B e A4 porta a un lieve aumento della resistenza a compressione. La sostituzione dell'aggregato con la pozzolana nella miscela permette il raggiungimento di carichi elevati di compressione rispetto alla miscela di sabbia. È meno chiaro il contributo dell'aggiunta di fibra per il cambiamento di resistenza a compressione, che, come menzionato

Tabella 4.12. Proprietà meccaniche di compressione di malte indurate rinforzate con fibre diverse.

Campioni	Resistenza a Compressione (MPa)
<i>NHL 5 + P REF</i>	8.14 (1.20)
<i>NHL 5 + P B</i>	8.75 (0.85)
<i>NHL 5 + P A3</i>	8.07 (0.76)
<i>NHL 5 + P A4</i>	8.56 (0.42)
<i>NHL 5 + P A5</i>	8.61 (0.17)
<i>NHL 5 + P A6</i>	7.60 (0.48)

Nota: I valori riportati nelle parentesi sono deviazioni standard.

precedentemente, risulta migliorare unicamente con l'aggiunta di fibre B e A4.

4.5 Assorbimento capillare di acqua e misure indirette di porosità

I materiali lapidei naturali o artificiali sono in generale porosi ed in quanto tali tendono ad assorbire acqua o soluzioni acquose per capillarità. In considerazione del degrado di un materiale lapideo e quindi della sua durabilità, è importante conoscere caratteristiche come ad esempio la forma e la dimensione dei pori, soprattutto la presenza di pori capillari. I pori di dimensioni capillari e più fini favoriscono l'assorbimento e quindi anche l'eventuale degrado di tipo gelo-disgelo o da cristallizzazione salina [15]. L'assorbimento di acqua è considerata una proprietà importante per le malte, soprattutto nel campo della conservazione dei beni culturali, dove il trasporto di sali solubili dipende anche dai meccanismi di risalita capillare. La ricerca di E. Bartali et al. (1999) ha portato a conclusioni che evidenziano la stretta correlazione tra i meccanismi di assorbimento e desorbimento di acqua e le caratteristiche porosimetriche [16]. Alcuni degli autori del precedente articolo, M.S. Barsottelli et al. (2001) studiando campioni di materiale artificiale da costruzione in relazione a campioni di materiale lapideo naturale mettono in evidenza attraverso dati sperimentali forti correlazioni tra il meccanismo di assorbimento d'acqua e le caratteristiche porosimetriche [17].

Per tanto seppure in forma indiretta attraverso l'osservazione dell'assorbimento di acqua è possibile ottenere informazioni utili sulla porosità del materiale.

Ciascun materiale ha una propria porosità specifica che ne determina le caratteristiche di resistenza termica e acustica e la propensione all'assorbimento di acqua. Mentre nei materiali a porosità chiusa il reticolo capillare è interrotto e risultano antigelivi e impermeabili, i materiali a porosità aperta hanno dei canali capillari che uniscono tra loro pori di maggiori dimensioni rendendo possibile la circolazione dei fluidi. Quindi la capacità di assorbimento di acqua risulta proporzionale alla porosità aperta. Materiali come la malta, laterizi e alcune rocce (tufi, calcari) presentano una porosità aperta in quanto hanno pori interconnessi per mezzo di canali capillari.

Una considerazione sulla porosità aperta di un materiale può essere facilmente ottenuta dalla differenza in peso di un campione portato a saturazione per immersione e il medesimo campione precedentemente preliminarmente portato a

peso costante in stufa [18, 19], ossia con un metodo ponderale. Considerando che la densità dell'acqua è $d=1\text{g}/\text{cm}^3$, si ricava il volume occupato dall'acqua assorbita rispetto al volume totale del campione. Anche S. Maria (2010) definisce il metodo di assorbimento di un liquido (acqua distillata) come rapido, “cost-effective” ed affidabile in quanto facilmente ripetibile [20]. Ovviamente essendo una misura che considera la sola porosità aperta è un'informazione parziale sulla porosità del campione e non fornisce informazioni sulla porosità assoluta dello stesso.

Inoltre aumentando il volume totale dei pori capillari si ha un incremento della probabilità che i pori siano connessi reciprocamente contribuendo in maniera determinante al flusso di acqua attraverso la matrice; un aumento del diametro dei pori più abbondanti e un maggiore coefficiente di permeabilità [21]. Si consideri che in caso di campioni con aggregato fine come quelli nel presente studio è prevista una leggera sovrastima della porosità [20].

I calcoli sull'assorbimento di acqua sono stati effettuati su campioni derivanti dalla prova meccanica di flessione a tre punti. La prova di assorbimento capillare è stata eseguita in conformità con la metodologia descritta nella norma UNI EN 1015-18: 2004 [22]. Sono stati integrati valori aggiuntivi in funzione del tempo da EN 15801: 2009 [23]. Il coefficiente di assorbimento capillare di acqua del materiale è stato calcolato come la pendenza della retta della fase iniziale della curva di assorbimento capillare. Nella curva è visibile come la differenza di assorbimento dei campioni rinforzati e di quelli di riferimento diminuisce con l'aumentare del tempo.

Si è deciso di non utilizzare il metodo della porosimetria a mercurio che in Normal 4/80 è indicata per la caratterizzazione fisica dei materiali lapidei naturali [24] poiché il campione da selezionare per questo tipo di prova non sarebbe stato significativo e rappresentativo vista la grande variabilità apportata dalle fibre alla porosità dei provini. Inoltre si cita l'articolo di S. Diamond (2000) in cui vengono espressi i limiti di questo tipo di tecnica nella determinazione della distribuzione dimensionale dei pori per sistemi cementizi [25].

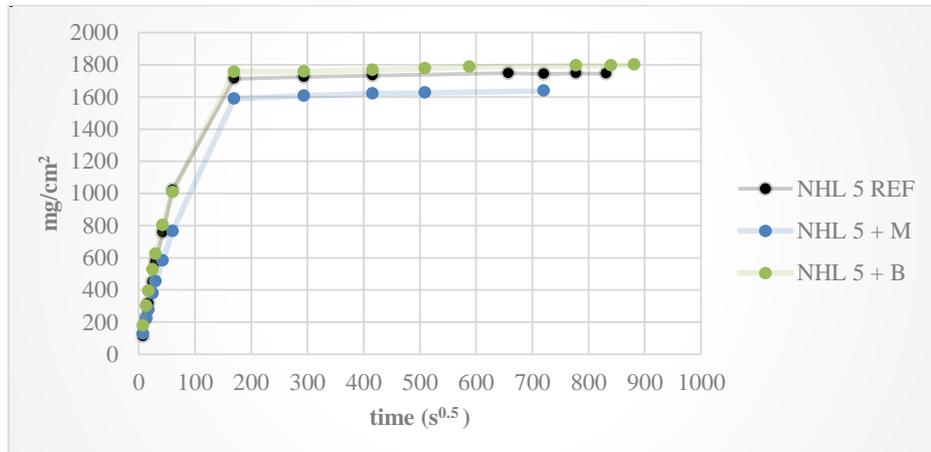
Le figure mostrano le diverse curve di assorbimento per i compositi con aggiunta di fibra rispetto alle malte pure.

Tabella 4.13. Coefficiente di assorbimento di acqua capillare ($\text{mg}/\text{cm}^2 \text{ s}^{0.5}$) per le tre diverse malte a base di calce idraulica e le due morfologie di fibre.

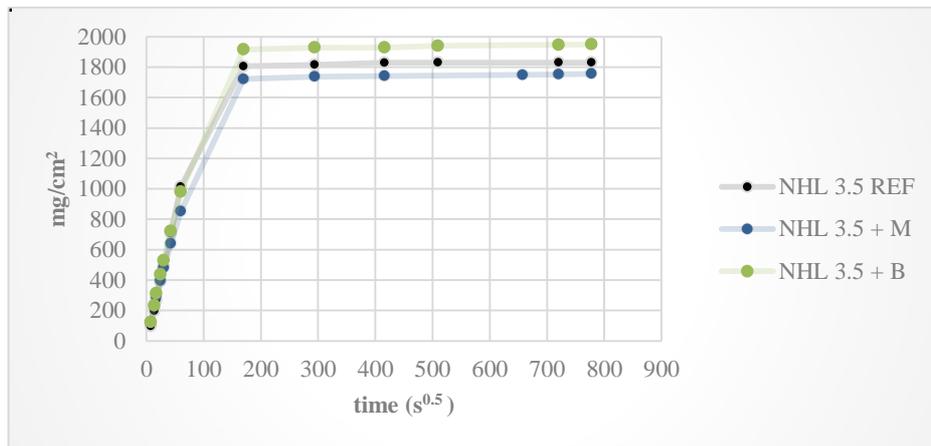
Campioni	Coefficiente di assorbimento di acqua capillare ($\text{mg}/\text{cm}^2 \text{ s}^{0.5}$)		
	REF	Milled	Chopped
NHL 3.5*	17.01	13.03	14.42
NHL 5	16.43	11.32	14.21
MCC*	11.14	7.20	8.58

Nota: I valori sono derivati dalle curve medie. (Santarelli et al. (2014) [2,3])

a)



b)



c)

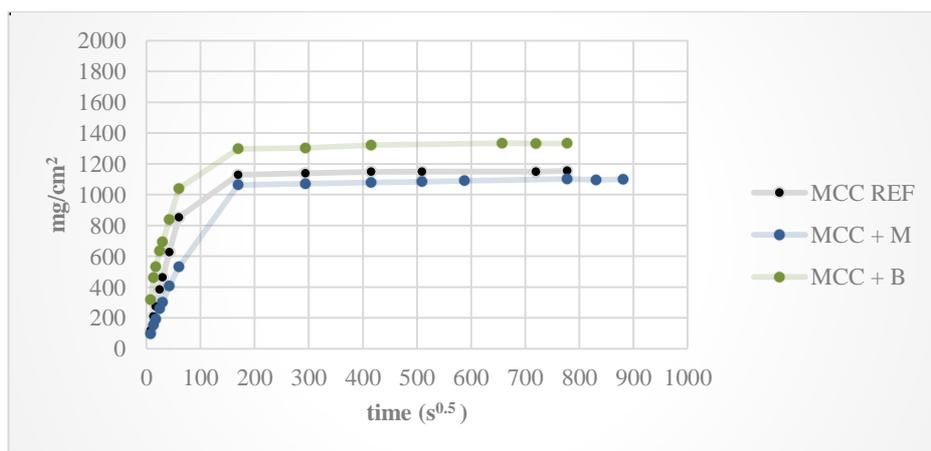


Figura 4.21. Curve medie di assorbimento di acqua capillare in funzione del tempo di assorbimento per malte rinforzate con fibra al 3% in peso. Leganti a) NHL 3.5*; b) NHL 5; c) MCC*. (*Santarelli et al. (2014) [2,3])

Per i campioni rinforzati è possibile osservare una diminuzione generale del coefficiente di assorbimento di acqua capillare. Questo può essere osservato nelle curve in figura 4.21, dove i campioni rinforzati con fibre milled mostrano valori inferiori di assorbimento per l'intera curva, rispetto ai campioni di riferimento. Quelli rinforzati con fibre chopped, diversamente, risultano essere sempre paragonabili o di poco inferiori nella cinetica dell'assorbimento. A saturazione invece valori leggermente superiori a quelli di riferimento e a quelli rinforzati con fibre milled.

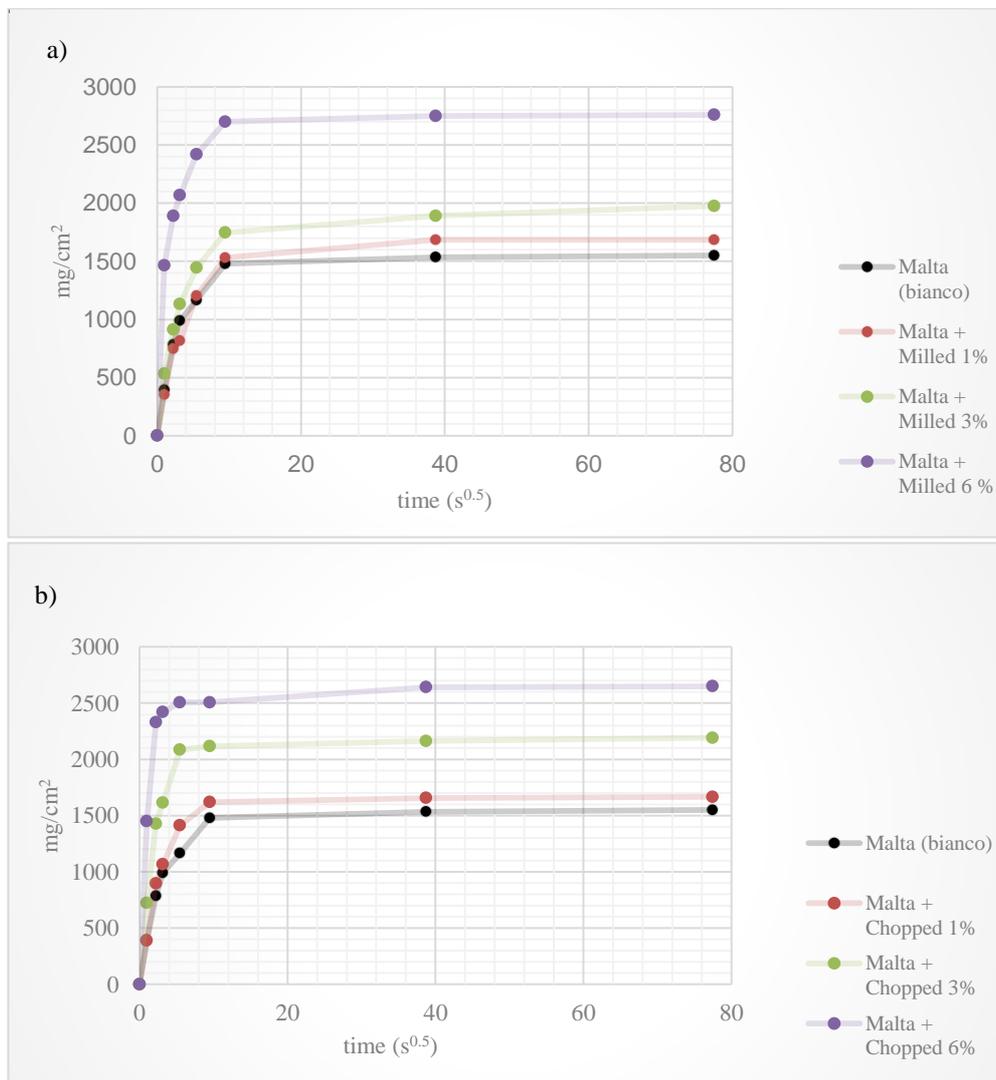


Figura 4.22. Curve medie di assorbimento di acqua capillare in funzione del tempo di assorbimento per malte a base di NHL 5 rinforzate con fibra milled (a) a diverse percentuali al 3% in peso e per malte rinforzate con fibre chopped (b) a diverse percentuali.

In figura 4.22 si possono osservare gli andamenti della quantità di acqua assorbita in funzione del tempo dai campioni con fibre a varie percentuali. Le curve presentano andamenti analoghi, in entrambi i casi la malta di riferimento mostra un assorbimento minore, che cresce all'aumentare di fibra addizionata.

Tabella 4.14. Coefficiente di assorbimento di acqua capillare ($\text{mg}/\text{cm}^2 \text{s}^{0.5}$) per due morfologie di fibre a diverse percentuali.

Percentuale di fibra nei campioni	Coefficiente di assorbimento di acqua capillare ($\text{mg}/\text{cm}^2 \text{s}^{0.5}$)	
	Milled	Chopped
REF	10.10	10.10
1%	10.86	10.74
3%	12.75	14.13
6%	23.73	17.01

Nota: I valori sono derivati dalle curve medie.

Le fibre chopped risultano essere più problematiche rispetto all'assorbimento di acqua capillare, e in generale verso la porosità del campione (si veda il capitolo 5 per la discussione dei risultati). In questo paragrafo viene preso in considerazione il confronto di assorbimento di acqua capillare e le osservazioni sulla porosità aperta di campioni rinforzati con questa morfologia di fibre.

Miscela 1: NHL5 + sabbia + fibre

Seguendo gli stessi criteri dei paragrafi precedenti, i campioni rinforzati con fibre delle stesse dimensioni e diversi sizing sono raggruppati in un unico gruppo, le cui curve di assorbimento di acqua capillare vengono riportate nella figura 4.19.

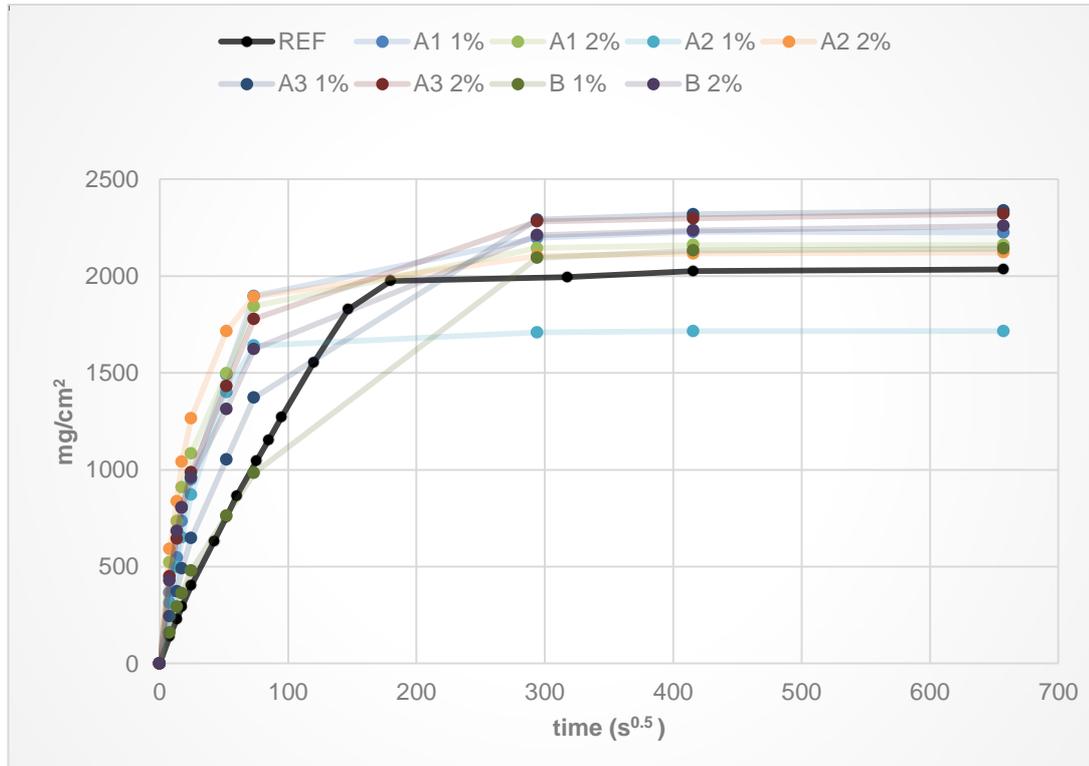


Figura 4.23. Curve medie di assorbimento di acqua capillare in funzione del tempo per campioni rinforzati con fibre di dimensioni uguali $D = 13 \mu\text{m}$, $L = 6.4 \text{ mm}$ e diversi sizing: a) fibre A1: sizing 1; b) fibre A2 f: sizing 2; c) fibre A3: sizing 3; d) fibre B, sizing B. (Quattrococchi et al. (2015) [9]).

Come da comportamento meccanico (sia a flessione che a compressione) dove le prestazioni migliori si sono rivelate essere quelle dei provini rinforzati con fibre di sizing B, (gli unici che con l'1% in peso mantengono il valore del coefficiente uguale a quello di riferimento), seguiti da fibre con sizing 3, A3, dove l'aumento risulta modesto rispetto agli altri campioni. Al contrario, il coefficiente di assorbimento capillare risulta essere più alto per i campioni di sizing 2, ossia A2, particolarmente con aggiunte del 2%. Questa differenza e questo comportamento peculiare possono essere associati alla dispersione delle fibre nelle matrici.

Tabella 4.15. Coefficiente di assorbimento di acqua capillare ($\text{mg}/\text{cm}^2 \text{s}^{0.5}$) per campioni rinforzati con fibre di dimensioni uguali (anche in G. Quattrococchi et al (2015) [9]).

Campioni	Coefficiente assorbimento di acqua capillare ($\text{mg}/\text{cm}^2 \text{s}^{0.5}$)
NHL 5 REF	14.29
NHL 5 + A1 1%	25.59
NHL 5 + A1 2%	30.27
NHL 5 + A2 1%	26.23
NHL 5 + A2 2%	30.27
NHL 5 + A3 1%	19.65
NHL 5 + A3 2%	25.59
NHL 5 + B 1%	14.28
NHL 5 + B 2%	23.13

Nota: I valori sono derivati dalle curve medie.

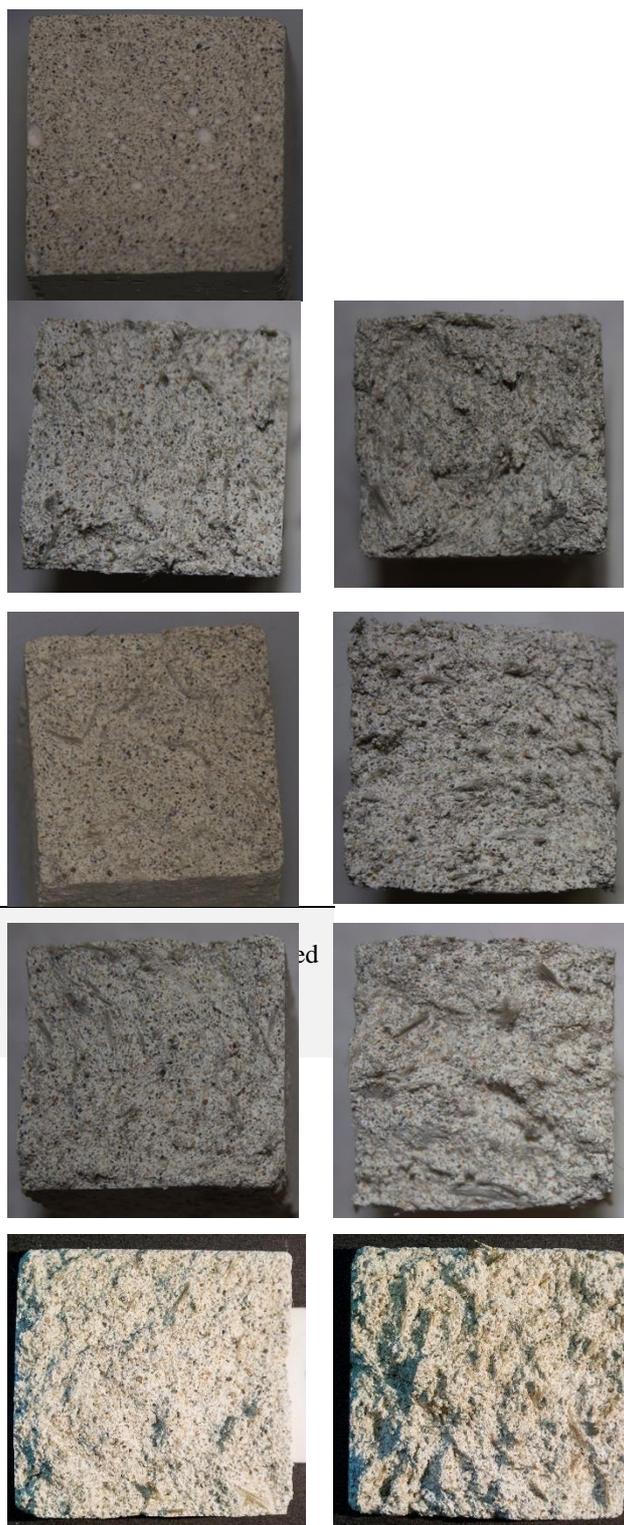


Figura 4.24. Superfici fratturate dei vari tipi di campioni rinforzati con fibre di dimensioni uguali (Da sinistra in alto. REF; A1 1%; A1. 2%; A2. 1%; A2. 2%; A3. 1%; A3. 2%; B. 1%; B 2%) (G. Quattrococchi et al (2015) [9]).

Nelle figure 4.24-4.28 sono riportate fotografie macro delle superfici fratturate derivate dai test di flessione e oggetto del test di assorbimento, da dover confrontare con le tabelle 4.15-4.17 dei coefficienti di assorbimento di acqua capillare. Queste superfici di frattura mostrano delle differenze nella dispersione di fibra, che è più rilevante per le fibre di dimensioni diverse (figura 4.24).

La figura 4.25 riassume il comportamento medio dei compositi, nel caso di fibre aventi un diverso diametro e fibre con diversa lunghezza. Si può notare un aumento complessivo dell'indice di assorbimento di acqua capillare, in particolare in caso di aggiunta corrispondente al 2% in peso. I campioni A4 e A5 (quelli con diametro maggiore rispetto al primo gruppo) mostrano quasi gli stessi valori del coefficiente per la parte lineare delle curve. Ma i campioni A4 2% risultano avere un maggiore e un più veloce assorbimento, dopo il primo tratto. I campioni A6 all'1% in peso presentano un aumento meno costante di assorbimento di acqua capillare, soprattutto nella parte lineare della curva e quindi in termini di cinetica dell'assorbimento.

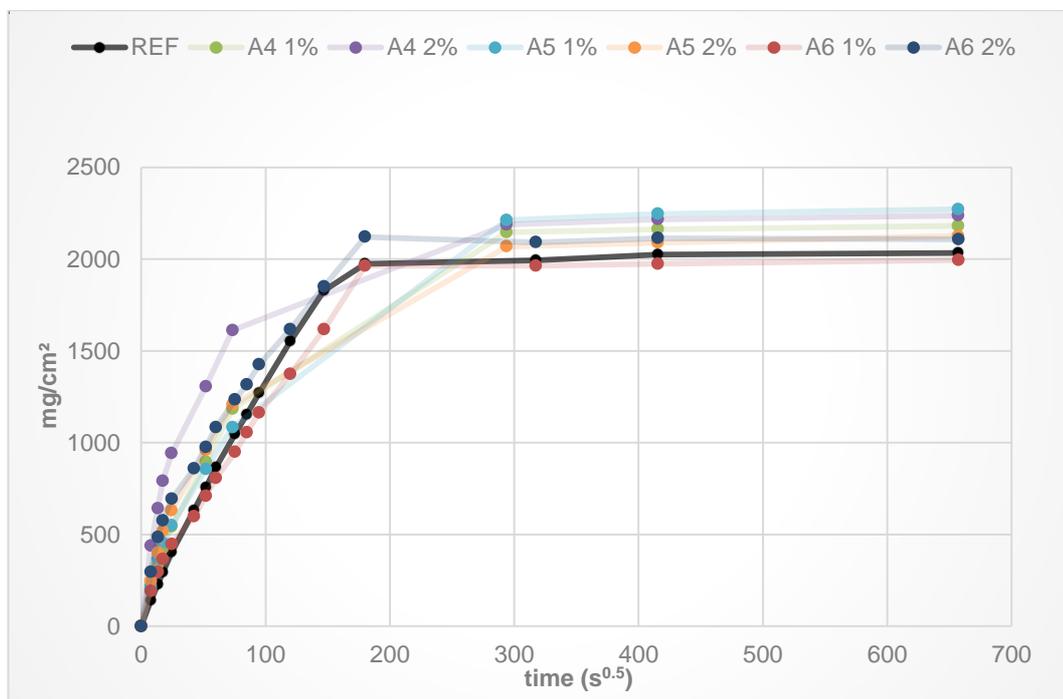


Figura 4.25. Curve medie di assorbimento di acqua capillare in funzione del tempo per campioni rinforzati con fibre di dimensioni diverse, a) Fibre A4: sizing 1, $D = 17 \mu\text{m}$, $L = 6.4\text{mm}$; b) Fibre A5: sizing 2; $D = 17 \mu\text{m}$, $L = 6.4\text{mm}$; c) Fibre A6, sizing 3, $D = 13\mu\text{m}$, $L = 12.8 \text{ mm}$.

Nel capitolo 5 verrà discussa un'analisi sui meccanismi di distribuzione, ma nella figura 4.26 è possibile riconoscere le fotografie macro delle superfici di frattura dei campioni appartenenti a questo gruppo.

Tabella 4.16. Coefficiente di assorbimento di acqua capillare ($\text{mg}/\text{cm}^2 \text{s}^{0.5}$) con campioni rinforzati con fibre di dimensioni diverse.

<i>Campioni</i>	<i>Coefficiente di assorbimento di acqua capillare ($\text{mg}/\text{cm}^2 \text{s}^{0.5}$)</i>
<i>NHL 5 REF</i>	14.29
<i>NHL 5 + A4 1%</i>	25.59
<i>NHL 5 + A4 2%</i>	30.27
<i>NHL 5 + A5 1%</i>	26.23
<i>NHL 5 + A5 2%</i>	30.27
<i>NHL 5 + A6 1%</i>	19.65
<i>NHL 5 + A6 2%</i>	25.59

Nota: I valori sono derivati dalle curve medie.



Figura 4.26. Superfici fratturate dei vari tipi di campioni rinforzati con fibre di diverso diametro o lunghezza. (Iniziando da sinistra in alto. REF; A4 1%; A4. 2%; A5. 1%; A5. 2%; A6. 1%; A6. 2%).

Miscela 2: NHL5 + aggregato pozzolanico+ fibre

Nella figura 4.27 è possibile confrontare le curve di assorbimento di acqua in funzione del tempo con le malte a base NHL 5 e di pozzolana. I coefficienti sono riportati nella tabella 4.17. I campioni rinforzati mostrano un maggiore coefficiente di assorbimento capillare di almeno due volte rispetto alla malta di riferimento. Si può notare inoltre un aumento della quantità di acqua assorbita, in particolare per A3, il cui comportamento porta a valori più elevati e all'aumento più costante di assorbimento di acqua. Tale aumento di porosità suggerirebbe per l'aggiunta di questo tipo di fibre il maggiore incremento di porosità aperta.

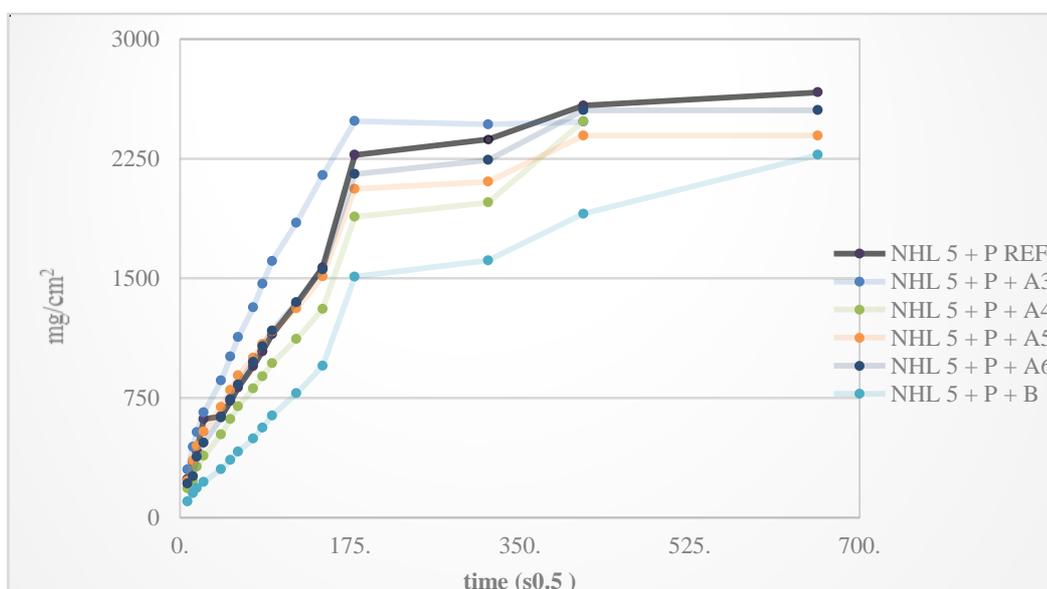


Figura 4.27. Curve medie di assorbimento di acqua capillare in funzione del tempo di curve di assorbimento per campioni rinforzati con fibre diverse all'1% in peso, a) Fibre B: sizing B, $D=13-19 \mu\text{m}$, $L=6.4 \text{ mm}$; b) Fibre A3 : sizing 3, $D=13 \mu\text{m}$, $L=6.4 \text{ mm}$; c) Fibre A4: sizing 1, $D=17 \mu\text{m}$, $L=6.4 \text{ mm}$; d) Fibre A5: sizing 2; $D=17 \mu\text{m}$, $L=6.4 \text{ mm}$; e) Fibre A6, sizing 3, $D=13 \mu\text{m}$, $L=12.8 \text{ mm}$; f) REF. .

Tabella 4.17. Coefficiente di assorbimento di acqua capillare ($\text{mg}/\text{cm}^2 \text{ s}^{0.5}$) per malte NHL 5 + pozzolana, rinforzate con fibre diverse.

Campioni	Coefficiente di assorbimento di acqua capillare ($\text{mg}/\text{cm}^2 \text{ s}^{0.5}$)
NHL 5 + P REF	4.33
NHL 5 + P +B 1%	14.59
NHL 5 + P A3 1%	17.58
NHL 5 + P A4 1%	10.90
NHL 5 + P A5 1%	13.25
NHL 5 + P A6 1%	14.04

Nota: I valori sono derivati dalle curve medie



Figura 4.28. Superfici fratturate dei vari tipi di campioni rinforzati con fibre di diverso diametro e lunghezza (iniziando da sinistra in alto REF; B 1%; A3. 1%; A4. 1%; A5. 1%; A6. 1%).

La dispersione delle fibre può essere osservata nella figura 4.28; come è possibile vedere questa caratteristica è assolutamente non omogenea, comportando ulteriori difficoltà nella fase di miscelazione con conseguente creazione di vuoti e pori di dimensioni e forma differenti. L'aggregato variamente classato porta inoltre ad uno scalino nell'assorbimento non riscontrabile nei campioni della prima miscela.

4.6 Riferimenti bibliografici

- [1] UNI EN 1015-11: 2007. Metodi di prova dei per malte per opere murarie- parte 11: Determinazione della resistenza a flessione e a compressione della malta indurita, 2007.
- [2] M.L. Santarelli, F. Sbardella, M. Zuena, J. Tirillò, F. Sarasini, *Basalt fiber reinforced natural hydraulic lime mortars, A potential bio-based material for restoration*, Materials and Design, 63, 398–406, 2014.
- [3] M.L. Santarelli, F. Sbardella, M. Zuena, M. Albé, G. Quattrococchi, J. Tirilló, M. Valente, F. Sarasini, *Malte più performanti con le fibre di basalto*, Compositi Magazine, 7-16, Settembre 2014 (on-line Tecneditedizioni.it).
- [4] B. Davide Petriaggi, C. D’Angelo, D. Gennari, V. Angeletti Latini, A. El-Turki, M. L. Santarelli, F. Bontempi, S. Arangio, G. Quattrococchi , M. Zuena, *Innovative materials to restore mosaic pavements of the Roman villa of Silin (Leptis Magna- Libya)*, the 12th Conference of the International Committee for the Conservation of Mosaics, Sassari – Alghero, October 2014-November 2014.
- [5] S. Arangio, F. Bontempi, M.L. Santarelli, M. Zuena, B. Davide Petriaggi, A. El Turki, *Structural design of new panels for the mosaics of Villa of Silin, Leptis Magna: Part 1 – Design strategy*, Atti del Convegno IF CRASC '15, Rome, 14/16 May 2015.
- [6] S. Arangio, F. Bontempi, M.L. Santarelli, G. Quattrococchi, B. Davide Petriaggi, A. El Turki, F. Olini, *Structural design of new panels for the mosaics of Villa of Silin, Leptis Magna: Part 2 – Experimental investigation*, Atti del Convegno IF CRASC '15 -, Rome, 14/16 May 2015.

[7] G. Borino, B. Failla, F. Parrinello, *Un modello di danno non locale per l'analisi a collasso di strutture di materiale quasi-fragile*, Atti del XVI Convegno Nazionale del Gruppo Italiano Frattura, Catania, Giugno 2002, Editore Gruppo Italiano Frattura.

[8] G. Quattrociochi, M. Albé, J. Tirilló, F. Sarasini, M. Valente, M.L. Santarelli, *Basalt fibres as a sustainable reinforcement for cement based mortars: preliminary study*, Material Characterisation VII, 109-120, 2015.

[9] G. Quattrociochi, J. Tirilló, F. Sarasini, M. Valente, M.L. Santarelli, *Basalt fiber as reinforcement for lime-based mortars*, First International Conference on Bio-based Building Materials, Clermont-Ferrand, France, June 22nd - 24th, 2015.

[10] A.M. Brandt, "Cement-based Composites: Materials, Mechanical Properties and Performance", Routledge, 2009.

[11] ASTM C 1018-90, Standard Test Method for Flexural Toughness and First Crack Strength of Fiber Reinforced Concrete (using Beam with Third-Point Loading (4.02), American Society of Testing and Materials, Philadelphia, 1990.

[12] ASTM C1018-97, Standard Test Method for Flexural Toughness and First-Crack Strength of Fiber-Reinforced Concrete (Using Beam With Third-Point Loading) (Withdrawn 2006), ASTM International, West Conshohocken, PA, 1997

[13] N. Banthia, J.-F. Trottier, Test Methods for Flexural Toughness Characterization of Fiber Reinforced Concrete: Some Concerns and a Proposition, ACI Journal, 92-M06, Jan-Feb. 1995.

[14] D. P. Dias, C. Thaumaturgo, *Fracture toughness of geopolymeric concretes reinforced with basalt fibers*, Cement & Concrete Composites 27, 49–54, 2005.

-
- [15] L. Lazzarini, M. Laurenzi Tabasso, “Il restauro della pietra”, 12, 43-53, CEDAM, 1986.
- [16] E. Bartali, G. Cellai, G. Cinotti, M.S. Barsottelli, F. Fratini, C. Manganelli Del Fà, *Comportamento igrometrico di materiali lapidei artificiali*, *Costruire in laterizio* 70, 64-71, 1999.
- [17] M.S. Barsottelli, F. Fratini, C. Manganelli Del Fà, *The hygrometric behaviour of some artificial stone materials*, *Materials and structures RILEM Publications*, 211-216, 2001.
- [18] P. Gasparoli, C. Talamo, “Manutenzione e recupero. Criteri, metodi e strategie per l'intervento sul costruito”, 95-97, Alinea Editrice, 2006
- [19] A. Salemi, “Il recupero e la conservazione delle fabbriche tradizionali: Le patologie da umidità”, 34-36, Gangemi Editore, 2016.
- [20] S. Maria, *Methods for porosity measurement in lime-based mortars*, *Construction and Building Materials* 24, 2572–2578, 2010.
- [21] L. Coppola, “Concretum”, Mondadori, 2007.
- [22] UNI EN 1015-18, 2004. Metodi di prova per malte per opere murarie - Determinazione del coefficiente di assorbimento d'acqua per capillarità della malta indurita; 2004.
- [23] EN 15801:2009. Conservation of cultural property – test methods – determination of water absorption by capillarity; 2009.

[24] Normal 4/80. Caratterizzazione fisica dei materiali lapidei naturali: Distribuzione del Volume dei Pori in Funzione del loro Diametro; 1980.

[25] S. Diamond, *Mercury porosimetry: An inappropriate method for the measurement of pore size distributions in cement-based materials*, Cement and Concrete Research 30, 10, 1517-1525, 2000.

Capitolo 5. Discussione dei risultati

Le proprietà meccaniche di malte addizionate con fibre corte di basalto distribuite in maniera casuale sono state studiate con lo scopo di comprendere il meccanismo con cui la fibra influenza le proprietà del composito in funzione della morfologia, del contenuto, e del sizing; l'assorbimento di acqua capillare è stato utilizzato come un ulteriore parametro per comprendere parzialmente la porosità del materiale. Le osservazioni morfologiche sono state effettuate mediante l'utilizzo del microscopio ottico e microscopio elettronico a scansione (Philips XL 40, FESEM Zeiss Auriga, Hitachi S 2500) in seguito a preliminare metallizzazione con oro, per spiegare l'interazione tra fibra e matrice, in particolare per osservare le propagazioni della frattura. Sono stati utilizzati diverse quantità, sizing, diametri, lunghezze, e tipi di fibre.

Per quanto concerne la tenacità, messa in evidenza nelle prove meccaniche a flessione, i meccanismi sono stati osservati in accordo con le teorie espresse da J. Kim e Y. Mai [1] che nel 1998 hanno pubblicato un intero volume sull'interfaccia fibra matrice. Secondo gli autori le varie origini di tenacità a frattura nei compositi possono essere caratterizzate considerando una sequenza di fenomeni microscopici di frattura, che conseguono nella propagazione macroscopica delle cricche in campioni sottoposti all'aumento costante di carico.

Le cricche possono propagarsi nei compositi in modo preferenziale lungo la fibramatrice e le interfacce laminari (splitting longitudinale) o in maniera trasversale proprio attraverso la fibra e la matrice (cricche trasversali) a seconda delle proprietà dell'interfaccia rispetto a fibra e matrice.

Nella figura 5.1 è mostrato un modello micro-composito sulla base di quello di Kim e Mai (1998) con i singoli micro-meccanismi di tenacità [1].

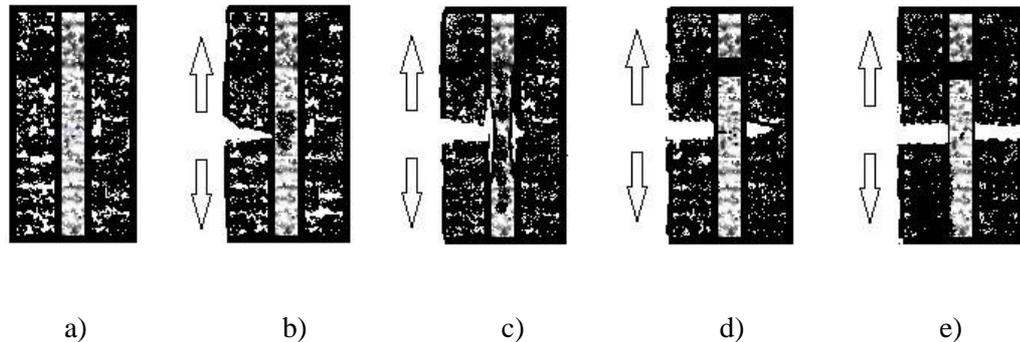


Figura 5.1. Modello di interazione cricca-fibra in un composito unitario. a) Nel composito non fessurato, la fibra è fortemente adesa alla matrice. b) Una cricca della matrice è fermata dalla fibra. Aumentare il carico permette alla cricca di passare attorno alla fibra senza rompere il legame interfacciale. c) Il taglio interfacciale e la contrazione laterale della fibra risultano nel debonding e un ulteriore incremento dell'estensione della cricca. (d) In seguito ad un notevole debonding la fibra si rompe in un punto debole all'interno della matrice e avviene un'ulteriore estensione della cricca. e) Avviene il pull out della fibra rotta nonostante il grip esercitato dalla matrice se si verifica una separazione totale del composito.

Quando una cricca presente nella matrice si avvicina ad una fibra isolata, si possono verificare i seguenti meccanismi di frattura:

- (1) frattura della matrice,
- (2) debonding all'interfaccia fibra-matrice,
- (3) attrito post-debonding,
- (4) frattura della fibra,
- (5) redistribuzione dello stress,
- (6) pull-out della fibra.

Ciascuno di questi meccanismi tranne la frattura delle fibre e della matrice risulta come diretta conseguenza della rottura per taglio interfacciale fibra-matrice.

Questo a dimostrazione di un'imperfezione nel legame tra di loro. Allo stesso tempo, il bridging della fibra, la deviazione e la biforcazione della cricca e il micro-cracking si verificano a seconda della forza dei componenti in confronto a

quelle dell'interfaccia, della microstruttura dei componenti dei composti, e della disposizione del carico della struttura del composito.

Un legame debole all'interfaccia è svantaggioso per alcune proprietà meccaniche, in maniera particolare per la resistenza a compressione longitudinale e la resistenza a trazione trasversale. Tuttavia un'interfaccia debole potrebbe avere l'effetto migliorativo di aumentare la stabilità nella crescita della cricca, permettendo ai sopracitati meccanismi di frattura di avvenire in maniera più rapida ed estesa.

La capacità del materiale composito di fermare le cricche attraverso lo splitting longitudinale, contribuisce al miglioramento complessivo nell'assorbimento di energia e, quindi, nella tenacità alla frattura, con una sostanziale riduzione della concentrazione dello sforzo prima della cricca, permettendo alle fibre di sostenere livelli più elevati di carico prima della frattura. Tutti questi meccanismi di microfrattura visti sopra possono essere applicati, in teoria, alla maggior parte dei composti con fibre corte.

Secondo gli stessi autori, per composti con matrici polimeriche, ceramiche, metalliche e cementizie, considerando ogni particolare sistema fibra-matrice avente caratteristiche peculiari di per sé, e tenendo conto, inoltre, di una possibile discrepanza nel tempo in cui si verificano questi fenomeni. Uno dei meccanismi che concorrono alla determinazione della tenacità potrebbe essere più rilevante rispetto agli altri, il che implica che non può essere applicata una semplice teoria unificata per prevedere la tenacità alla frattura di tutti i tipi di composti con fibre.

Un confronto dei valori di NHL 5 con quanto indicato da Santarelli et al. (2014) [2, 3] evidenzia che per quanto riguarda le proprietà meccaniche delle malte, i valori dei campioni NHL 3.5 e NHL 5 sono risultati paragonabili per resistenza a flessione, per modulo di Young e per resistenza a compressione, nonostante la casa produttrice ne indicasse differenze nei test a 28 giorni [4, 5]; mentre i campioni MCC hanno mostrato una resistenza a flessione leggermente inferiore, probabilmente a causa della partecipazione di ulteriori aggregati al premiscelato.

Riguardo ai campioni NHL 5, un incremento delle proprietà meccaniche a flessione è risultato essere maggiore con l'aggiunta di fibre chopped, mentre, nei

campioni NHL 3.5, la presenza di questo tipo di fibre non ha mostrato gli stessi risultati di miglioramento della resistenza a flessione. Per le fibre milled, si è verificato un effetto opposto, i campion NHL 5 sono risultati essere leggermente influenzati in maniera negativa, mentre i campioni NHL 3.5 mostrano un incremento sia nella resistenza a flessione che nel modulo di Young.

I campioni MCC hanno mostrato un leggero aumento nella resistenza a flessione con l'aggiunta di fibre milled, e una leggera diminuzione con l'aggiunta di fibre chopped, il modulo di elasticità risulta essere sempre inferiore rispetto a quello di riferimento.

Tutte le malte di riferimento mostrano una curva di sforzo-deformazione fragile, mentre quelle rinforzate con fibre chopped mostrano un comportamento quasi-fragile con un evidente softening post-picco a prescindere dal tipo di legante. Questo comportamento è stato confermato anche dove la resistenza a flessione risultava aumentare sia con le fibre milled che le fibre chopped, ma l'effetto di tenacità è risultato evidente solo nel caso di fibre chopped. I risultati per le malte NHL 5 non differiscono da quanto precedentemente evidenziato da M. L. Santarelli et al. (2014) [2, 3].

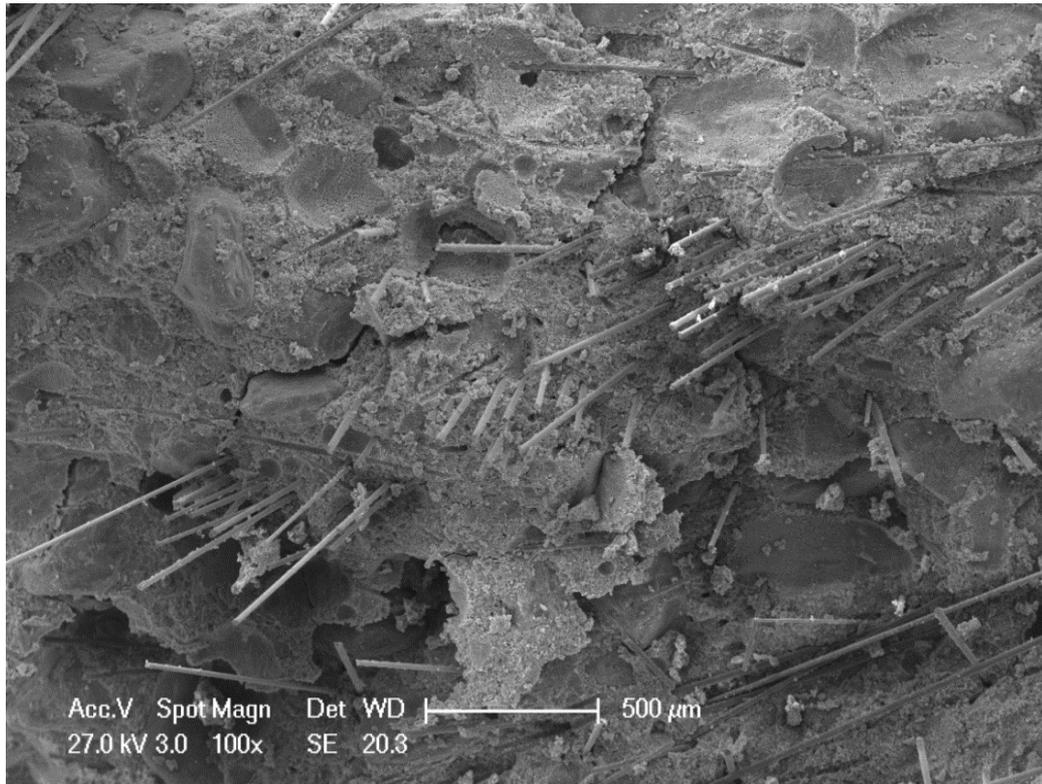
Le fibre chopped, nonostante una diminuzione nella resistenza a flessione per le matrici NHL 3.5 e MCC, hanno mostrato un evidente effetto di tenacità.

La figura 5.2 a) mostra le superfici a frattura delle malte a base di NHL 5 rinforzato con fibre chopped di tipo B in cui si mettono in evidenza i meccanismi che avvengono nella propagazione della cricca. In Santerelli et al (2014) [2, 3] gli stessi meccanismi sono riscontrabili per i campioni di malte a base di NHL 3.5, e per il campione di MCC sempre rinforzato con fibre chopped, dimostrando, almeno per malte a base di calce idraulica naturale analogie comportamentali.

I campioni a base di NHL rinforzati con fibre B sono caratterizzati da un ampio pull-out se paragonati ai campioni rinforzati con fibre milled dove sono visibili particelle di matrice sulle fibre, indicando un livello sufficiente di adesione tra la fibra e la matrice.

Le fibre milled, se non preliminarmente disperse in acqua (si veda capitolo 3, paragrafo 3.1.1), possono formare “pacchetti” di fibre come visibile nella figura 5.2 b), diminuendo la resistenza meccanica del composito. Questo può essere paragonato alla superficie relativamente liscia delle fibre chopped (figura 5.2 a)). Tale comportamento, probabilmente attribuito alle differenze di trattamento della superficie delle diverse fibre di basalto, può spiegare l'effetto diverso sulla resistenza a flessione dei relativi compositi.

a)



b)

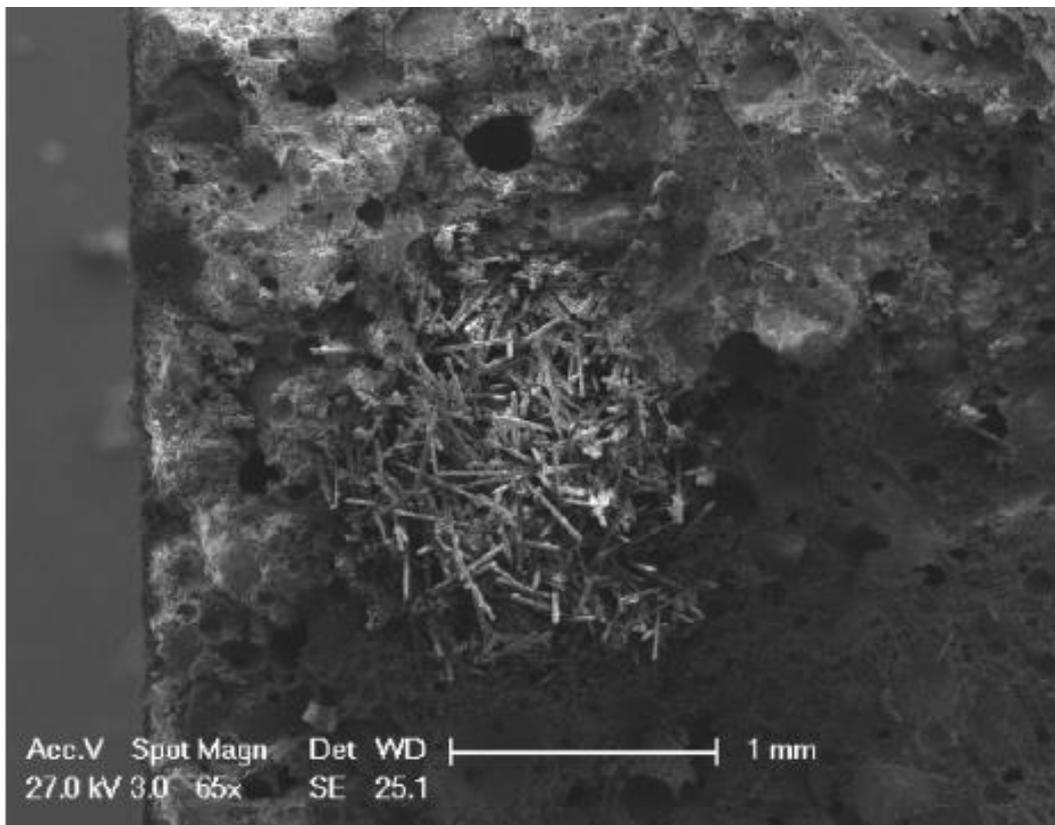


Figura 5.2. Micrografie SEM of a), campioni NHL5 + B; b) campioni NHL5 + M

Il dominio interfacciale fibra/matrice è una componente determinante di compositi di matrice ceramica fibrorinforzati.

Quando il composito è sottoposto a vari modi di crisi, sussiste il formarsi primario di microfessurazioni che solo in un secondo momento per coalescenza formano macrofessurazioni per tanto inizialmente il progredire delle microfessurazioni non è impedito da fibre di dimensioni maggiori (chopped) che al contrario possono risultare efficaci post formazione delle macro-cricche fermandone la propagazione ed incrementando la tenacità del composito.

M. L. Santarelli et al. (2014) [2, 3] avendo avuto modo di studiare entrambe le morfologie di fibre, illustrano come all'utilizzo di fibre relativamente piccole, esse possano creare dei ponti tra le microcricche (bridging), dal momento che per un dato volume queste fibre sono molto più vicine. La presente ricerca si discosta da tali risultati, in linea di massima non si riscontra che fibre più piccole di tipo milled possano migliorare significativamente la resistenza del composito rispetto a fibre corte di tipo chopped, in più le prime non portano ad evidenti effetti di tenacità (5.2 a)).

In accordo con M.L. Santarelli (2014) [2, 3] ed in contrasto con F. Iucolano et al. [6], la resistenza a compressione nella fase preliminare della ricerca non è risultata diminuire per le malte a base NHL rinforzate con fibre basalto (nel caso di Iucolano anche con fibre di vetro) in maniera drastica, i risultati sperimentali evidenziano il ruolo positivo che le fibre di basalto hanno avuto nel migliorare la resistenza a compressione delle malte. Vi è da dire che, come ampiamente evidenziato da N. Kabay (2014), nello studio di calcestruzzi fibrorinforzati con varie fibre tra cui la fibra di basalto si assiste alla stessa ampia variazione di dati, con risultati contrastanti [7]. In diversi degli esempi da lui riportati, si assiste al miglioramento o peggioramento delle proprietà a compressione per aggiunta di varie fibre, tanto da portare alla considerazione se tale modifica delle proprietà del calcestruzzo sia da considerare significativa, pur vero è che gli articoli citati da Kabay utilizzano fibre diverse (D. P. Dias e C. Thaumaturgo (2005) [8] fibra di basalto con peggioramento delle proprietà a compressione, sia F. Altun et al. (2007) [9], sia P.S. Song e S. Hwang [10], fibra d' acciaio, con resistenza a compressione che peggiora nel primo caso e migliora nel secondo, e Z.Z Sun e

Q.W. Xu [11] fibre di polipropilene con leggero miglioramento) e matrici diverse (calcestruzzo geopolimerico, calcestruzzo ad alta resistenza, calcestruzzo normale – senza valutare le differenze granulometriche dell'aggregato e il contenuto d'acqua di miscela) per cui un confronto deve necessariamente considerare che i risultati possono risentire di una serie di influenze non direttamente connesse con i parametri morfologici o con la natura della fibra stessa. Anche nel caso di Santarelli et al. [3,4] e di Iucolano et al. [6] si evidenziano differenze nella matrice (aggiunta di un additivo per rendere la malta più lavorabile nel caso di Iucolano che non è presente nel caso di Santarelli ad es., per non parlare del diverso rapporto legante-aggregato).

Il confronto con dati ottenuti a partire da differenti malte permette di evidenziare analogie del comportamento fibra matrice anche con leganti diversi. Un ulteriore confronto può essere fatto con due diverse matrici cementizie rinforzate con fibre di tipo milled e di tipo chopped, in tabella 5.1 si riportano i valori delle resistenze a flessione e compressione di due diverse malte a base di cemento Portland al calcare. Come visibile, per basse percentuali di fibre si riscontrano valori di resistenza a flessione confrontabili tra fibre milled e fibre chopped, anche se complessivamente, le fibre milled sembrano offrire migliori proprietà rispetto a quelle chopped, con un andamento decrescente all'aumentare del contenuto della fibra per compositi a base PIIA. Il modulo di flessione è risultato diminuire con l'aggiunta di fibre di basalto, ma in misura minore nel caso di fibre chopped. Anche in questo caso un andamento decrescente è stato ottenuto con l'aumentare del contenuto della fibra. Come conclusione generale, le fibre di basalto hanno influenzato anche il comportamento elastico delle malte studiate.

Per quanto riguarda i campioni PIIB, i dati mostrano che l'aggiunta di fibre di basalto hanno provocato una diminuzione generale nelle resistenze a compressione e a flessione delle malte, indicando una relazione tra il comportamento della fibra e il legante utilizzato. In generale, l'aggiunta di fibre milled ai campioni PIIA in basse percentuali porta ad aumento del modulo di flessione, e provoca una diminuzione delle proprietà di resistenza a flessione in misura minore rispetto alle fibre chopped.

Per quanto riguarda i campioni PIIB, la presenza di fibre milled ad un contenuto inferiore, vale a dire all'1% in peso, ha portato all'aumento elevato della resistenza a flessione della malta di riferimento; anche le altre percentuali mostrano un aumento rispetto al riferimento, ma inferiore rispetto a quello dovuto con l'aggiunta dell'1 wt. %. L'aggiunta di percentuale bassa (1% in peso) si traduce in un buon incremento della resistenza a compressione.

Tabella 5.1. Proprietà meccaniche di malte a base di cemento Portland al calcare indurite

<i>Campioni</i>	<i>Resistenza a flessione σ (MPa)</i>	<i>Modulo a flessione E (MPa)</i>	<i>Resistenza a compressione (MPa)</i>
<i>PIIA REF</i>	6.61 (0.46)	3459 (394)	25.96 (1.47)
<i>PIIA + M 1%</i>	5.39 (0.65)	3648 (113)	17.94 (1.57)
<i>PIIA + M 2%</i>	5.41 (0.31)	3663 (165)	10.42 (1.47)
<i>PIIA + M 3%</i>	3.64 (0.33)	2770 (174)	11.25 (1.77)
<i>PIIA + M 6%</i>	3.64 (0.14)	2010 (218)	12.80 (3.90)
<i>PIIA + B. 1%</i>	5.20 (0.35)	2573 (212)	19.06 (2.54)
<i>PIIA + B. 2%</i>	7.78 (0.58)	5594 (1249)	20.67 (3.91)
<i>PIIA + B. 3%</i>	3.85 (0.48)	1925 (42)	11.80 (1.86)
<i>PIIA + B. 6%</i>	2.15 (0.54)	564 (32)	5.37 (0.87)
<i>PIIB REF</i>	4.55 (0.35)	3362 (16)	26.68 (8.76)
<i>PIIB + M 1%</i>	5.63 (0.54)	2914 (303)	35.10 (0.80)
<i>PIIB + M 2%</i>	4.24 (0.52)	1870 (893)	30.17 (3.37)
<i>PIIB + M 3%</i>	5.38 (0.22)	2101 (275)	20.93 (0.76)
<i>PIIB + M 6%</i>	4.62 (0.40)	1998 (263)	12.80 (3.90)
<i>PIIB + B. 1%</i>	5.33 (0.13)	3438 (246)	24.53 (0.81)
<i>PIIB + B. 2%</i>	6.22 (0.71)	3016 (859)	19.97 (6.13)
<i>PIIB + B. 3%</i>	5.57 (1.04)	3218 (161)	22.83 (2.98)
<i>PIIB + B. 6%</i>	4.41 (0.68)	2260 (173)	10.10 (0.44)

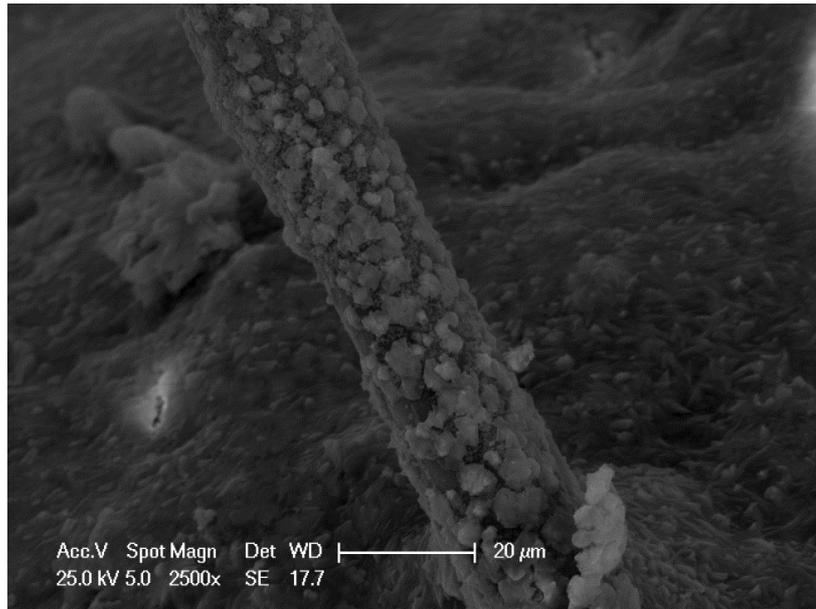
In parentesi le deviazioni standard. % in peso. Da Quattrococchi et al. 2015 [12]

Osservazioni sulle micrografie delle malte a base di cemento vengono di seguito riportate perché di carattere generale, e utili nell'evidenziare fenomeni

all'interfaccia, soprattutto in funzione della quantità di fibre in miscela, che ha determinato un restringimento del range di prova nella parte finale della ricerca.

In riferimento alle fibre chopped, la loro aggiunta a una bassa percentuale (1% in peso) porta ad un miglioramento della resistenza a flessione senza alcuna modifica della resistenza a compressione.

a)



b)

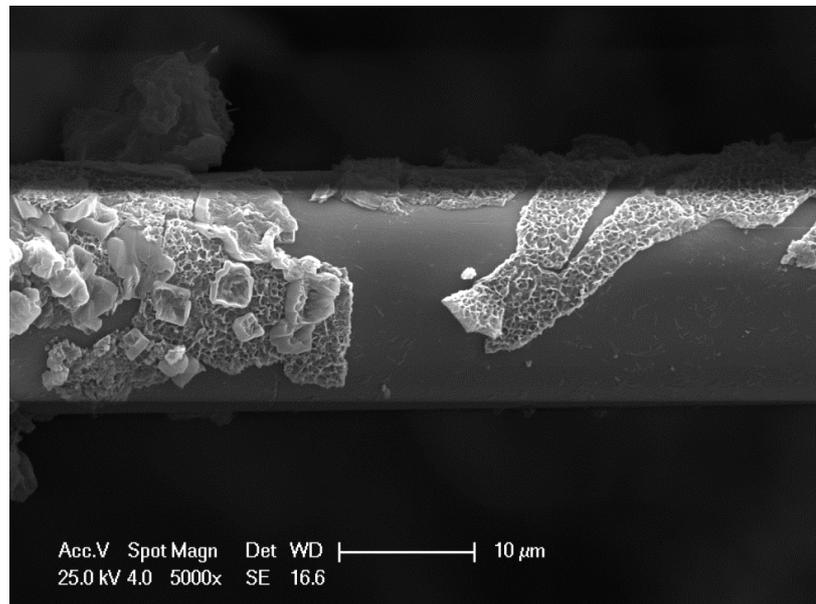


Figura 5.3. Micrografie SEM di campioni PIIB rinforzati con chopped al 2 wt. %, (a) in *Quttrociocchi et al. 2015 [12]*.

L'aggiunta di una quantità più consistente di fibre, vale a dire del 6% in peso, provoca una lieve diminuzione della resistenza a flessione associata ad una notevole diminuzione della resistenza a compressione, indicando come quest'ultima rappresenti un contenuto eccessivo.

In figura 5.3 è possibile vedere come nel caso di campioni PIIB vi sia matrice sulla fibra nella micrografia della superficie di frattura, suggerendo che la frattura sia avvenuta a carico della matrice e quindi esista un buon legame interfacciale per il quale la superficie della fibra è ancora coperta dalla matrice. Questo spiega perché per campioni PIIB sussista un notevole miglioramento delle proprietà meccaniche rispetto a quelli di riferimento.

Il campione in questione è una malta a base di cemento con aggiunta del 2 wt. % di fibre nella morfologia chopped. Come visto nella valutazione dei metodi di miscelazione, questo materiale riporta una dispersione; anche se non ottimale, quantomeno accettabile, tale da consentire la formazione di legami intorno alla fibra e il conseguente sviluppo di proprietà meccaniche.

Al contrario, per percentuali più elevate di fibre, le superfici delle fibre appaiono pulite, come se non avessero creato legami con la fase di matrice. Questo tipo di interfaccia è ritenuto scarso, e durante gli sforzi non permette la propagazione di energia dalla fase di matrice alla fibra. Come accennato nel capitolo 2, per compositi a matrice ceramica addizionati con fibre corte i miglioramenti del modulo elastico e di resistenza a flessione e a compressione associati ai rinforzi risultano indubbiamente secondari all'aumento di tenacità e all'arresto nella propagazione delle cricche. Il punto di interesse sta nel trovare un compromesso tra questi comportamenti:

- L'interfaccia tra matrice e fibra non è troppo debole, dato che si desidera un trasferimento di carico tra la matrice e la fibra (proprietà di resistenza maggiori);
- L'interfaccia non deve essere troppo forte, per fare accadere il debonding e il pull-out.

Al variare della lunghezza della fibra, varia logicamente la resistenza che questa impone alla sollecitazione, esiste una lunghezza denominata critica l_c che si deve rispettare affinché ci siano le condizioni di rinforzo:

$$l_c = \frac{\sigma_c}{2 \tau} d$$

dove il σ_c è il carico di rottura della fibra, d il diametro e τ lo sforzo di taglio all'interfaccia, supposto costante. Ne consegue che se la fibra ha una lunghezza minore rispetto alla lunghezza critica non riesce a sopportare il carico di rottura, ergo la rottura è dovuta al cedimento della matrice o al pull-out [13]. La formazione di 'ponti' di fibre (crack-bridging) come visto in precedenza permette che dopo aver raggiunto il picco di resistenza la capacità di un composito decresca in maniera graduale.

La figura 5.4-5.5 mostra come le fibre, sottoposte a sollecitazione, abbiano subito un distacco preferenziale longitudinalmente in corrispondenza dell'interfaccia, e nel distaccarsi abbiano lasciato una scanalatura definita e pulita. Tale fenomeno assorbe l'energia che risulta sottratta all'avanzamento della cricca.

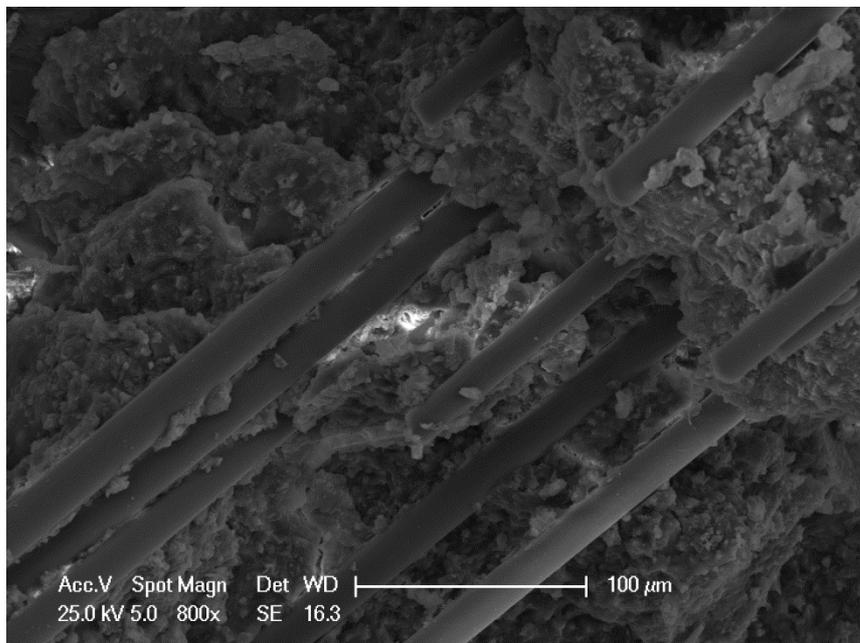


Figura 5.4. Micrografia SEM di campione PIIA rinforzato con chopped al 3 wt. %.
(Quattrococchi et al. 2015 [12])

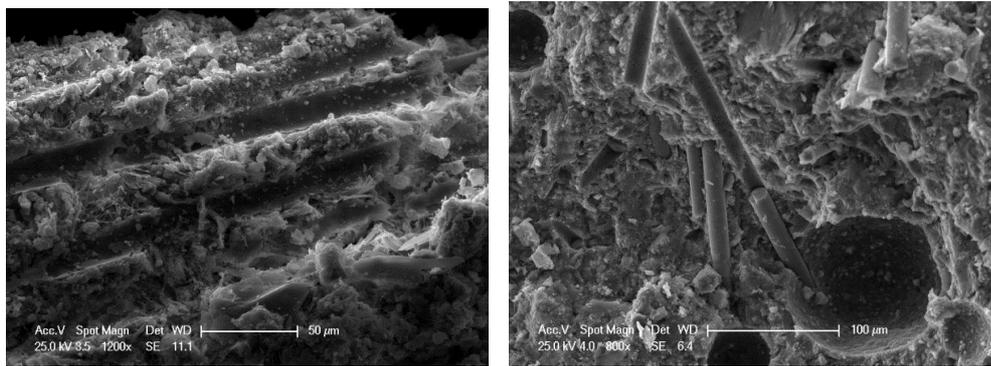


Figura 5.5. Micrografie SEM di campione PIIB rinforzato con milled al 3 wt. %.

La figura 5.6, evidenzia nel quadrante sinistro come una cricca venga arrestata dalla fibra, che invece a questo punto subisce un distacco (debonding), con un fenomeno che comporta un considerevole assorbimento di energia.

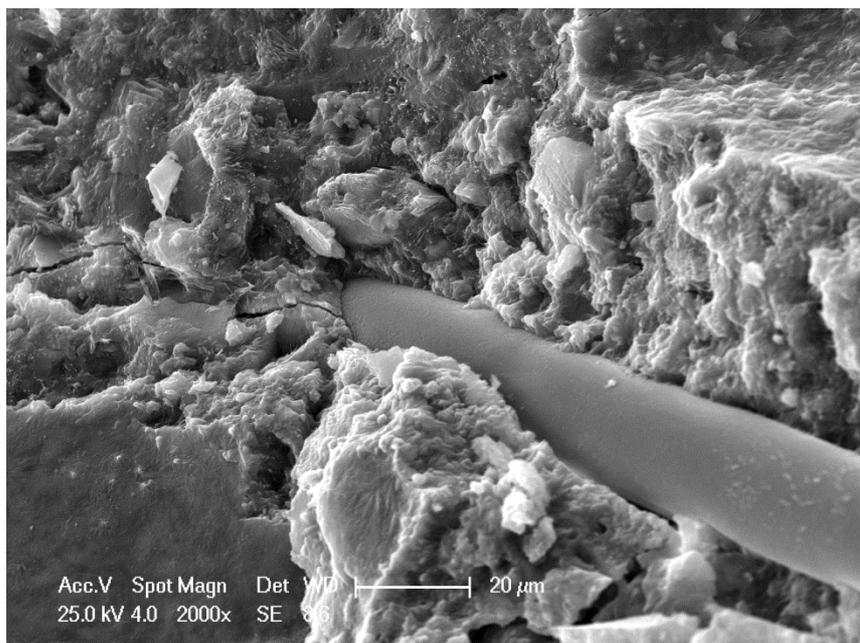


Figura 5.6. Micrografia SEM di campione PIIB rinforzate con chopped all'1 wt. %.
(Quattrocioni et al. 2015 [12])

Il campione in esame è una malta a base PIIB con aggiunta di fibre chopped all'1 wt. %, tale comportamento riflette i buoni risultati ottenuti dalle prove meccaniche (tabella 5.1). La figura 5.7 è una micrografia della superficie di

frattura della malta a base di cemento Portland da ripristino con aggiunte dell'1 wt. % di fibra a morfologia milled, che presenta una cricca che collega i solchi di due fibre, questi appaiono puliti a causa di un fenomeno di distaccamento che segue ad un crack-bridging, entrambi fenomeni che assorbono molta energia. La formazione dei ponti tra cricche consente al materiale di non cedere di schianto, ma di resistere per un certo tempo.

I dati ottenuti dalle prove meccaniche riportati nel capitolo 4 ed in tabella 1 del presente capitolo, possono essere confermati attraverso le micrografie, così come le considerazioni sulla porosità. I campioni con una maggiore quantità di fibre chopped e milled (≥ 3 wt. %) possiedono una porosità visibile, una dispersione non adeguata e un'interfaccia debole (figura 5.8).

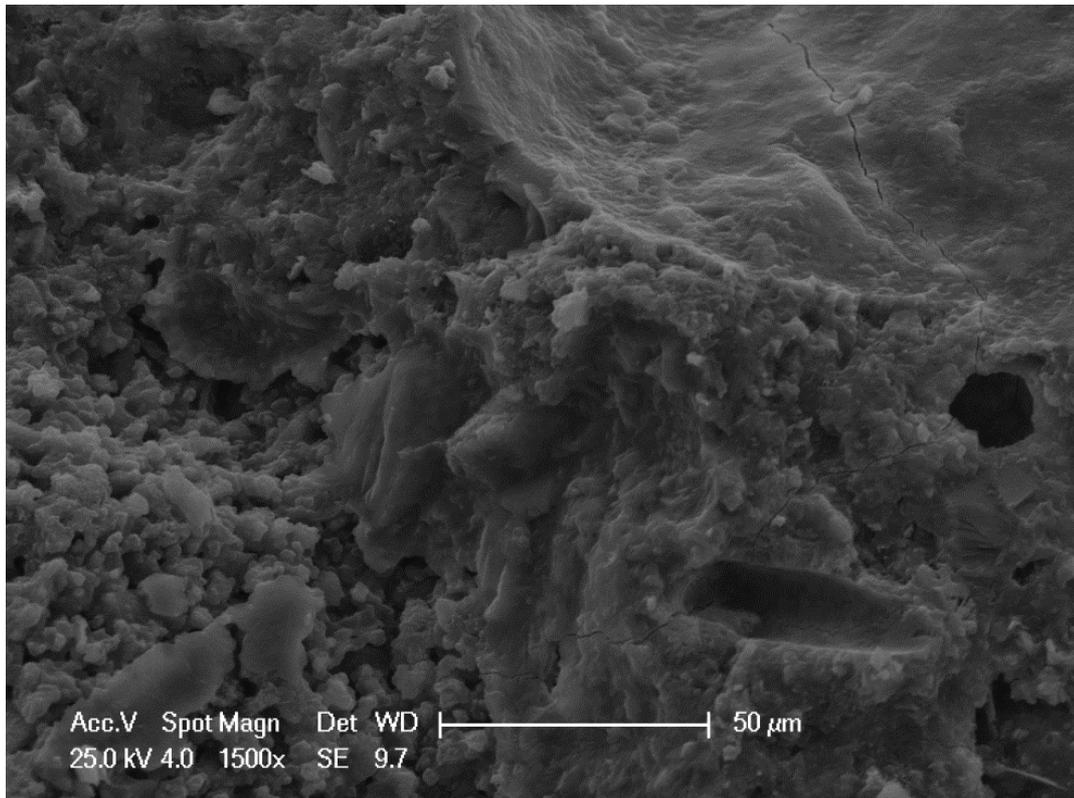


Figura 5.7. Micrografia SEM di campione PIIB rinforzato con milled all'1 wt. %.

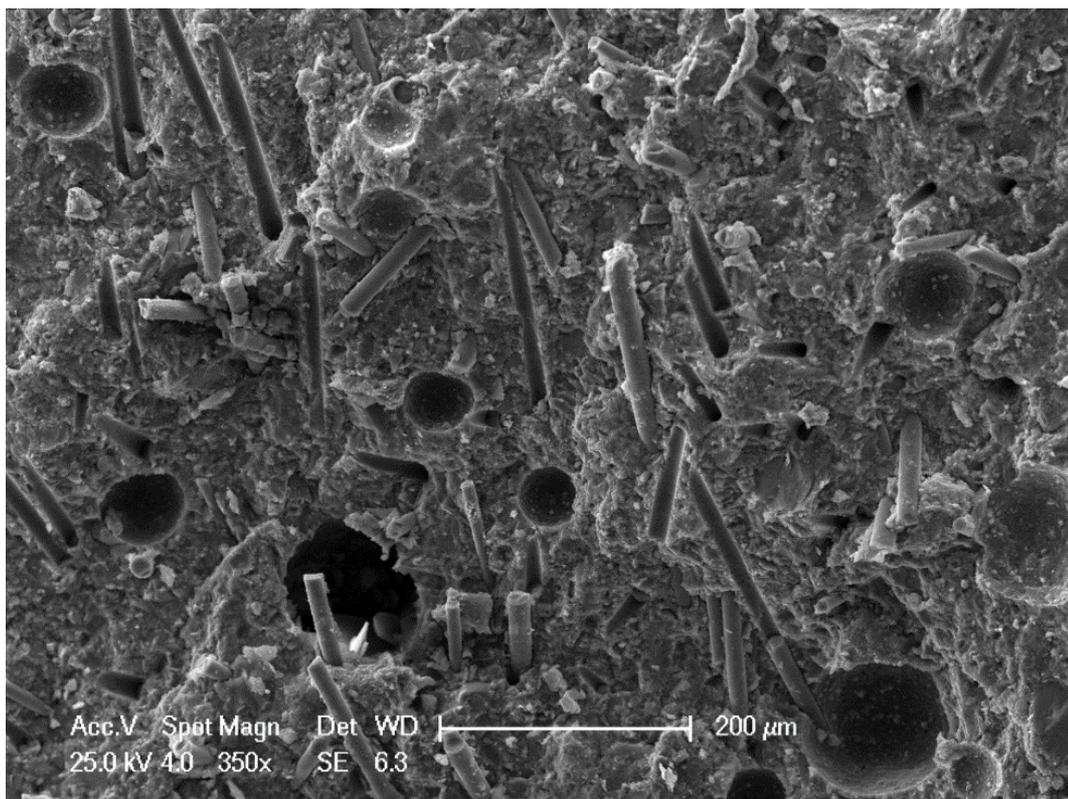


Figura 5.8. Micrografia SEM di campione PIIA rinforzato con milled al 3 wt. %. La micrografia mostra l'incremento della porosità associata all'aumento del volume di fibre in miscela.

Per quanto riguarda l'assorbimento di acqua capillare, per la malta strutturale a base di cemento, per una bassa percentuale di fibra milled non si verificano cambiamenti rispetto al campione in bianco. Sia con la percentuale al 3 e al 6 wt. % le malte di cemento possiedono una maggiore quantità di acqua assorbita che determina una maggiore presenza di pori generati da una dispersione e una miscelazione non adeguata. L'aumento della proporzione di fibre chopped provoca un aumento dell'assorbimento di acqua capillare. È di notevole interesse evidenziare che nel caso di basse percentuali, l'1 wt. % e il 2 wt. % di questo aumento è tollerabile, e che trova riscontro anche sui risultati delle prove di flessione e compressione, che in ogni caso, non sono molto diversi dai dati ottenuti per il campione di riferimento.

Con l'aumento del contenuto di fibra, è stata osservata una tendenza decrescente di entrambe le proprietà di compressione e di flessione, attribuita principalmente alle difficoltà legate alla dispersione delle fibre suggerendo che esiste un limite al

contenuto di fibre di basalto da poter utilizzare in aggiunta a malte a base di leganti idraulici per sfruttare appieno il loro potenziale come agenti di rinforzo, senza alterare negativamente la continuità della matrice, e senza richiedere un'eccessiva quantità di acqua a discapito del rapporto acqua/legante.

Per comprendere al meglio le osservazioni al SEM è importante avere presente le reazioni che avvengono durante il confezionamento e la stagionatura dei provini, dal momento che sono molto probabilmente esse ad esser coinvolte nei legami all'interfaccia fibra-matrice (figura 5.3).

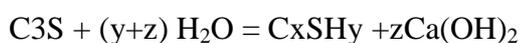
Per quanto riguarda il cemento, durante il processo di idratazione si formano dei prodotti inizialmente privi di una struttura cristallina ordinata, formandosi essi rivestono i granuli del cemento creando uno strato scarsamente permeabile, tanto da far progredire l'idratazione per diffusione dell'acqua e degli ioni attraverso tale pellicola. L'idratazione prosegue per accrescimento verso il clinker e verso l'esterno, comportando il consumo del granulo di clinker per formare prodotti di idratazione.

I composti principali che formano il clinker sono: il C_2S , il C_3S , il C_3A ed il C_4AF , questi reagiscono con velocità differenti.

L'alluminato tricalcico e la fase ferrica durante la reazione di idratazione generano gli alluminati di calcio idrati C-A-H che sono responsabili della lavorabilità e della presa.

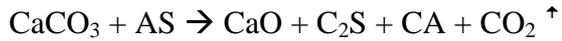
I silicati, invece, idratandosi formano i silicati di calcio idrati C-S-H da cui dipende il processo di indurimento e quindi le proprietà meccaniche.

Stechiometria della reazione del silicato tricalcico:



L'idrossido di calcio che accompagna i CAH e i CSH si forma in cristalli prismatici laminari di contorno esagonale [14, 15].

Per quanto riguarda la calce idraulica naturale, durante la calcinazione delle rocce marnose dopo la decomposizione del carbonato di calcio in ossido di calcio a $900^\circ C$ si ha la formazione del silicato bicalcico $2CaOSiO_2$ (C_2S), allumino tricalcico $3CaOAl_2O$ (C_3A) e l'anidride carbonica per reazione dell'ossido di calcio appena formato con gli alluminosilicati presenti nell'argilla:



Quindi una volta conclusosi il processo di cottura, il prodotto consiste in miscela di silicati ed alluminati di calcio e calce viva libera proveniente dalla decomposizione del calcare in eccesso. Allo spegnimento si ha:



La calce idraulica naturale in maniera del tutto analoga al cemento Portland, durante lo spegnimento forma alluminati idrati di calcio C-A-H e silicati idrati di calcio C-S-H osservabili in micrografia così come i prismi esagonali dovuti dall'idrossido di calcio come visibile in figura 5.9. L'interazione all'interfaccia fibra matrice potrebbe quindi dipendere dalla possibile interazione tra C-S-H e C-A-H, e le fibre in considerazione del sizing più o meno compatibile.

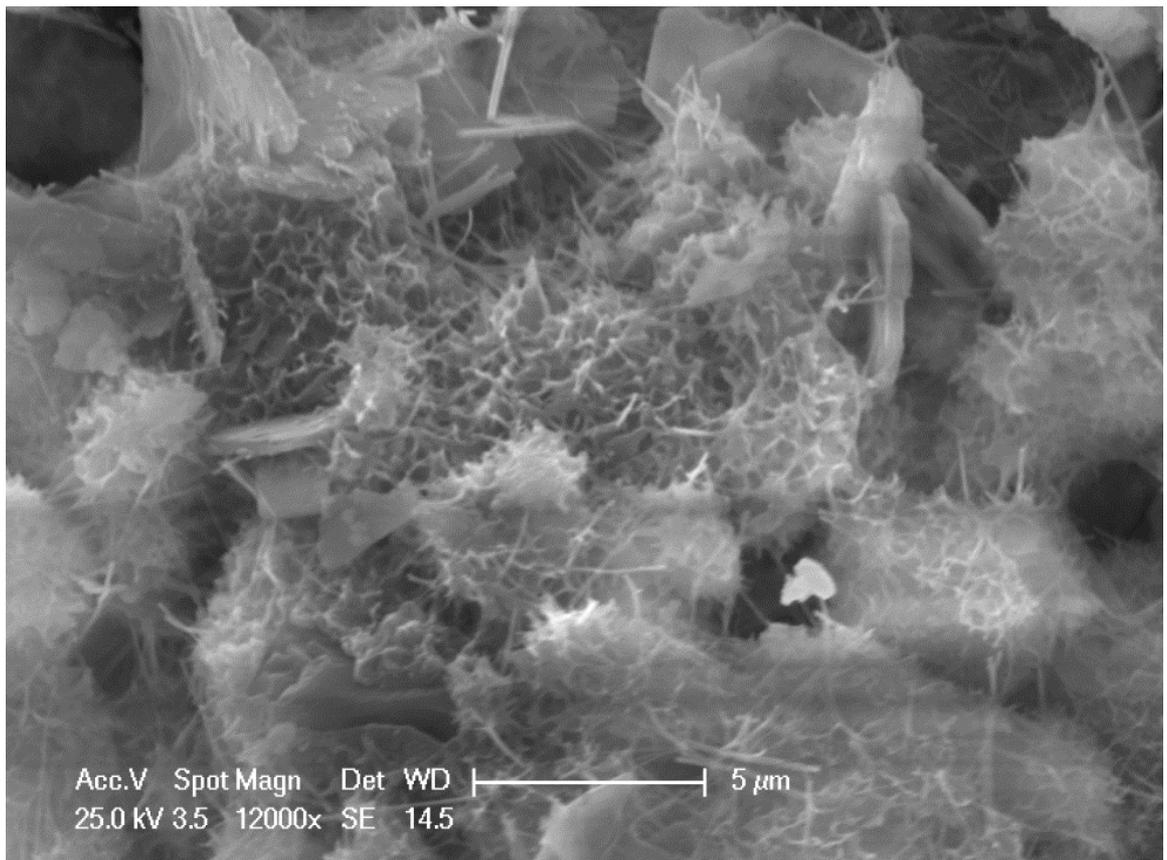
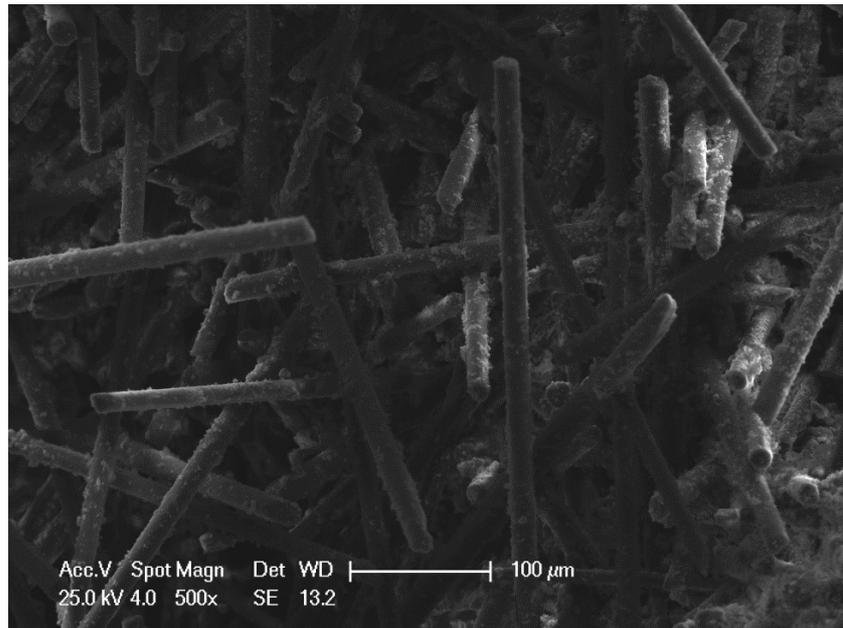


Figura 5.9. - Micrografia SEM di campione NHL 5.

Come riscontrato dalle prove meccaniche, con l'aggiunta di fibre in percentuali >3 wt. % si osservano peggioramenti dovuti a difficoltà di dispersione delle fibre durante il processo di miscelazione.

In figura 5.10 si può osservare un agglomerato di fibre milled al SEM, come visibile nella macrofotografia dello stesso campione tali "pacchetti" sono osservabili anche a livello macroscopico.

a)



b)



Figura 5.10. a) Micrografia SEM di un campione di fibre milled aggregate in una malta a base di NHL 5; b) Macrofotografia della superficie di un campione di malta a base di NHL 5 addizionate con fibre milled al 6 wt. %.

In figura 5.11 si può osservare la superficie trasversale fratturata e pulita di una fibra milled in primo piano mentre in secondo piano il solco lasciato da un'altra fibra distaccata all'interfaccia.

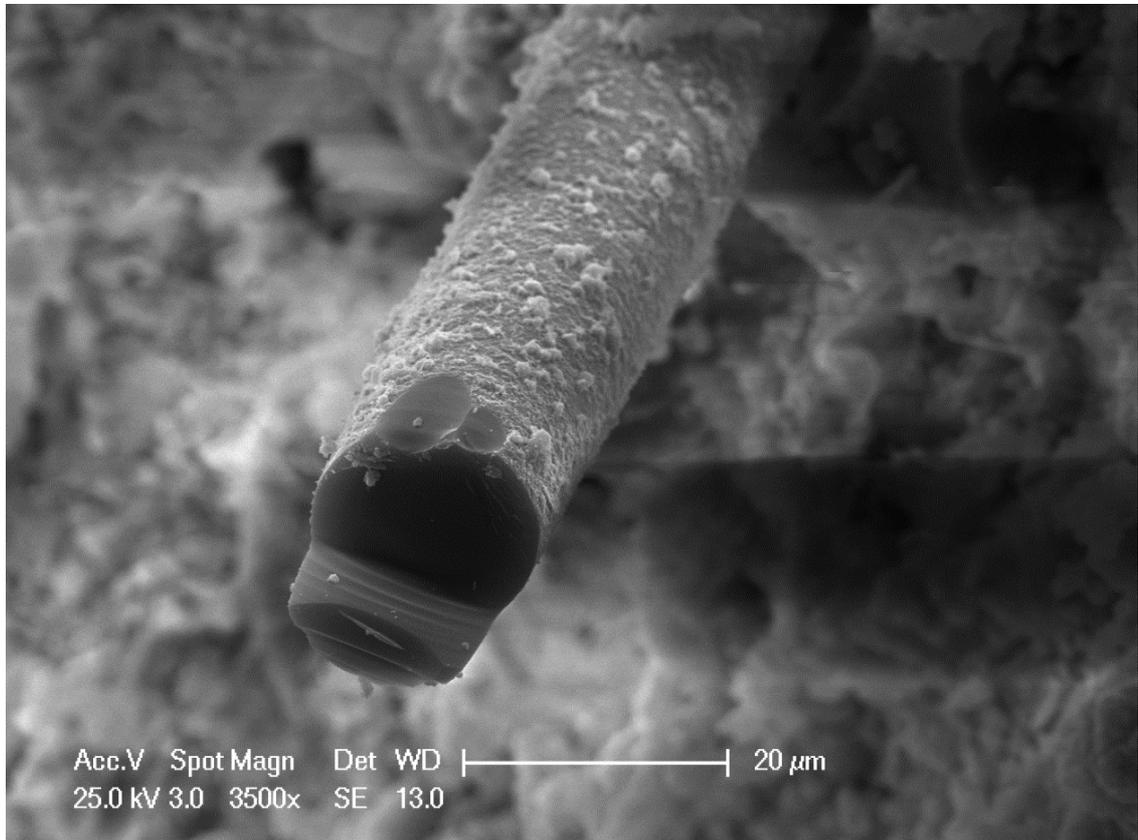
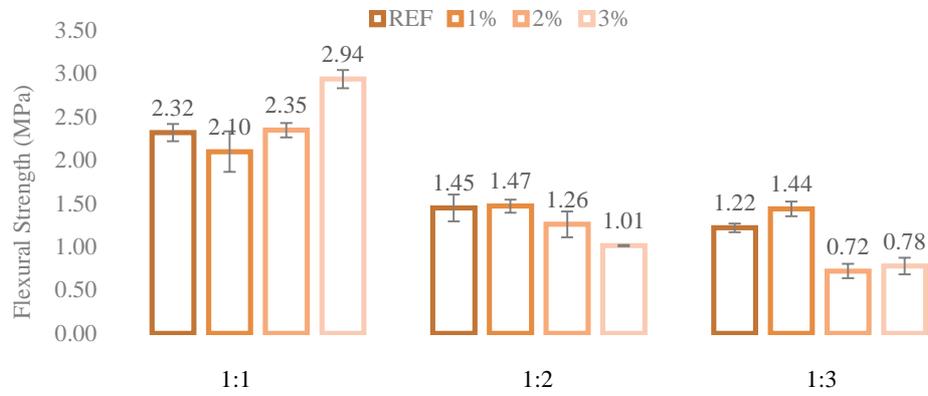


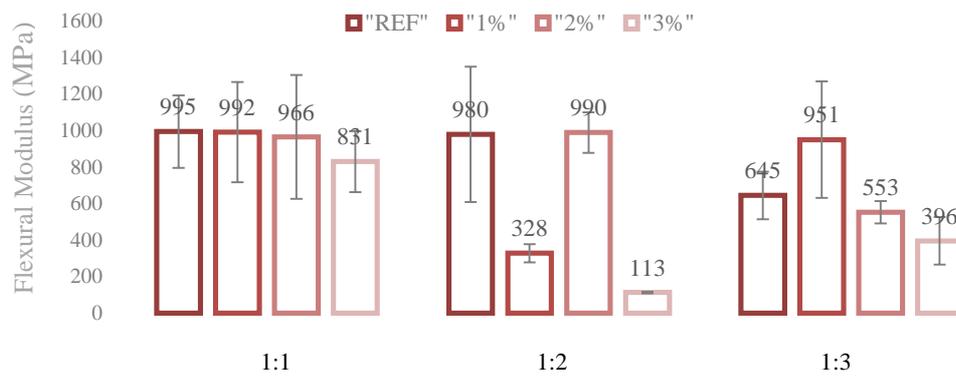
Figura 5.11. Micrografia SEM di malta a base di NHL 5 con fibre milled al 3 wt. %.

Il paragone dei risultati riguardanti i campioni NHL, preparati utilizzando diversi rapporti legante -aggregato, può essere approfondito nella figura 5.12.

a)



b)



c)

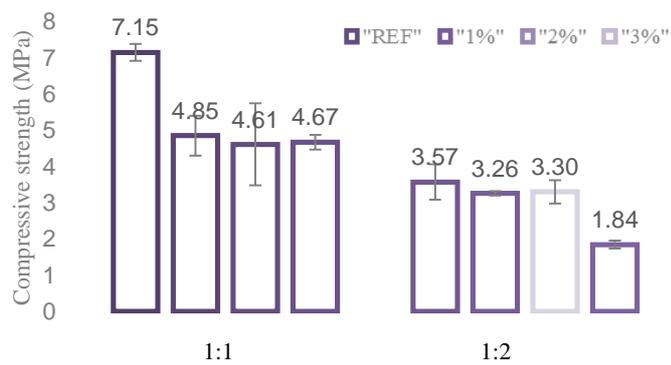


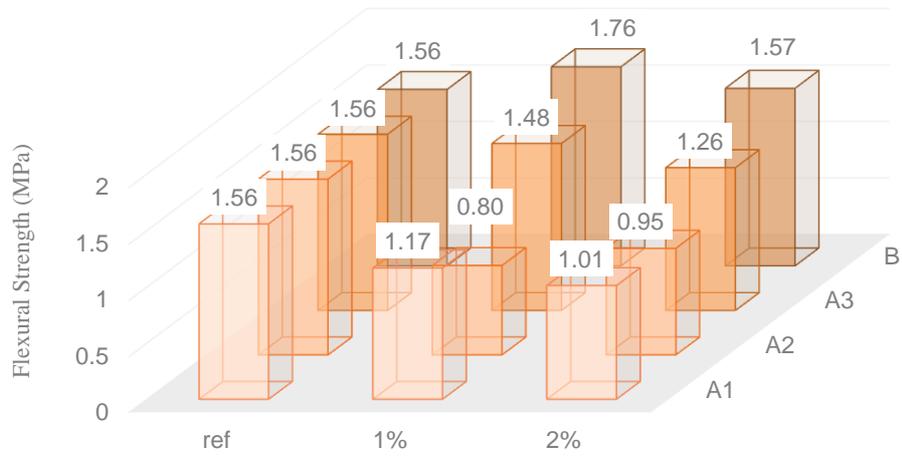
Figura 5.12. - Resistenza a flessione(a), modulo di flessione (b) e resistenza a compressione(c) per campione a base NHL 5 in funzione del tipo e del contenuto delle fibre di basalto.

Come si è visto nella fase preliminare, le proprietà meccaniche vengono migliorate con un rapporto legante- aggregato 1:1. Inoltre, si verifica una diminuzione delle proprietà meccaniche solamente in caso della resistenza a compressione. Tuttavia, l'aggiunta della sabbia permette di evitare problemi che potrebbero verificarsi nel tempo, in particolare, occorre effettuare delle considerazioni sul restringimento. I risultati del rapporto 1:2 risultano essere un buon compromesso tra le proprietà migliorative viste per i campioni rinforzati, e una generale diminuzione delle proprietà globali per i campioni 1:3. Un'altra osservazione interessante potrebbe essere che sia qui che nella fase preliminare i campioni 1:1 rinforzati con fibre chopped al 3 wt. % in peso, mostrano un miglioramento della resistenza a flessione, mentre per i campioni con diversi rapporti, tale percentuale è dannosa per le proprietà meccaniche. Questa osservazione potrebbe essere spiegata in termini di bilanciamento nel rapporto tra legante e aggregato, che viene spostato con la presenza di fibre dalla parte dell'aggregato.

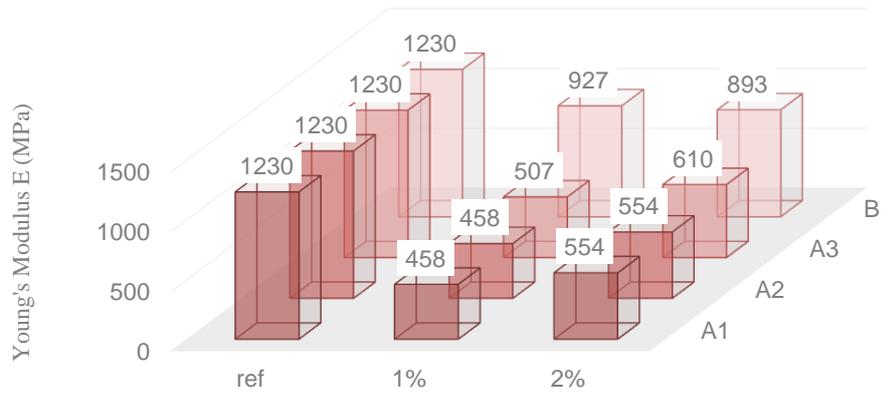
Miscela 1: NHL5 + sabbia+ fibre

Nella figura 5.13 è illustrato il grafico comparativo delle proprietà meccaniche dei campioni rinforzati con fibre aventi le medesime caratteristiche morfologiche ma diversi sizing e forniti da Incotology (A1, A2, A3) e da Basaltex (B).

a)



b)



c)

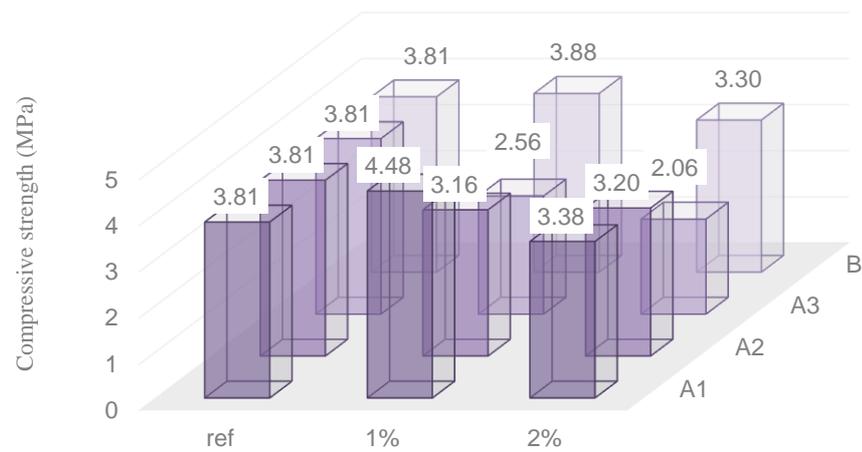
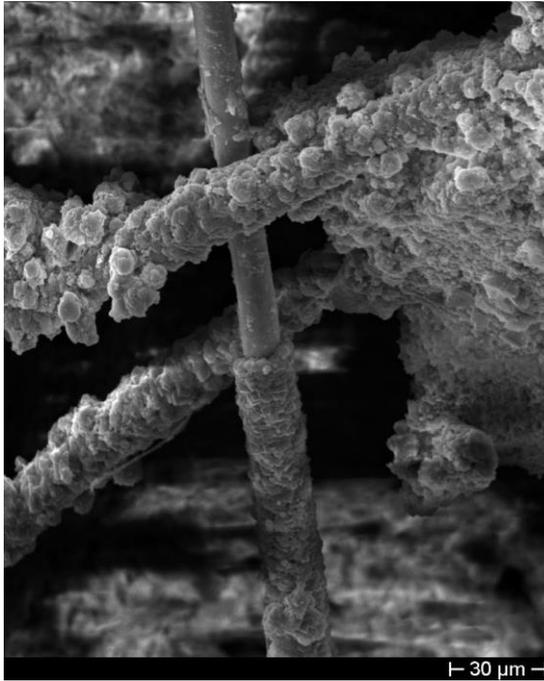


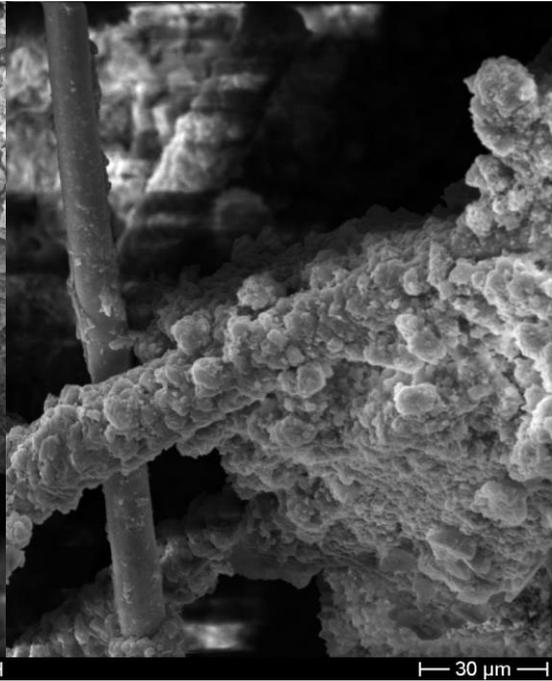
Figura 5.13. Resistenza a flessione (a), modulo di Young (b) e resistenza a compressione (c) per campioni a base NHL 5 in funzione del tipo e del contenuto delle fibre di basalto.

In una malta idraulica indurita la rottura avviene per propagazione e successivo allineamento dei difetti (micro-cricche, cricche, pori ecc.) all'interno della matrice, che fondendosi, formano una macro-cricca che porta alla frattura del campione [17]. L'aggiunta di fibre A1, A2, e A3 (lunghe 6.4 mm e con un diametro di 13 μ m) alla miscela contribuisce ad un miglioramento delle proprietà della matrice in termini di resistenza del materiale. La curva della malta di riferimento mostra un comportamento tipico di un materiale fragile, caratterizzata da una frattura che si verifica senza alcuna rilevabile deformazione plastica e con una rapida propagazione di cricche. La curva cresce abbastanza rapidamente data la rigidità del materiale, una volta raggiunto il punto di rottura si abbassa bruscamente. Le curve dei campioni rinforzati, tuttavia, pur non raggiungendo sempre i valori di carico a rottura del riferimento, mostrano un andamento post-picco meno ripido, riflettendo l'ostacolo posto dalle fibre alla propagazione delle cricche che avviene per tanto più lentamente. I campioni addizionati con fibre resistono più a lungo dopo la rottura, sia per fibre aggiunte all'1% che al 2% in peso. I diversi sizings non sembrano influenzare molto il comportamento delle fibre nella miscela, anche se i campioni con sizing A2 e A3 presentano analogie nell'aumento della tenacità. Entrambi questi sizing sono caratterizzati da spettri IR molto simili con presenza di probabili gruppi C-F (come si è potuto vedere nel capitolo 2 paragrafo 2.5). Questo comportamento può essere spiegato in termini di interfaccia. Nelle micrografie mostrate nella figura 5.14 a) e b), le fibre sono ben coperte da concrezioni di matrice, indicando che il carico ha causato una frattura in quest'ultima. Il fenomeno di debonding risulta meno evidente.

a)



b)



c)



d)

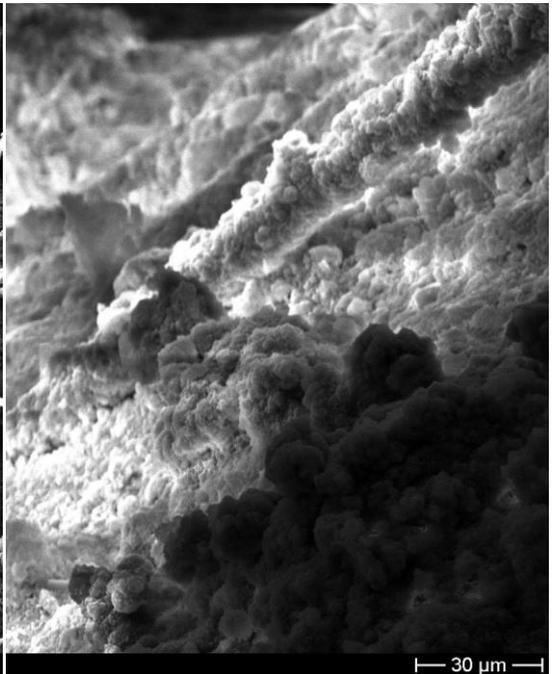


Figura 5.14. Micrografie SEM di campioni A3 rinforzati all'1% in peso.

Per quanto riguarda le fibre con diverse dimensioni di diametro o di lunghezza, in contrasto con S. P. Shah e B. V. Rangan (1671) anche per le fibre corte ($l < 1$ in.),

le proprietà meccaniche risultano essere influenzate dalle caratteristiche morfologiche [18]. Sebbene in teoria le fibre con diametro inferiore siano preferibili perché con la riduzione del diametro diminuisce la capacità di trovare difetti e aumenta la superficie tra fibra e matrice, in questo caso l'aumento del diametro ha riportato un notevole miglioramento delle proprietà meccaniche dei campioni: le fibre A4, A5 e B con un diametro di 17 μm risultano migliori di quelle con un diametro di 13 μm . Nei campioni di tipo B inoltre lo spettro IR evidenziava differenze nelle bande di assorbimento rispetto ai campioni di tipo "A", la presenza di meno gruppi funzionali potrebbe aver favorito un legame più forte all'interfaccia fibra-matrice.

Tuttavia, le fibre A6, le uniche con una diversa lunghezza superiore, mostrano un ulteriore aumento delle proprietà meccaniche del campione. Questo effetto si può spiegare con un miglioramento dell'aspect ratio (l/d), che è più vicino al concetto di lunghezza critica della fibra [19]. Tipicamente, questo valore è di circa 20-150 volte più grande del diametro della fibra. Per fibre di diametro dell'ordine di 10 μm , la lunghezza critica assume valori piuttosto piccoli e spesso meno di un millimetro. Quando la lunghezza della fibra è maggiore di circa 15 volte rispetto la lunghezza critica [20], il rinforzo è continuo e sopporta uno sforzo maggiore. Evidentemente le fibre lunghe 12.8 mm, che superano ampiamente il valore teorico della lunghezza critica, oltre ad incrementare la tenacità del materiale, permettono al campione di sopportare carichi maggiori rispetto a quelli sostenuti dal riferimento. La conclusione basilare dalla ricerca sul calcestruzzo rinforzato con fibre in A.M. Brandt [21] consiste nella capacità di bridging di granuli aggregati e fibre che costituisce un fattore essenziale per migliorare la resistenza a flessione dei compositi. Per quanto riguarda le malte a base di calce idraulica naturale un miglioramento del comportamento post-fessurativo è evidenziato non solo negli articoli di Santarelli [2, 3] e Iucolano [6] ma anche nell'articolo di R. Chan e V. Bindiganavile (2010) [22] in cui si osserva l'aumento di tenacità per malte idrauliche fibrorinforzate. Nella seconda parte del medesimo studio si andrà ad indagare la deformazione dei provini sottoposti a test di impatto, confrontandone il comportamento con malte a base di cemento Portland,

soprattutto in funzione delle proprietà antisismiche che dei materiali da costruzione utilizzati in edilizia storica devono considerare [23].

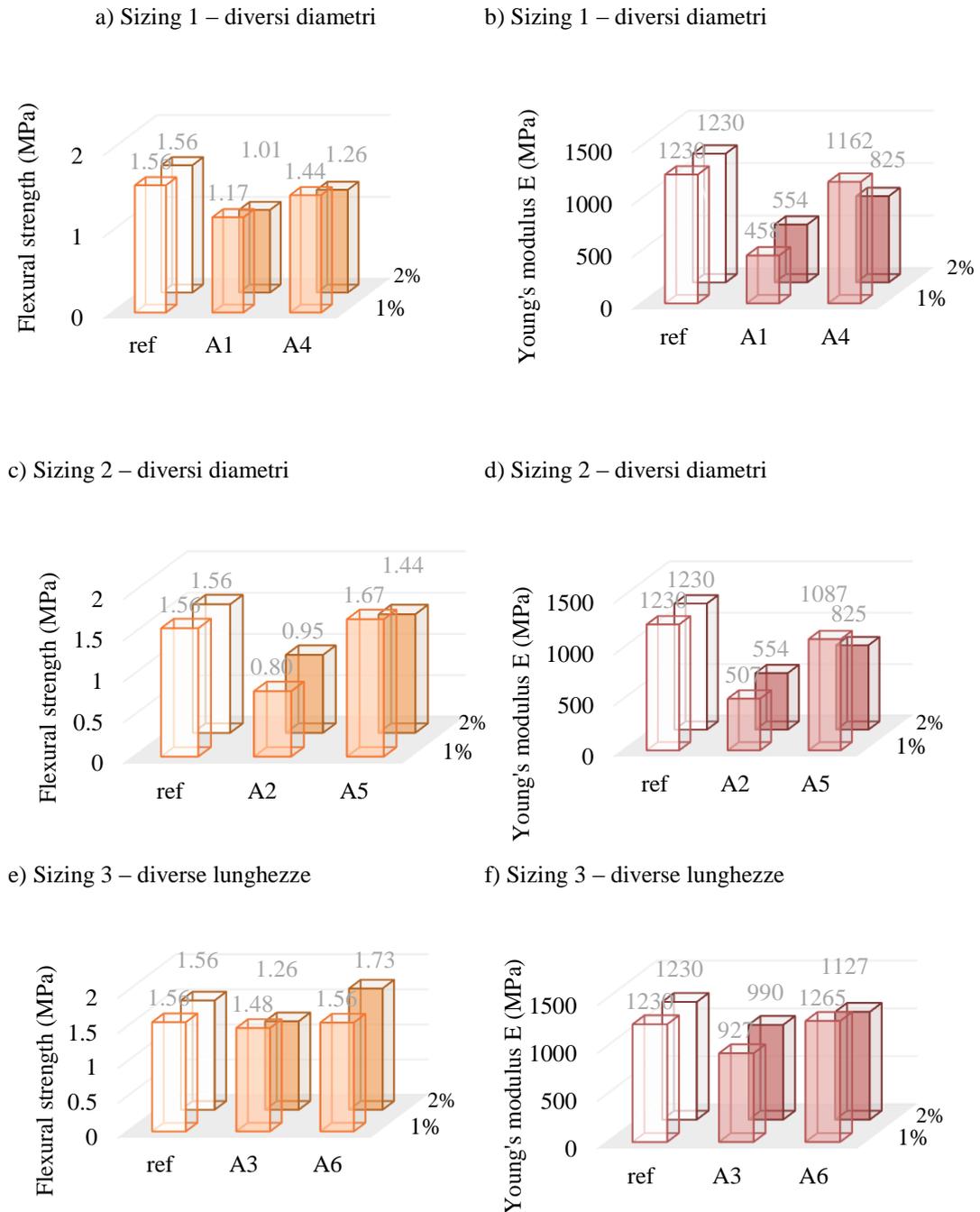


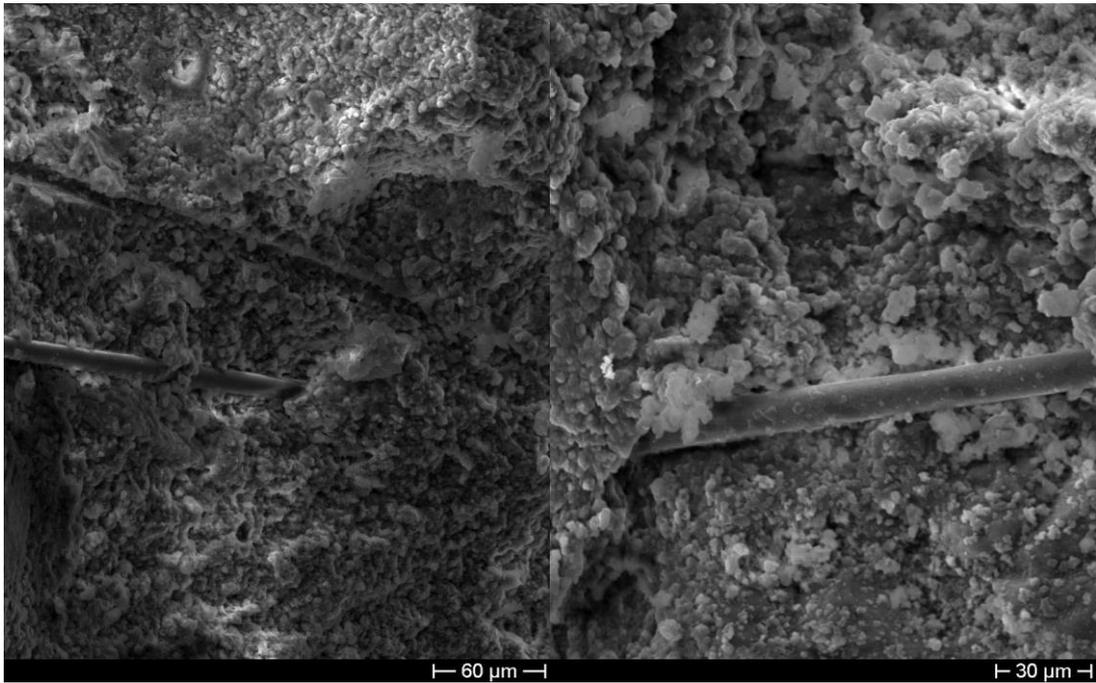
Figura 5.15. Resistenza a flessione per campioni rinforzati con a); c); e), resistenza a flessione: b); d); f) Modulo di Young per campioni a base NHL 5 addizionati con fibre chopped in funzione del contenuto e del tipo di fibre di basalto.

L'aggiunta di fibre chopped più corte non mostra un netto miglioramento del modulo di Young. Sembra che si verifichi un leggero aumento per le fibre A3 con un'aggiunta dell'1 wt. %. Probabilmente il sizing 3 consente una migliore distribuzione delle fibre all'interno della matrice. Il carico a rottura del riferimento rimane il più elevato di questo gruppo: le fibre sono evidentemente più corte della lunghezza critica e, anche se permettono al campione di avere un comportamento più tenace, sono troppo corte per sopportare un carico superiore. L'influenza delle fibre dipende dalla loro efficienza; questo significa che le fibre che sono abbastanza lunghe, o dotate di un adeguato appretto che ne favorisca il legame all'interfaccia e applicate in volume sufficiente, possono modificare leggermente il comportamento del composito fino al punto in cui si forma la prima cricca [16, 24]. L'aumento della resistenza e del modulo di Young è poco, e può essere connesso con teorie di omogeneizzazione ossia *dalla legge delle miscele* al volume delle fibre, che raramente e solo con una tecnologia speciale, può essere maggiore del 3% in volume [25].

Al contrario, il comportamento dopo il raggiungimento del carico a rottura è notevolmente modificato. Con fibre efficienti, la capacità di carico può essere notevolmente incrementata dopo che si verifica la prima cricca, e la tenacità a frattura, descritta dall'area sotto la curva sforzo-deformazione o carico-spostamento, è molto più grande di quella della matrice pura. Il ruolo delle fibre dipende dal loro volume, dal rapporto di aspetto, dalla resistenza e dal legame con la matrice. In molte prove è stato dimostrato come queste caratteristiche della fibra influenzino il comportamento del composito.

a)

b)



c)

d)



Figura 5.16. – Micrografie SEM di campione A4 rinforzato all'1% in peso.

Le fibre con diametro maggiore, analogamente a quelle più lunghe, non sembrano creare un'interfaccia pulita. Nella figura 5.16 d) in micrografia è possibile

individuare una traccia definita e pulita, a evidenza del pull-out della fibra. I tre campioni osservati in un microscopio a scansione mostrano che una scarsa interfaccia tra fibra e matrice, come è evidente nel caso di fibre A6 e A4, permette più facilmente alla fibra di scollarsi e sfilarsi, e quindi di rafforzare meglio la malta. Nel campione A3 invece si osserva come la matrice avvolga perfettamente le fibre, creando un'interfaccia abbastanza forte da impedire il pull-out e il debonding. La rottura in questo caso avviene per cedimento della matrice.

Le fibre più grandi e più lunghe mostrano un aumento del modulo di Young rispetto alle fibre corrispondenti più piccole e più corte, ma solo quando aggiunte all'1 wt. %. Probabilmente questa rappresenta una giusta quantità di fibre per ottenere un compromesso tra l'azione di rinforzo e i difetti generati nel processo di preparazione. Vi è da dire che per le fibre con sizing 3 (A3 e A6), la deviazione standard è troppo elevata da rendere questa considerazione significativa (figura 5.19).

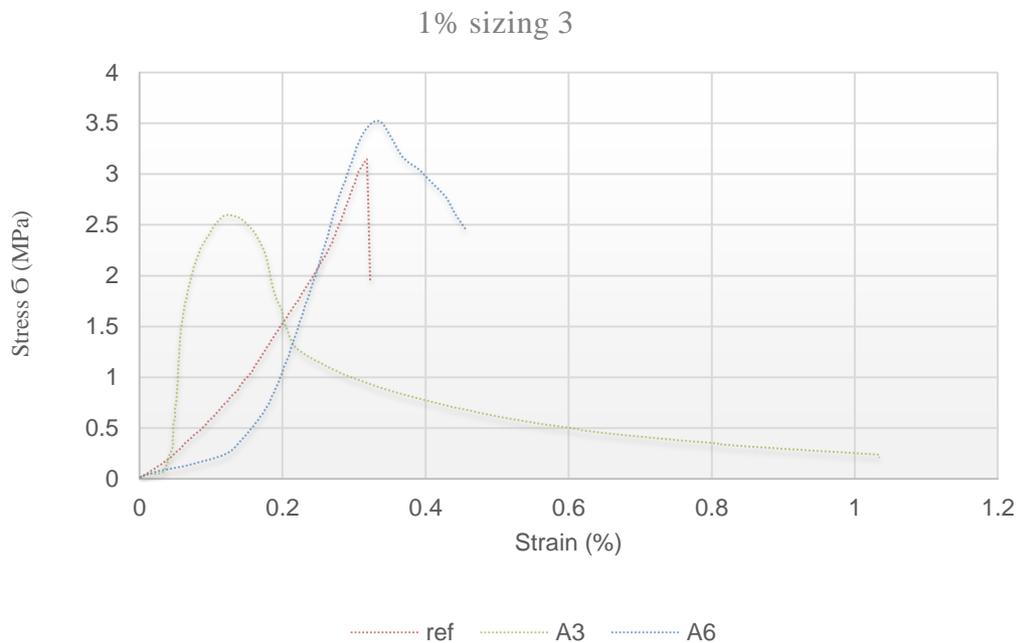
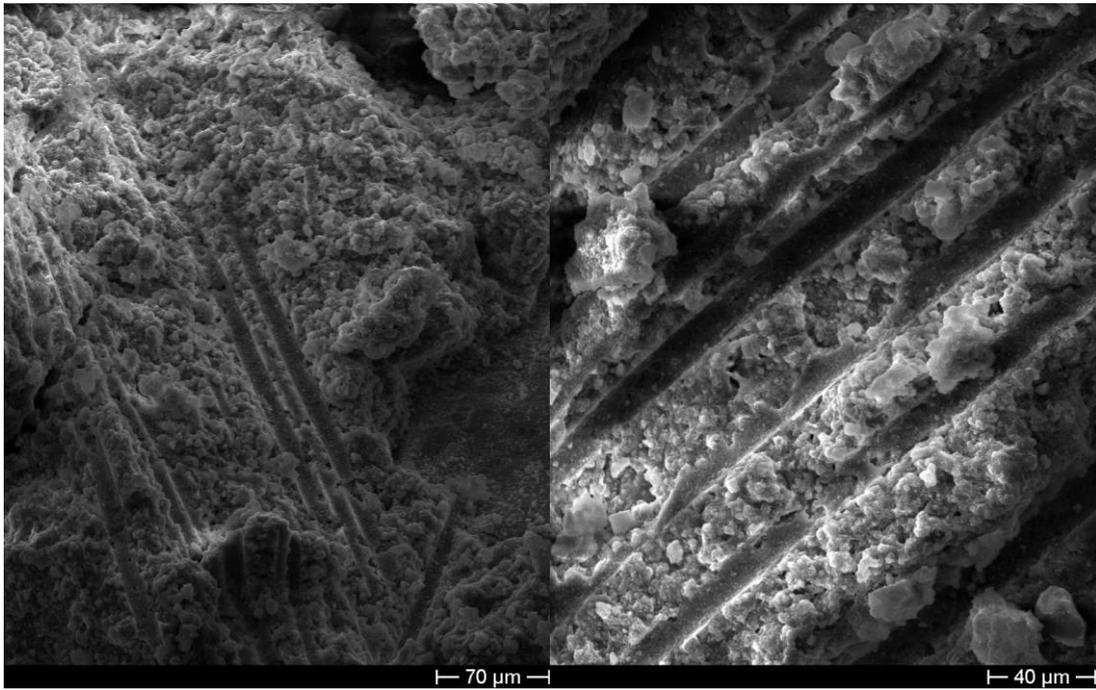


Figura 5.17. Curve di sforzo-deformazione a paragone per campioni aventi lo stesso sizing ed addizionati con diverse lunghezze. Le fibre più lunghe A6 permettono al campione di raggiungere e superare la resistenza a flessione del REF.

L'aggiunta di fibre alla miscela permette di ottenere campioni che resistono di più dopo frattura. Le curve caratteristiche per i campioni rinforzati con fibre di diametro maggiore e più lunghe mostrano un netto miglioramento della tenacità a frattura. Anche per il confronto tra i campioni rinforzati con sizing 3, le fibre più corte (A3) non consentono di raggiungere il carico di rottura del riferimento, e la loro azione è limitata alla tenacità.

a)

b)



c)

d)

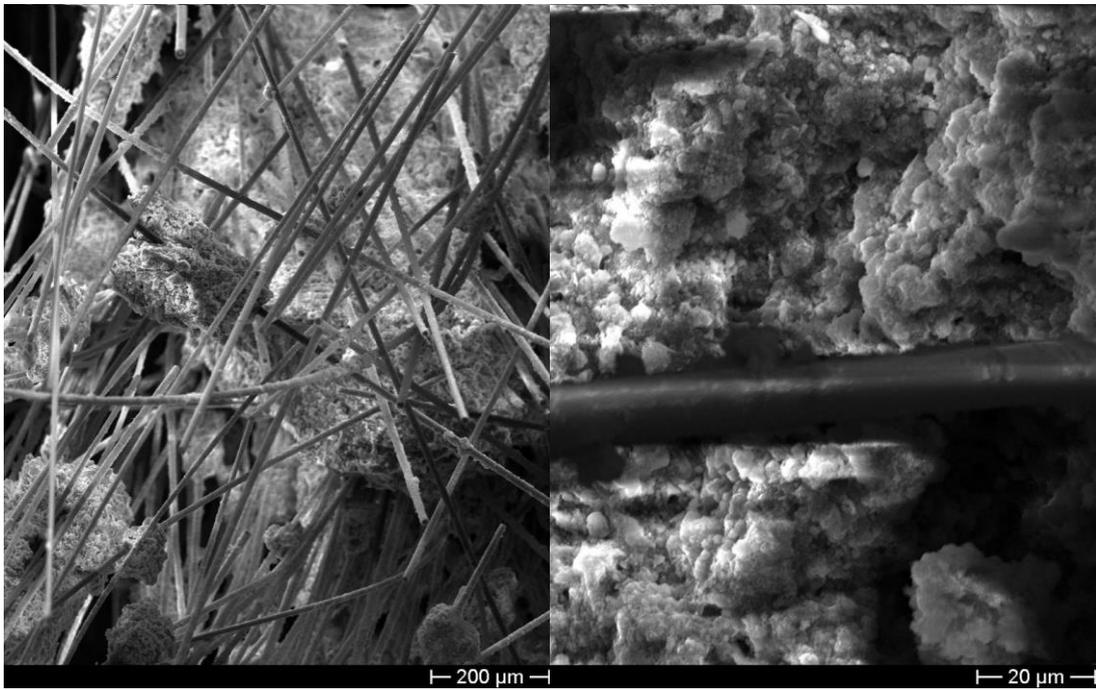


Figura 5.18. - Micrografie SEM di campione A6 rinforzato all'1% in peso.-

Come con la miscela precedente, i campioni rinforzati con le fibre più lunghe, mostrano proprietà meccaniche superiori rispetto a quella di riferimento. Probabilmente, anche in questo caso, il fenomeno è dovuto al fatto che le fibre più lunghe forniscono un rinforzo avvicinabile ad un rinforzo continuo, motivo per cui è migliore di quello offerto dalle fibre più corte. Le micrografie a) e b) nella figura 5.18 mostrano un evidente debonding della fibra dalla matrice. Le immagini c) e d) mostrano che le fibre sono per la maggior parte pulite e sono agglomerate in fasci più o meno spessi. Il debonding tra la fibra e la matrice suggerisce un legame debole all'interfaccia. Evidentemente, con l'aumento della percentuale di fibre, le difficoltà di miscelazione generano troppi difetti per i quali il composito risulta meno rigido e resistente. I valori della resistenza a flessione confermano questa ipotesi: le fibre con diametro maggiore aggiunte all'1 wt. % conferiscono maggiore resistenza, e solo nel caso di fibre più lunghe, A6, l'aggiunta del 2 wt. % mostra risultati migliori rispetto all'1 wt.%. Come d'altronde rilevato anche da A.B. Kizilkanat et al. (2015) per cui fibre con lunghezza 13 mm portavano a valori positivi di resistenza a flessione nel calcestruzzo, a confronto con fibre di vetro della stessa lunghezza [26].

Riguardo la tenacità a flessione, le fibre A6 al 2 wt. % risultano essere quelle che forniscono l'effetto di tenacizzazione più costante. I campioni risultano effettivi nel generale incremento delle proprietà meccaniche, sia a flessione che a compressione. Allo stesso tempo, questi campioni possiedono un alto coefficiente di assorbimento di acqua capillare e assorbono una maggiore quantità di acqua rispetto al riferimento.

Le fibre A6 all'1 wt. % sono meno efficaci nel potenziamento dell'effetto di tenacizzazione ma conferiscono un miglioramento generale delle proprietà meccaniche. Allo stesso tempo, questi campioni non possiedono un alto coefficiente di assorbimento di acqua capillare, che risulta vicino al valore di riferimento, assorbendo alla stessa velocità di questo una quantità del tutto comparabile di acqua.

Tra le fibre più corte, i campioni A2 sono quelli in cui la tenacizzazione sembra più evidente, soprattutto per l'aggiunta del 2 wt. %. Ma, in complesso, le proprietà meccaniche risultano le più basse, e l'indice capillare uno dei più alti.

Le fibre B mostrano un effetto di tenacizzazione da evidenziare in caso di campioni rinforzati al 2 % in peso. Questi tipi di fibre, all'1 % in peso possiedono le migliori proprietà meccaniche, consentendo un aumento della resistenza alla rottura nella resistenza a flessione e a compressione. Il modulo di Young è inferiore a quello di riferimento, ma il coefficiente di assorbimento di acqua capillare è basso (uguale a quello di riferimento).

Le fibre A3 sono quelle che mostrano proprietà nel mezzo. L'effetto di tenacizzazione è presente, ma non così costante come per i campioni A2; la loro aggiunta non consente un miglioramento generale delle proprietà meccaniche, ma allo stesso tempo, non produce un'elevata diminuzione.

Un confronto tra gli indici di tenacità TI e I5 permette di valutare come in molti esempi dove il miglioramento complessivo delle proprietà del materiale raddoppi quasi in funzione del contenuto di fibre (vedi A6), presentino dei valori maggiormente confrontabili per l'indice più basso ossia I5. Si ricorda che questi valori sono da considerare come indicativi, in quanto uno dei lati deboli per determinare la tenacità alla frattura è la difficoltà di individuare l'avvenimento della prima cricca [18].

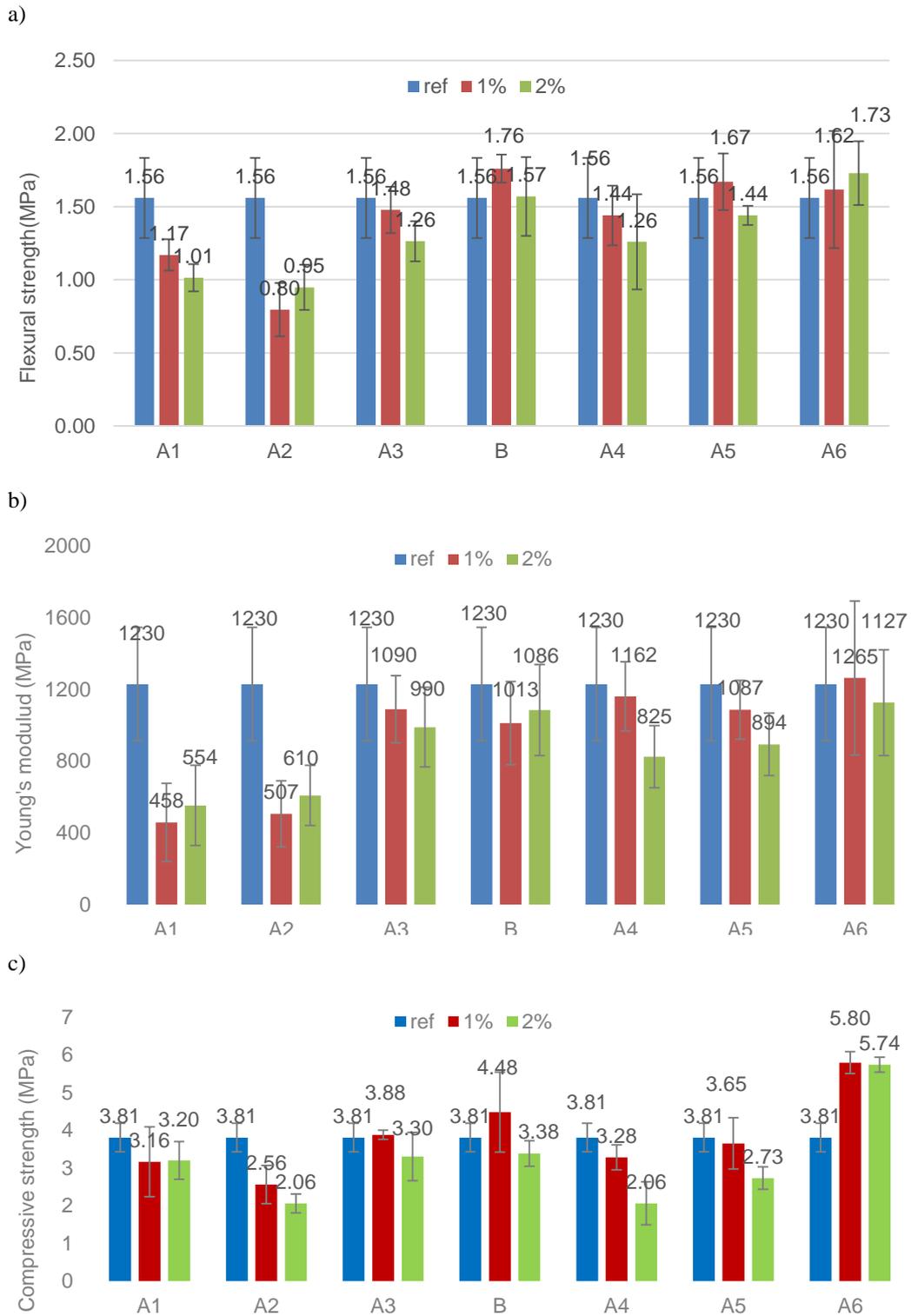


Figura 5.19. Resistenza a flessione (a), modulo di flessione (b) e resistenza a compressione (c) per campioni a base NHL 5 in funzione del tipo e del contenuto delle fibre di basalto.

Dal confronto dei carichi di compressione tra il riferimento e i campioni rinforzati, si verifica un netto miglioramento nel caso di fibre B quando vengono aggiunte all'1 wt. % e, nel caso della A6, le più lunghe, sia quando vengono aggiunte all'1 % che al 2 % in peso. Il sizing 3, proprio delle fibre A6, come già indicato per le fibre più corte A3, migliora l'interfaccia tra fibre e matrice. Questo, unito con una lunghezza maggiore della fibra, permette una migliore distribuzione del carico e quindi una resistenza maggiore rispetto al campione di riferimento. Si indica anche in questo caso che sempre A.B. Kizilkanat et al. (2015) evidenziano il ruolo positivo di BF della stessa lunghezza nel miglioramento delle proprietà a compressione, così come in C. High et al. (2010) per fibre chopped del doppio della lunghezza ossia 24 mm [27].

Le fibre B, tuttavia, anche se migliorano la compatibilità tra la fibra e la matrice, sono probabilmente troppo corte per consentire al campione di raggiungere valori di carico più elevati, anche se l'1 % in peso supera il carico della rottura di riferimento.

Inoltre, i risultati sono confermati dagli andamenti delle quantità di acqua assorbite dal campione in funzione del tempo. Le curve mostrano tendenze simili, in entrambi i casi la malta di riferimento ha un assorbimento più basso, che aumenta all'incremento della percentuale di fibra aggiunta. Come nei casi precedenti, tale comportamento determina una formazione crescente di porosità capillare che si spiega con la formazione di pori durante il processo di miscelazione, le fibre non riescono a disperdersi adeguatamente e creano fasci, che non consentono al legante di aderire su tutta la superficie disponibile, generando difetti interni. In figura 5.20, si possono osservare a confronto i valori dei coefficienti di assorbimento per i campioni della miscela 1. In rosso i valori del campione di riferimento.

L'aggiunta di fibre, indipendentemente dal tipo e dalla dimensione, determina un assorbimento più rapido di acqua da parte dei campioni. Questo fenomeno indica che i campioni rinforzati hanno un maggior numero di pori capillari di dimensioni inferiori che assorbono il liquido più rapidamente. La presenza di fibre chopped

rende più difficile la miscelazione e crea ostacoli fisici che intrappolano l'aria, favorendo lo sviluppo di pori capillari. I principali cambiamenti si notano in presenza delle fibre A1 e A2 al 1 wt. % e 2 wt. % e quelle A3 al 2 wt. %. Tra le fibre più grandi e più lunghe, le variazioni maggiori sono dovute dalla presenza di entrambe le fibre B e A4 al 2 wt. % mentre per le altre non si evidenzia un notevole aumento della quantità di acqua.

I grafici indicano che la variazione nell'assorbimento di acqua capillare per l'aggiunta di fibre tra l'1% e il 2% in peso, è minima. Entrambe le percentuali di fibre aggiunte creano pori capillari per cui l'assorbimento di acqua è più veloce. Solo l'aggiunta di fibre A4 all'1% in peso sembra causare una diminuzione del coefficiente di assorbimento.

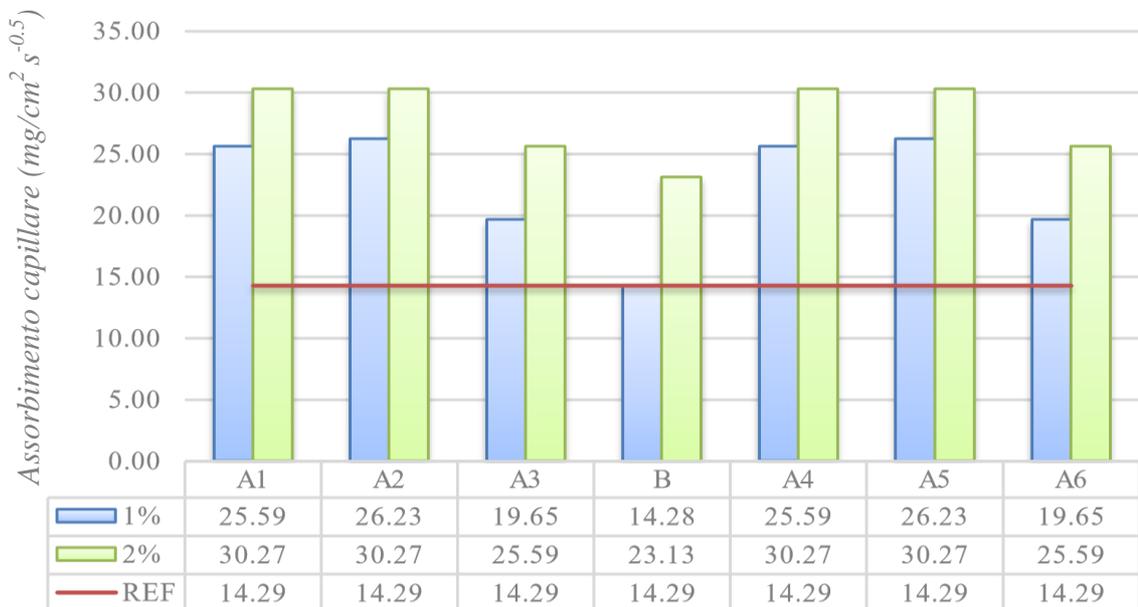


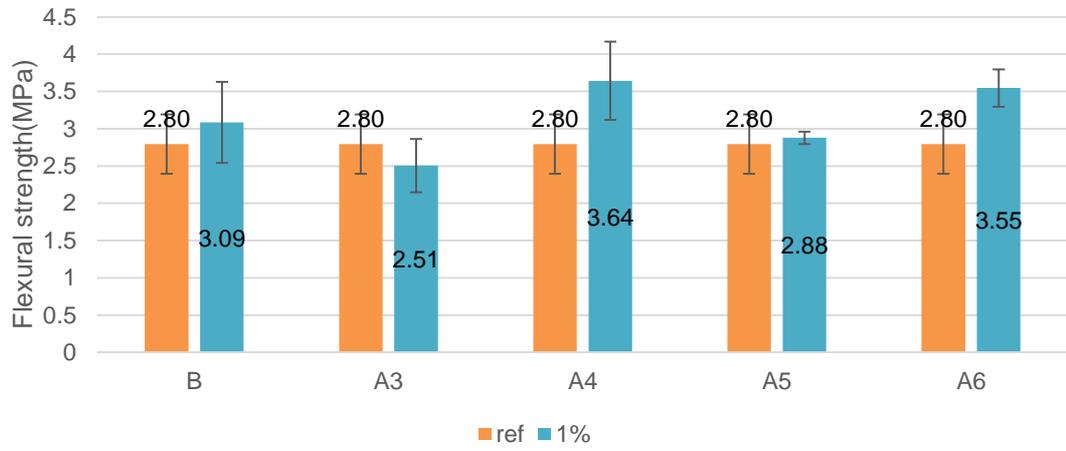
Figura 5.20. Confronto tra i valori del coefficiente di assorbimento capillare per i campioni a base NHL 5 e sabbia addizionati con vari tipi di fibre di basalto.

Miscela 2: NHL5 + aggregato pozzolanico + fibre chopped

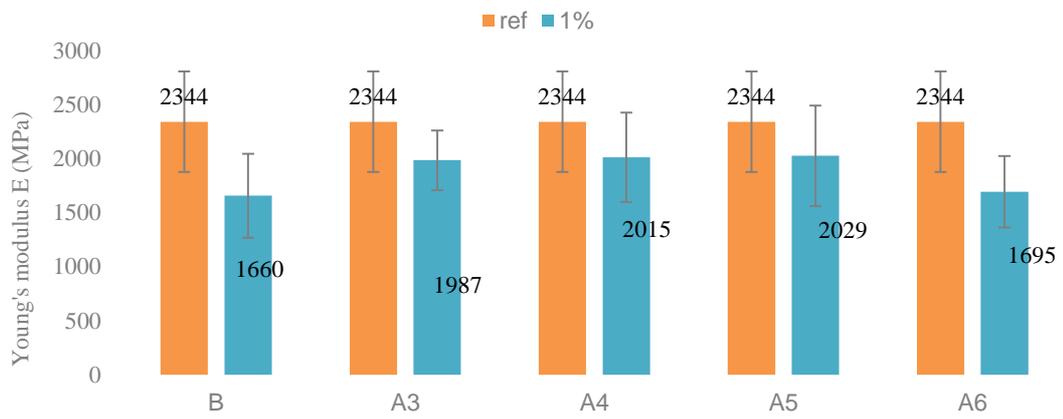
Per i campioni preparati con calce idraulica naturale e pozzolana, l'aggiunta di fibra all'1 wt. % non porta ad alcun miglioramento riguardo al modulo di Young. Il materiale è più forte ma meno rigido. Questo per tutti i tipi di fibre e sizing, come per la prima miscela; tuttavia, alcuni campioni si avvicinano quasi al valore di riferimento. Evidentemente, l'aggiunta di fibra ad una miscela con aggregato a

granulometria maggiore, porta alla creazione di più difetti nella preparazione, come confermato dall'aumento di acqua assorbita a saturazione. Soprattutto se si considera che in accordo con quanto affermato da S. Maria (2010) la tendenza all'assorbimento è maggiore in presenza di aggregato fine [28].

a)



b)



c)

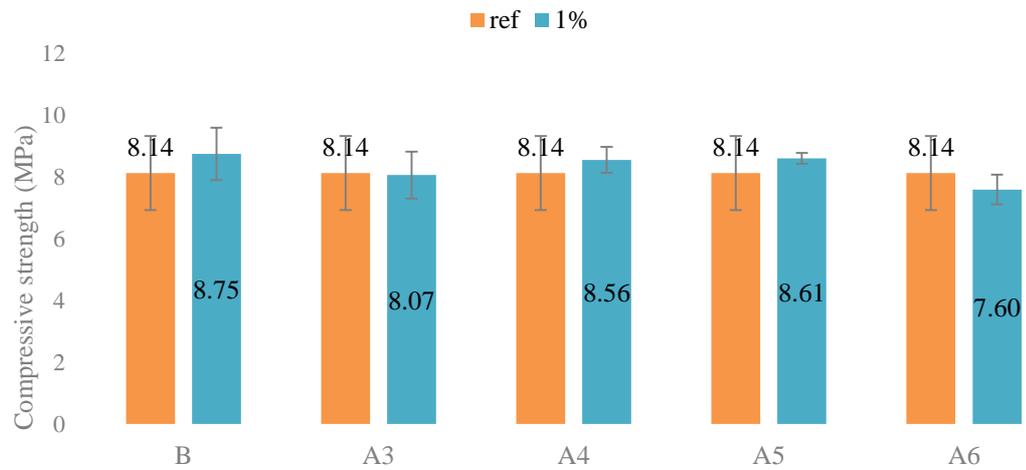


Figura 5.21. Resistenza a flessione (a), modulo di flessione (b) e resistenza a compressione (c) per campioni a base NHL 5 più pozzolana in funzione del tipo di fibre di basalto.

Avendo la porosità un effetto negativo sulla rigidità di un materiale, i valori dei campioni addizionati non superano il valore del riferimento nel modulo di Young; mentre tutte le aggiunte di fibre più grandi e più lunghe (B, A4, A5, A6) permettono la realizzazione di campioni con rottura a flessione superiore di quella del riferimento.

L'aggiunta di pozzolana nella miscela, un aggregato di comportamento idraulico, permette di raggiungere carichi di compressione molto elevati rispetto alla prima miscela. L'aggiunta di fibre a questa miscela non migliora la resistenza a compressione in modo netto. Essa risulta infatti leggermente incrementata in maniera per tre tipologie di campioni, di cui in maniera più evidente in B e A4. Ma nel caso degli altri due campioni a confronto col riferimento i valori delle incertezze sono tali per cui un aumento o una diminuzione della resistenza non può essere considerato significativo.

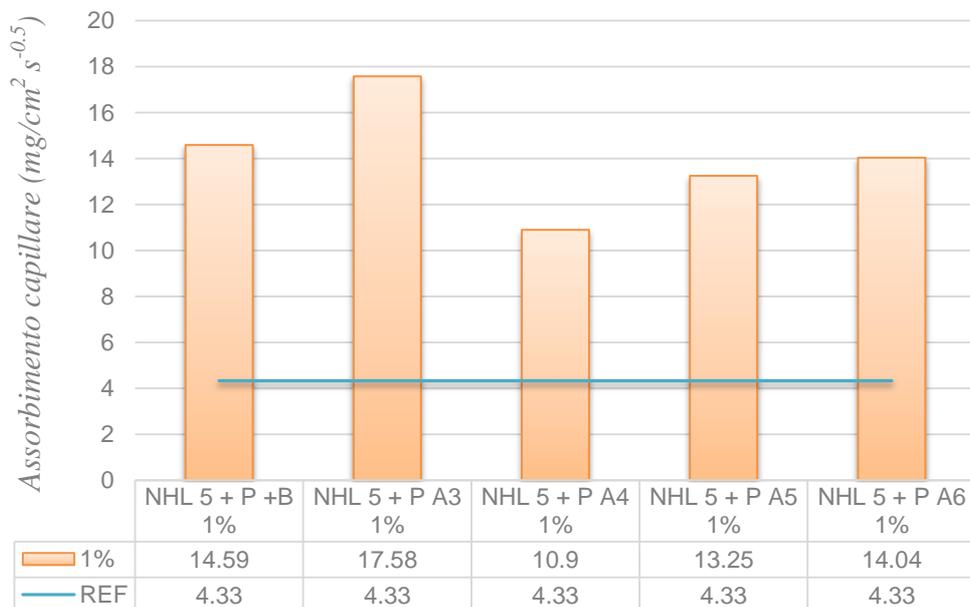


Figura 5.24. Confronto tra i valori del coefficiente di assorbimento per i campioni a base NHL 5 e pozzolana addizionati con vari tipi di fibre di basalto.

Tutti i campioni rinforzati con le fibre mostrano un coefficiente di assorbimento capillare più alto, ma anche un aumento della quantità di acqua assorbita. La

presenza di fibre, come per la prima miscela, rende più difficile la miscelazione e fa variare la dimensione dei pori dei capillari.

La granulometria dell'aggregato meno ben classata rispetto a quella della sabbia determina una maggiore variazione nella dimensione dei pori e una minore porosità capillare. Confrontando tutti i campioni preparati con la seconda miscela (fig. 5.22), si nota un incremento (dal minore al maggiore) nell'assorbimento capillare con l'aggiunta, in ordine, di fibre A4, A5, A6, B, e infine A3.

5.1 Riferimenti bibliografici

- [1] J. Kim, Y. Mai, “Engineered Interfaces in Fiber-reinforced Composites”, 1998.
- [2] M.L. Santarelli, F. Sbardella, M. Zuena, J. Tirillò, F. Sarasini, *Basalt fiber reinforced natural hydraulic lime mortars, A potential bio-based material for restoration*, Materials and Design, 63, 398–406, 2014.
- [3] M.L. Santarelli, F. Sbardella, M. Zuena, M. Albé, G. Quattrociocchi, J. Tirilló, M. Valente, F. Sarasini, *Malte più performanti con le fibre di basalto*, Compositi Magazine, 7-16, Settembre 2014 (on-line Tecneditedizioni.it).
- [4] NHL 3-5 Product Data Sheet, CESA, 2015, www.c-e-s-a.fr (on-line).
- [5] NHL 5 Product Data Sheet, CESA, 2015, www.c-e-s-a.fr (on-line).
- [6] F. Iucolano, B. Liguori, C. Colella, *Fibre-reinforced lime-based mortars: A possible resource for ancient masonry restoration*, Construction and Building Materials, Vol. 38, 785–789, 2013.
- [7] N. Kabay, *Abrasion resistance and fracture energy of concretes with basalt fiber*, Construction and Building Materials, 50, 95-101, 2014.
- [8] D.P. Dias, C. Thaumaturgo, *Fracture toughness of geopolymeric concretes reinforced with basalt fibers*. Cement Concrete Composites 27,49–54, 2005.
- [9] F. Altun, T. Haktanir, K. Ari, *Effects of steel fiber addition on mechanical properties of concrete and RC beams*, Construction and Building Materials, 21, 654–61,2007

-
- [10] P.S. Song, S. Hwang, *Mechanical properties of high-strength steel fiber-reinforced concrete*, Construction and Building Materials, 18, 669–731, 2004.
- [11] Z. Z. Sun, Q.W. Xu, *Microscopic, physical and mechanical analysis of polypropylene fiber reinforced concrete*, Mater Sci Eng., A, 527, 198–204, 2009.
- [12] G. Quattrocioni, M. Albé, J. Tirilló, F. Sarasini, M. Valente, M.L. Santarelli, *Basalt fibres as a sustainable reinforcement for mortars: preliminary study*, Material Characterisation VII, 109-120, 2015.
- [13] W. D. Callister Jr “Scienza e ingegneria dei materiali una introduzione”. EdiSES, 2007.
- [14] M. Collepari, S. Collepari, R. Troli, "Il nuovo calcestruzzo", Tintoretto, 2002.
- [15] V. Alunno Rossetti, "Il calcestruzzo, Materiali e tecnologia" McGraw-Hill, 1999, p. 343.
- [16] M. Collepari, *Dal calcestruzzo antico a quello moderno, parte III*, Enco-Journal, 2002. (On-line).
- [17] G. Borino, B. Failla, F. Parrinello, *Un modello di danno non locale per l'analisi a collasso di strutture di materiale quasi-fragile*, Atti del XVI Convegno Nazionale del Gruppo Italiano Frattura, Catania, Giugno 2002, Editore Gruppo Italiano Frattura.
- [18] S. P. Shah, B. V. Rangan, *Fiber Reinforced Concrete Properties*, ACI, Title: Fiber Reinforced Concrete Properties Journal Proceedings, 68, 126-137, 1671.

-
- [19] F. C. Cambell, Introduction to Composite Materials, Structural Composite Materials, ASM, 2010.
- [20] W. D Callister Jr., “Scienza e ingegneria dei materiali una introduzione”, Edises 2007.
- [21] A. M. Brandt, “Cement-based composites, Material, mechanical properties and performance”, 277-355, 2009.
- [22] R. Chan, V. Bindiganavile, *Toughness of fibre reinforced hydraulic lime mortar. Part-1: Quasi-static response*, Mater Struct, 43 (10) (2010), 1435-1444, 2010.
- [23] R. Chan, V. Bindiganavile, *Toughness of fibre reinforced hydraulic lime mortar. Part-2: Dynamic response*, Mater Struct, 43 (10) (2010), 1445-1455, 2010.
- [24] C. P. Ostertag, C. Yi, *Crack/fiber interaction and crack growth resistance behavior in microfiber reinforced mortar specimens*, Materials and Structures, 40, 679-691, 2006.
- [25] P. Vannucci, “Dispense del Corso di Dottorato in Materiali Compositi per Impieghi Strutturali”, (On-line).
- [26] A.B. Kizilkanat, N. Kabay, V. Akyüncü, S.Chowdhury, A. H. Akça, *Mechanical properties and fracture behavior of basalt and glass fiber reinforced concrete: An experimental study*, Construction and Building Materials 100, 218–224, 2015.

[27] C. High, H.M. Seliem, A. El-Safty, S.H. Rizkalla, *Use of basalt fibers for concrete structures*, *Constr. Build. Mater.* 96, 37–46, 2015.

[28] S. Maria, *Methods for porosity measurement in lime-based mortars*, *Construction and Building Materials* 24, 2572–2578, 2010.

Capitolo 6. Discussione statistica dei risultati

È possibile fare ulteriori considerazioni riguardo la distribuzione dei dati. Per i vari set di dati sono stati preparati cinque campioni con lo stesso metodo di miscelazione e condizioni di indurimento. Non trattandosi di un ampio database, le considerazioni sulle distribuzioni dei dati dovranno essere valutate come uno spunto per ulteriori considerazioni. Tradizionalmente, tra i modelli di variabili aleatorie (v.a.) che trovano maggiore impiego nella caratterizzazione probabilistica delle resistenze nei materiali di impiego nell'edilizia vi sono le seguenti distribuzioni: normale, log-normale e Weibull, tutti dipendenti da due parametri [1]. Il modello normale è stato spesso impiegato per rappresentare la variabilità della resistenza a compressione del calcestruzzo [2], sicché si è previsto che la distribuzione delle probabilità dei dati in esame seguisse la distribuzione normale di Gauss per i valori di resistenza a flessione e a compressione, nella tabella 6.1 si trovano i risultati del test del χ^2 a confronto e verificare la distribuzione per i campioni rinforzati con NHL + sabbia + fibre chopped.¹ In statistica il test del χ^2 è uno dei test utilizzati per verificare un'ipotesi che si basano sulla distribuzione della variabile casuale χ^2 per decidere se rifiutare o meno tale ipotesi [3].

Il test chi quadrato è ampiamente utilizzato per verificare che le frequenze dei valori osservati si adattino alle frequenze teoriche di una distribuzione di probabilità prefissata. Se $\chi^2 = 0$, le frequenze osservate corrispondono esattamente alle frequenze teoriche. Se invece $\chi^2 > 0$, esse differiscono. Maggiore è il valore di χ^2 , maggiore è la discrepanza tra le frequenze osservate e quelle teoriche.

Considerando $\chi^2 = \sum_1^3 \frac{O_k - E_k}{E_k}$ dove E_k (che è il numero previsto), corrisponde ai seguenti intervalli: $x < -\sigma$; $-\sigma < x < +\sigma$; $x > +\sigma$ [4, 5]

In questo caso il test è stato eseguito manualmente, ma tutti i software di elaborazione statistica ne permettono un rapido calcolo.

¹ Considerazioni sulla distribuzione resa possibile dalla preparazione di almeno cinque campioni per tipo.

Tabella 6.1. Test del χ^2 test per le resistenze a flessione e a compressione di campioni rinforzati chopped NHL

A1 (1%)

Resistenza a flessione				Resistenza a compressione			
κ	P_k	E_k	O_k	κ	P_k	E_k	O_k
(spazio)	(Probabilità)	(n. previsto)	(n.osservato)	(spazio)	(Probabilità)	(n. previsto)	(n.osservato)
1	16%	1	1	1	16%	1	1
2	68%	3	3	2	68%	3	3
3	16%	1	1	3	16%	1	1
$\chi^2 = 0$				$\chi^2 = 0$			

A1 (2%)

Resistenza a flessione				Resistenza a compressione			
κ	P_k	E_k	O_k	κ	P_k	E_k	O_k
(spazio)	(Probabilità)	(n. previsto)	(n.osservato)	(spazio)	(Probabilità)	(n. previsto)	(n.osservato)
1	16%	1	1	1	16%	1	1
2	68%	3	3	2	68%	3	3
3	16%	1	1	3	16%	1	1
$\chi^2 = 0$				$\chi^2 = 0$			

A2 (1%)

Resistenza a flessione				Resistenza a compressione			
κ	P_k	E_k	O_k	κ	P_k	E_k	O_k
(spazio)	(Probabilità)	(n. previsto)	(n.osservato)	(spazio)	(Probabilità)	(n. previsto)	(n.osservato)
1	16%	1	0	1	16%	1	1
2	68%	3	4	2	68%	3	3
3	16%	1	1	3	16%	1	1
$\chi^2 = 0.33$				$\chi^2 = 0$			

A2 (2%)

Resistenza a flessione

κ	P_k	E_k	O_k (n. osservato)
(spazio)	(Probabilità)	(n. previsto)	
1	16%	1	1
2	68%	3	3
3	16%	1	1

$$\chi^2 = 0$$

Resistenza a compressione

κ	P_k (Probabilità)	E_k	O_k (n. osservato)
(spazi)		(n. previsto)	
1	16%	1	1
2	68%	3	4
3	16%	1	0

$$\chi^2 = 0.33$$

A3 (1%)

Resistenza a flessione

κ	P_k (Probabilità)	E_k	O_k (n. osservato)
(spazio)		(n. previsto)	
1	16%	1	1
2	68%	3	3
3	16%	1	1

$$\chi^2 = 0$$

Resistenza a compressione

κ	P_k (Probabilità)	E_k	O_k (n. osservato)
(spazi)		(n. previsto)	
1	16%	1	1
2	68%	3	3
3	16%	1	1

$$\chi^2 = 0$$

A3 (2%)

Resistenza a flessione

κ	P_k	E_k	O_k (n. osservato)
(spazio)	(Probabilità)	(n. previsto)	
1	16%	1	1
2	68%	3	4
3	16%	1	0

$$\chi^2 = 0.33$$

Resistenza a compressione

κ	P_k	E_k	O_k
(spazi)	(Probabilità)	(n. previsto)	(n. osservato)
1	16%	1	1
2	68%	3	3
3	16%	1	1

$$\chi^2 = 0$$

A4 (1%)

Resistenza a flessione

κ	P_k	E_k	O_k (n. osservato)
(spazio)	(Probabilità)	(n. previsto)	
1	16%	1	1
2	68%	3	3
3	16%	1	1

$$\chi^2 = 0$$

Resistenza a compressione

κ	P_k	E_k	O_k
(spazi)	(Probabilità)	(n. previsto)	(n. osservato)
1	16%	1	2
2	68%	3	2
3	16%	1	1

$$\chi^2 = 0.33$$

A4 (2%)

Resistenza a flessione

κ	P_k	E_k	O_k (n. osservato)
(spazio)	(Probabilità)	(n. previsto)	
1	16%	1	1
2	68%	3	4
3	16%	1	0

$$\chi^2 = 0.33$$

Resistenza a compressione

κ	P_k	E_k	O_k
(spazi)	(Probabilità)	(n. previsto)	(n. osservato)
1	16%	1	1
2	68%	3	3
3	16%	1	1

$$\chi^2 = 0$$

A5 (1%)

Resistenza a flessione

κ	P_k	E_k	O_k
(spazio)	(Probabilità)	(n. previsto)	(n. osservato)
1	16%	1	1
2	68%	3	3
3	16%	1	1

$$\chi^2 = 0$$

Resistenza a compressione

κ	P_k	E_k (n. previsto)	O_k
(spazio)	(Probabilità)		(n. osservato)
1	16%	1	1
2	68%	3	4
3	16%	1	0

$$\chi^2 = 0.33$$

A5 (2%)

Resistenza a flessione

κ	P_k (Probabilità)	E_k	O_k
(spazio)		(n. previsto)	(n. osservato)
1	16%	1	1
2	68%	3	3
3	16%	1	1

$$\chi^2 = 0$$

Resistenza a compressione

κ	P_k (Probabilità)	E_k	O_k
(spazio)		(n. previsto)	(n. osservato)
1	16%	1	1
2	68%	3	3
3	16%	1	1

$$\chi^2 = 0$$

A6 (1%)

Resistenza a flessione

κ	P_k	E_k	O_k (n. osservato)
(spazio)	(Probabilità)	(n. previsto)	
1	16%	1	1
2	68%	3	3
3	16%	1	1

$$\chi^2 = 0$$

Resistenza a compressione

κ	P_k	E_k	O_k (n. osservato)
(spazi)	(Probabilità)	(n. previsto)	
1	16%	1	1
2	68%	3	3
3	16%	1	1

$$\chi^2 = 0$$

A6 (2%)

Resistenza a flessione				Resistenza a compressione			
κ	P_k (Probabilità)	E_k	O_k (n. osservato)	κ	P_k (Probabilità)	E_k	O_k (n. osservato)
(spazio)		(n. previsto)		(spazio)		(n. previsto)	
1	16%	1	1	1	16%	1	1
2	68%	3	3	2	68%	3	3
3	16%	1	1	3	16%	1	1
$\chi^2 = 0$				$\chi^2 = 0$			

B (1%)

Resistenza a flessione				Resistenza a compressione			
κ	P_k (Probabilità)	E_k	O_k (n. osservato)	κ	P_k (Probabilità)	E_k	O_k
(spazio)		(n. previsto)		(spazio)		(n. previsto)	(n. osservato)
1	16%	1	1	1	16%	1	1
2	68%	3	3	2	68%	3	4
3	16%	1	1	3	16%	1	0
$\chi^2 = 0$				$\chi^2 = 0.33$			

B (2%)

Resistenza a flessione				Resistenza a compressione			
κ	P_k	E_k	O_k	κ	P_k	E_k	O_k
(spazio)	(Probabilità)	(n. previsto)	(n. osservato)	(spazio)	(Probabilità)	(n. previsto)	(n. osservato)
1	16%	1	1	1	16%	1	0
2	68%	3	3	2	68%	3	4
3	16%	1	1	3	16%	1	1
$\chi^2 = 0$				$\chi^2 = 0.33$			

I valori molto bassi di χ^2 indicano come l'ipotesi sulla distribuzione delle probabilità fosse corretta, e i risultati siano descritti dalla distribuzione di Gauss. Anche se oggi sono disponibili vari software statistici avanzati per l'analisi dei dati, l'uso del t-test e del test del χ^2 rimangono degli strumenti validi di uso raccomandato per la definizione della distribuzione [6]. I valori di chi quadro per la resistenza a compressione si discostano dallo zero, per tanto si è deciso di utilizzare anche il modello di Weibull, uno dei più adatti nella descrizione

dell'andamento sperimentale delle resistenze dei materiali fragili (adatto ai materiali innovativi come i compositi fibrorinforzati, sempre più diffusi anche nelle costruzioni, caratterizzati da modalità di rottura tipica di un materiale fragile) [1]. Attraverso il test di Kolmogorov-Smirnov, un altro test non parametrico che verifica la forma delle distribuzioni campionarie definendo la bontà di un'ipotesi di partenza su una determinata distribuzione. In tabella 6.2 si descrivono i dati a compressione con questo test, in questo caso si è utilizzato "XLSTAT" per la modellazione dei dati.

Tabella 6.2. Test di Kolmogorov-Smirnov per la distribuzione di Weibull delle resistenze a compressione

Test di Kolmogorov-Smirnov (A1):		Test di Kolmogorov-Smirnov (A2):	
D	0.398	D	0.303
p-value	0.600	p-value	0.879
alfa	0.05	alfa	0.05
<p>Interpretazione del testo: H0: Il campione segue una distribuzione di Weibull (2) Ha: Il campione non segue una distribuzione di Weibull (2) Considerando che il p-value calcolato è superiore al livello di significazione della soglia $\alpha=0.05$, non è possibile rifiutare l'ipotesi nulla H0. Il rischio di rifiutare l'ipotesi nulla H0 mentre è vera è 60.00%.</p>		<p>Interpretazione del testo: H0: Il campione segue una distribuzione di Weibull (2) Ha: Il campione non segue una distribuzione di Weibull (2) Considerando che il p-value calcolato è superiore al livello di significazione della soglia $\alpha=0.05$, non è possibile rifiutare l'ipotesi nulla H0. Il rischio di rifiutare l'ipotesi nulla H0 mentre è vera è 87.93%.</p>	

Test di Kolmogorov-Smirnov (A3):		Test di Kolmogorov-Smirnov (B):	
D	0.359	D	0.274
p-value	0.708	p-value	0.941
alfa	0.05	alfa	0.05
<p>Interpretazione del testo:</p> <p>H0: Il campione segue una distribuzione di Weibull (2)</p> <p>Ha: Il campione non segue una distribuzione di Weibull (2)</p> <p>Considerando che il p-value calcolato è superiore al livello di significazione della soglia $\alpha=0.05$, non è possibile rifiutare l'ipotesi nulla H0.</p> <p>Il rischio di rifiutare l'ipotesi nulla H0 mentre è vera è 70.75%.</p>		<p>Interpretazione del testo:</p> <p>H0: Il campione segue una distribuzione di Weibull (2)</p> <p>Ha: Il campione non segue una distribuzione di Weibull (2)</p> <p>Considerando che il p-value calcolato è superiore al livello di significazione della soglia $\alpha=0.05$, non è possibile rifiutare l'ipotesi nulla H0.</p> <p>Il rischio di rifiutare l'ipotesi nulla H0 mentre è vera è 94.06%.</p>	
Test di Kolmogorov-Smirnov (A4):		Test di Kolmogorov-Smirnov (A5):	
D	0.269	D	0.357
p-value	0.948	p-value	0.713
alfa	0.05	alfa	0.05
<p>Interpretazione del testo:</p> <p>H0: Il campione segue una distribuzione di Weibull (2)</p> <p>Ha: Il campione non segue una distribuzione di Weibull (2)</p> <p>Considerando che il p-value calcolato è superiore al livello di significazione della soglia $\alpha=0.05$, non è possibile rifiutare l'ipotesi nulla H0.</p> <p>Il rischio di rifiutare l'ipotesi nulla H0 mentre è vera è 94.82%.</p>		<p>Interpretazione del testo:</p> <p>H0: Il campione segue una distribuzione di Weibull (2)</p> <p>Ha: Il campione non segue una distribuzione di Weibull (2)</p> <p>Considerando che il p-value calcolato è superiore al livello di significazione della soglia $\alpha=0.05$, non è possibile rifiutare l'ipotesi nulla H0.</p> <p>Il rischio di rifiutare l'ipotesi nulla H0 mentre è vera è 71.25%.</p>	

Test di Kolmogorov-Smirnov (A6):	
D	0.424
p-value	0.529
alfa	0.05
<p>Interpretazione del testo:</p> <p>H0: Il campione segue una distribuzione di Weibull (2)</p> <p>Ha: Il campione non segue una distribuzione di Weibull (2)</p> <p>Considerando che il p-value calcolato è superiore al livello di significazione della soglia alfa=0.05, non è possibile rifiutare l'ipotesi nulla H0.</p> <p>Il rischio di rifiutare l'ipotesi nulla H0 mentre è vera è 52.88%.</p>	

Nei casi A2, B, A4, il rischio di rifiutare l'ipotesi nulla mentre è vera è prossimo al 90%, A3 e A5 è più basso vicino al 70% e solo per A1, e A6 è 60% e 50%.

E' opportuno fare altre considerazioni interessanti sulla varianza della popolazione del campione, in particolare con un confronto tra i campioni ottenuti con metodi di miscelazione manuale e campioni preparati con miscelatore automatico.

La varianza interna dei due gruppi rispetto alla inter-varianza (varianza tra gruppi) può essere valutata mediante l'uso dell' *Analisi della Varianza* (ANOVA-Analysis of Variance) ossia un'estensione del t-test per due campioni [7]. Si tratta di una tecnica di analisi statistica di tipo parametrico dei dati che consente di verificare ipotesi relative a differenze tra le medie di due o più popolazioni (ovviamente in questo caso l'abbondanza della popolazione è un limite da considerare, pur tuttavia rimane un tipo di analisi interessante per mettere a confronto variabili indipendenti) [8]. Utilizzando il software "R", dopo la conferma che la distribuzione della popolazione sia normale (indicato dai valori $p > 0.05$), e che sia un caso di sequenza omoschedastica ossia che sussista un'omogeneità delle varianze (per ciascun gruppo), vale a dire che la sequenza possieda la stessa varianza, si è effettuato il confronto tra i gruppi di valori, come esempio nella pagina seguente ANOVA usando "R" per la resistenza a flessione nei gruppi di campioni con la stessa aggiunta di fibre, ovvero di fibre chopped B all'1% .

Il linguaggio è il seguente:

```
> a = c(1.78, 1.67, 1.65, 1.80)
> b = c(1.34, 1.43, 1.64, 1.47)
> dati = c(a,b)
> gruppi = factor(rep(letters[1:2], each = 4))
> gruppi
[1] a a a a b b b b
Levels: a b
> bartlett.test(dati, gruppi)

    Bartlett test of homogeneity of variances

anova ( lm (y~A) )
Bartlett's K-squared = 0.62717, df = 1, p-value = 0.4284

> modello = lm(formula = dati ~ gruppi)
> anova (modello)

Analysis of Variance Table

Response: dati

          Df      Sum Sq  Mean Sq    F value    Pr(>F)
gruppi    1    0.13005  0.130050     12.06    0.01326
Residuals 6    0.06470  0.010783
```

f = degrees of freedom gradi di libertà

Sum Sq = deviance deviazione (tra i gruppi e residua)

Mean Sq = variazione (deviazione tra i gruppi e residua)

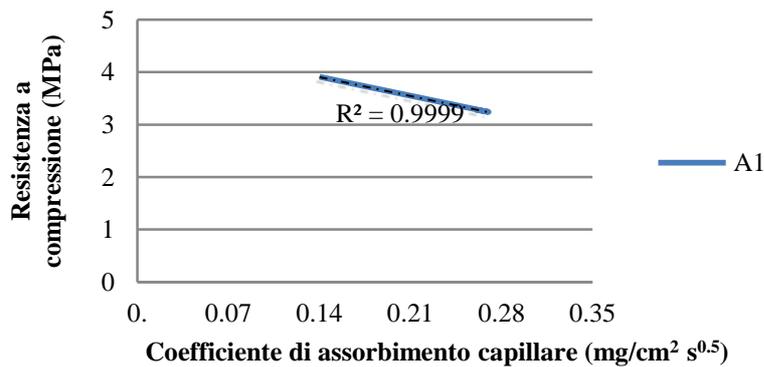
F value = valore statistico del test, calcolato come variazione tra i gruppi/ variazione residua

Pr(>F) = corrisponde al valore p

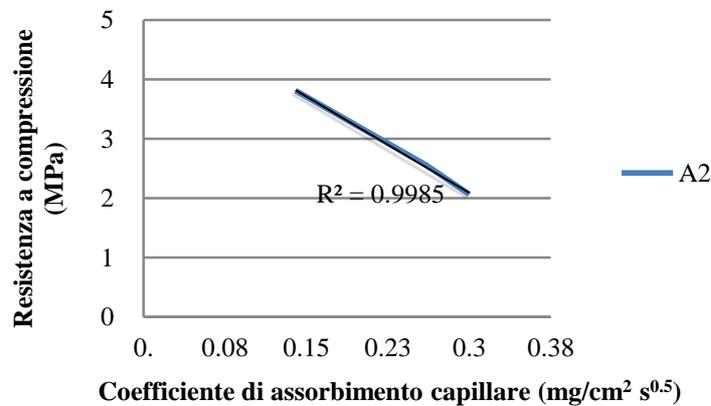
Essendo P_r (valore p) < 0.05 , l'ANOVA è significativo, e si verificano differenze costanti tra i gruppi [9, 10, 11, 12], confermando quanto sia rilevante il metodo di miscelazione in funzione dei risultati.

Nell'elaborazione dei dati, un'altra valutazione effettuata riguarda il rapporto tra la porosità e la resistenza a compressione nei campioni di NHL5 + sabbia + fibre chopped. Nei paragrafi precedenti è stata discussa la dipendenza tra l'aumento dell'indice di assorbimento capillare e l'aumento del contenuto di fibre nella miscela. In seguito, verranno effettuate considerazioni sulla correlazione tra l'aumento della porosità capillare e la resistenza a compressione attraverso il coefficiente di regressione r^2 come dalle seguenti figure. Più la regressione lineare si adatterà ai dati rispetto alla semplice media, e più vicino il valore R^2 sarà ad 1.

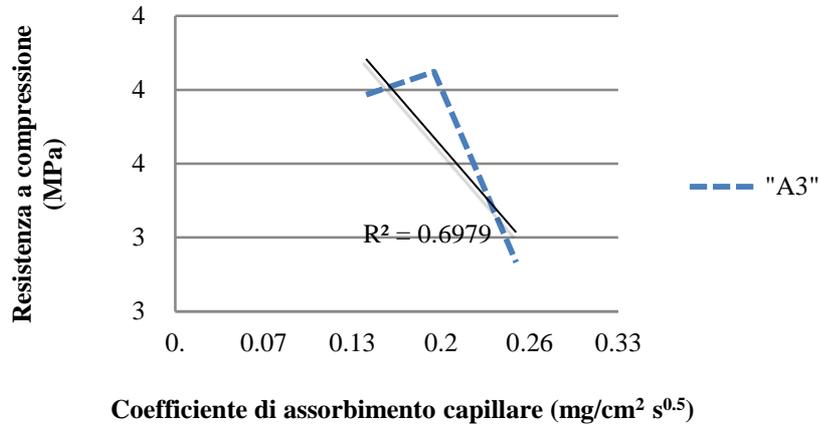
a)



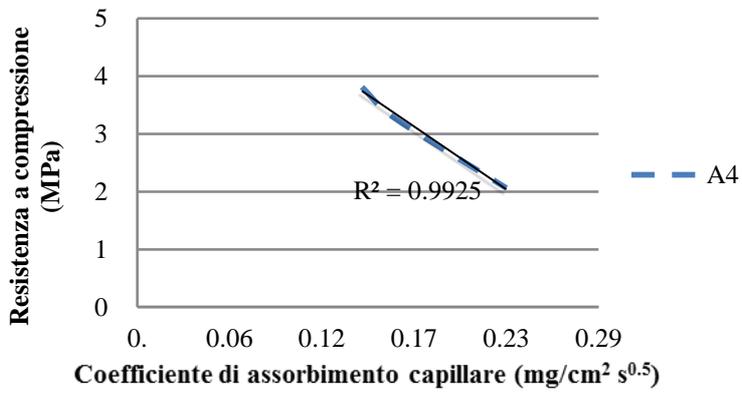
b)



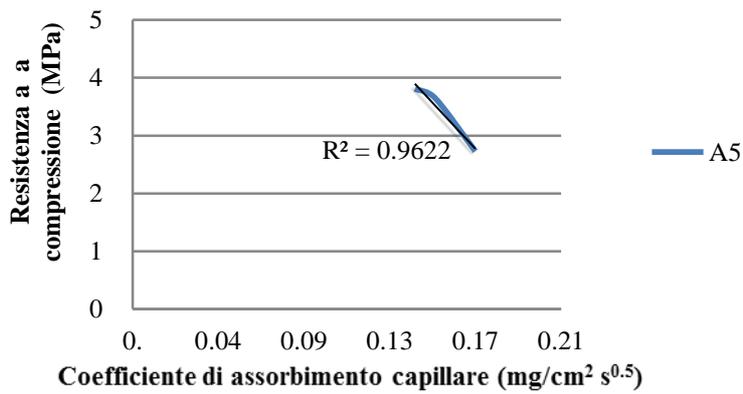
c)



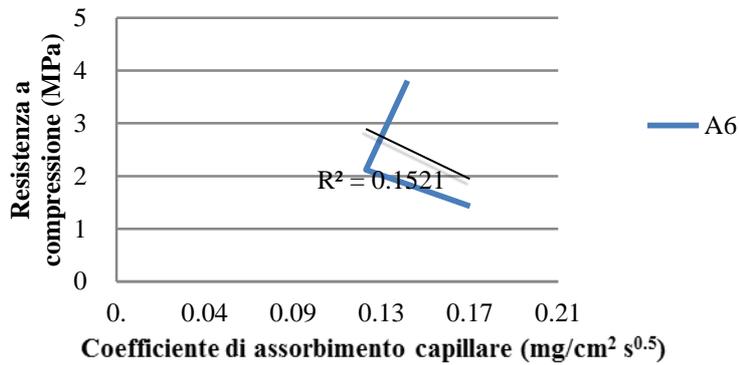
d)



e)



f)



g)

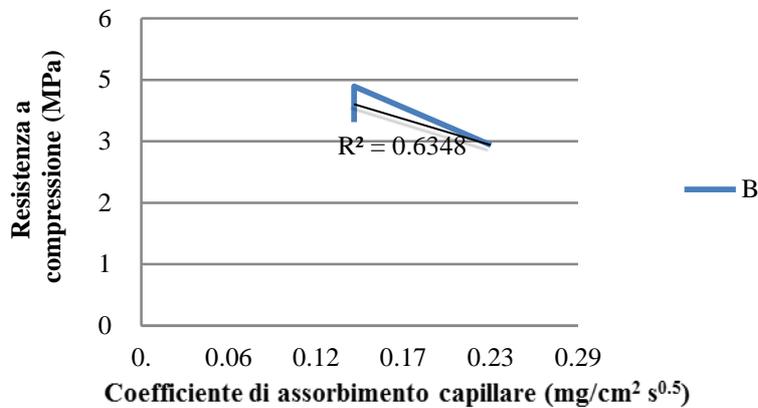
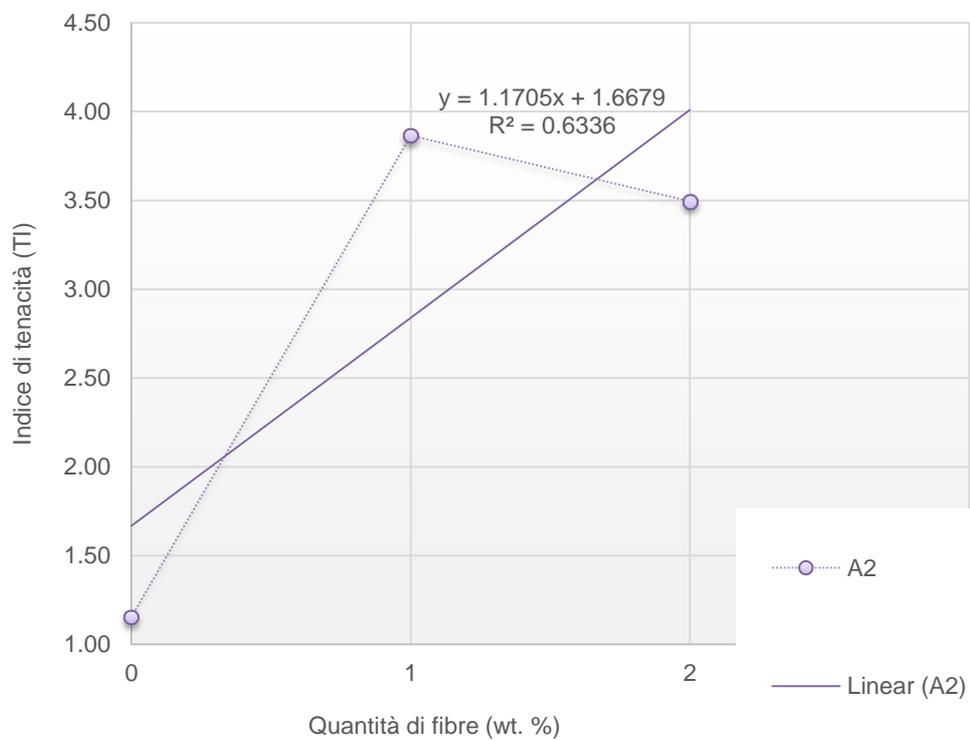
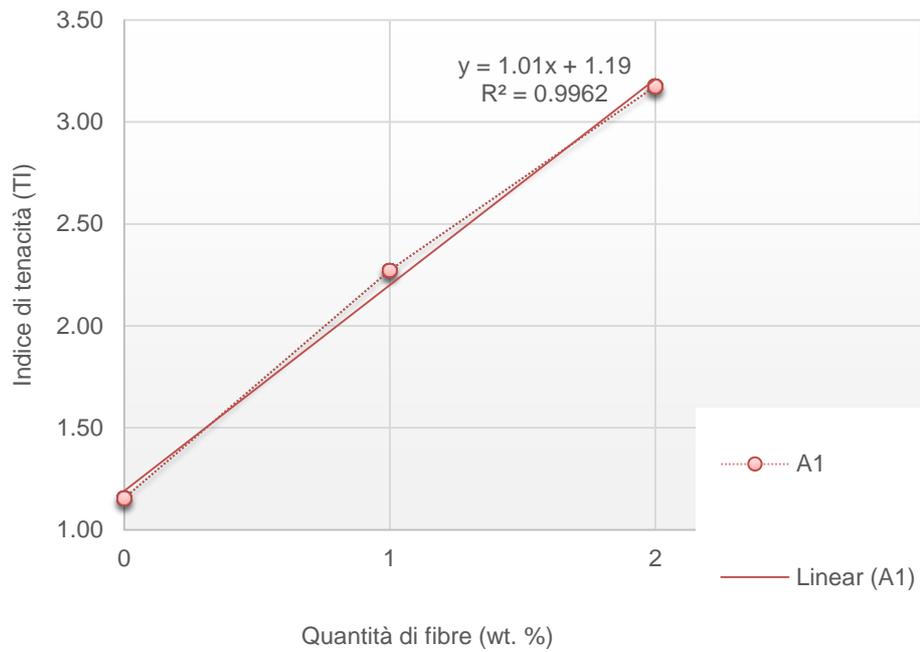


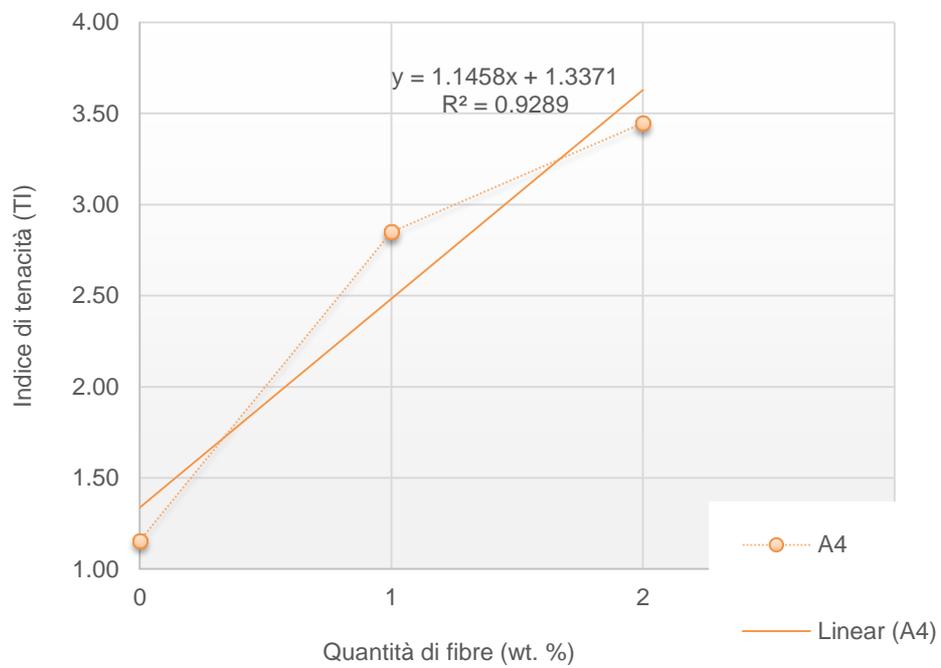
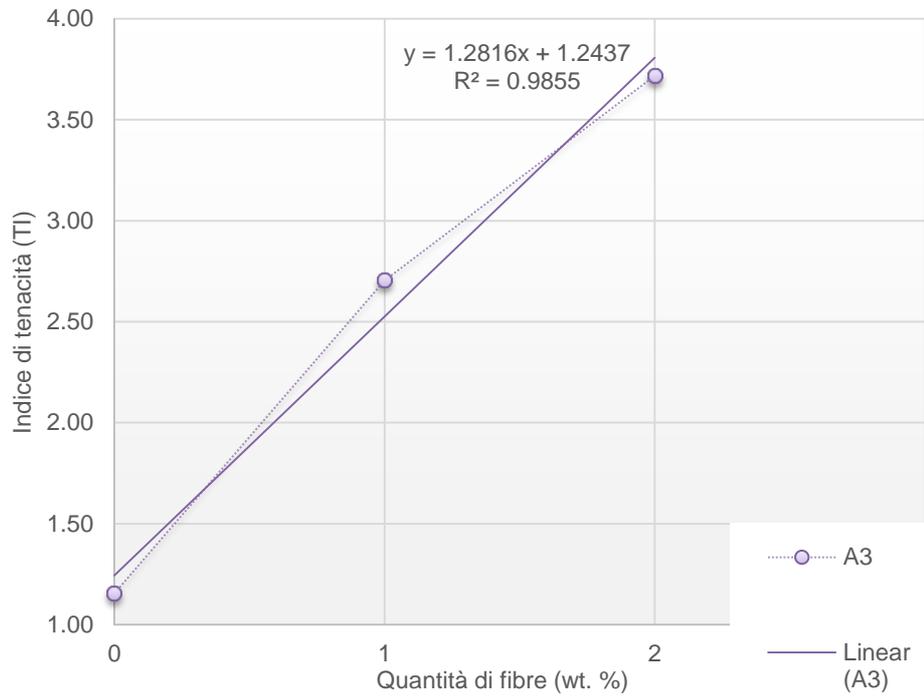
Figura 6.1. a-g) Correlazione tra i valori di resistenza a compressione e i coefficienti di assorbimento capillare per i vari tipi di campioni rinforzati con diverse fibre chopped appartenenti alla miscela 1. La linea di tendenza varia in funzione del contenuto di fibra nel campione (0; 1; 2 wt. %) per ciascun gruppo.

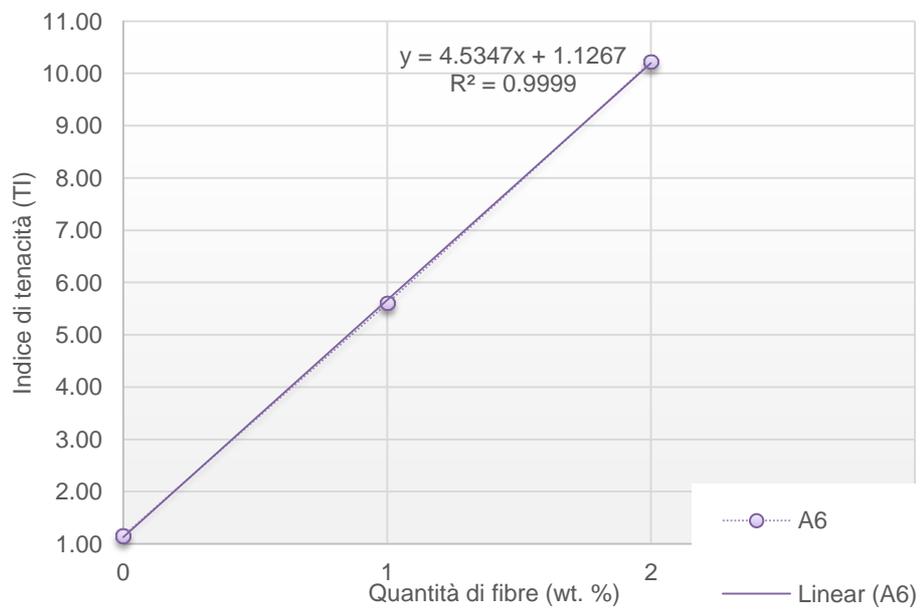
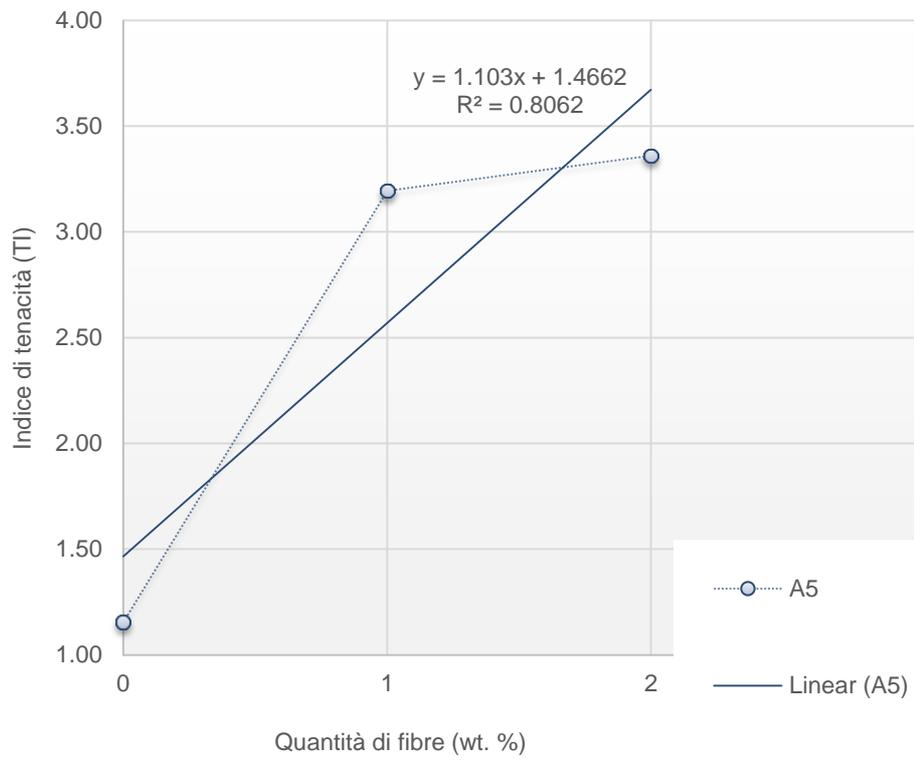
Come è possibile notare nella figura 6.1, quattro gruppi su sette mostrano una regressione lineare prossima ad 1, indicando una correlazione tra le due variabili. Si ricorda che in una funzione lineare R^2 rappresenta il quadrato del coefficiente di correlazione o coefficiente di Pearson [13]. Solo nel caso delle fibre A6, quelle più lunghe, il valore R^2 risulta basso. Come considerazione generale, con l'aumento della percentuale di fibre nella miscela, la porosità aumenta e la resistenza a compressione diminuisce.

Un'altra correlazione molto interessante è quella che si viene a verificare tra aumento di concentrazione di fibre in miscela ed indice di tenacità (TI).

In figura 6.2 è possibile apprezzare la correlazione tra le due variabili. Si tratta di un tipo di rappresentazione grafica molto utilizzata (si veda ad es. N. Kabay, 2010 [14]).







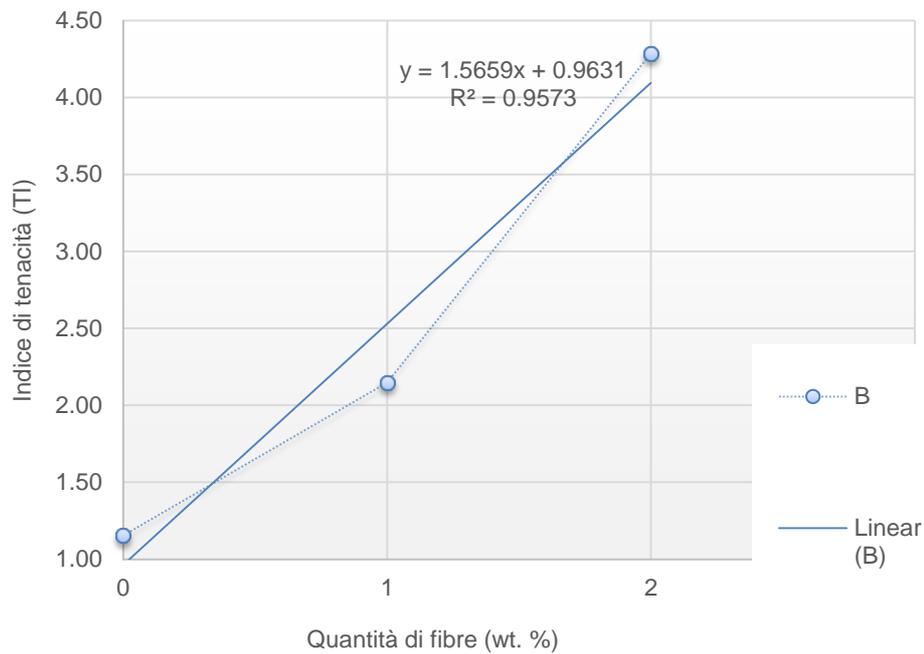


Figura 6.2. a-g) Correlazione tra i valori dell'indice di tenacità ed il contenuto di fibre per i campioni appartenenti alla miscela 1. La linea di tendenza varia in funzione del contenuto di fibra nel campione (0; 1; 2 wt. %) per ciascun gruppo.

Un confronto tra figura 6.2 e figura 6.3 permette di apprezzare come esista una relazione lineare tra i valori di tenacità sia in funzione della quantità di fibra sia in funzione della lunghezza delle fibre stesse. Tale correlazione è particolarmente evidente per il campione A6.

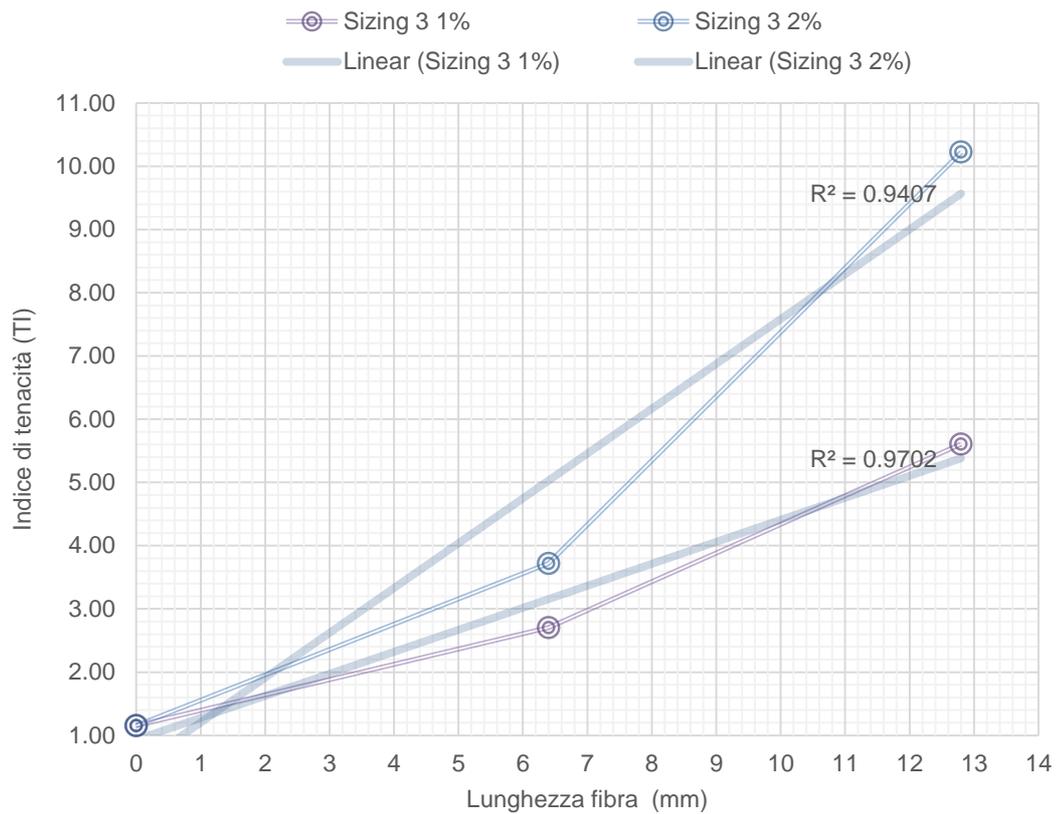
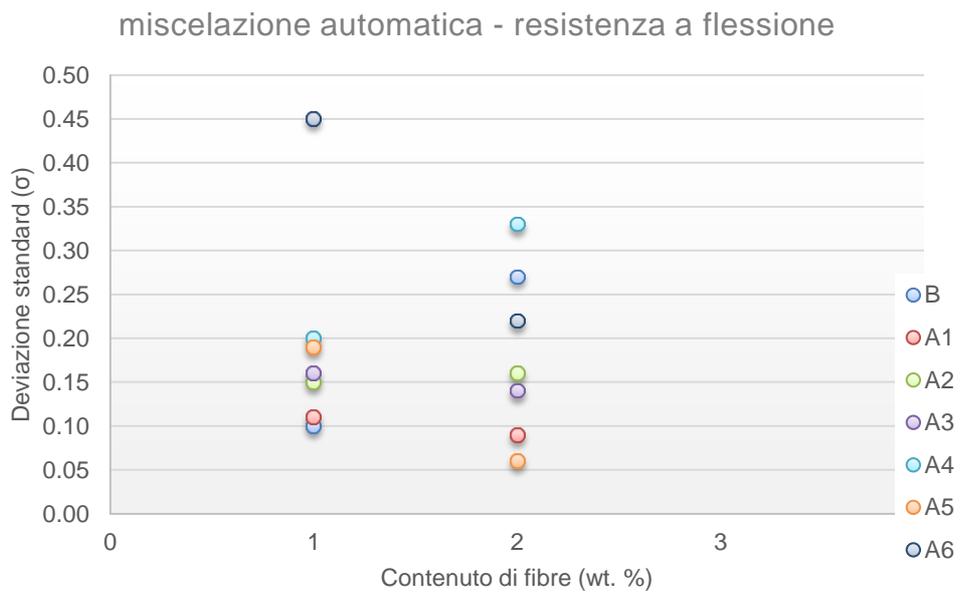
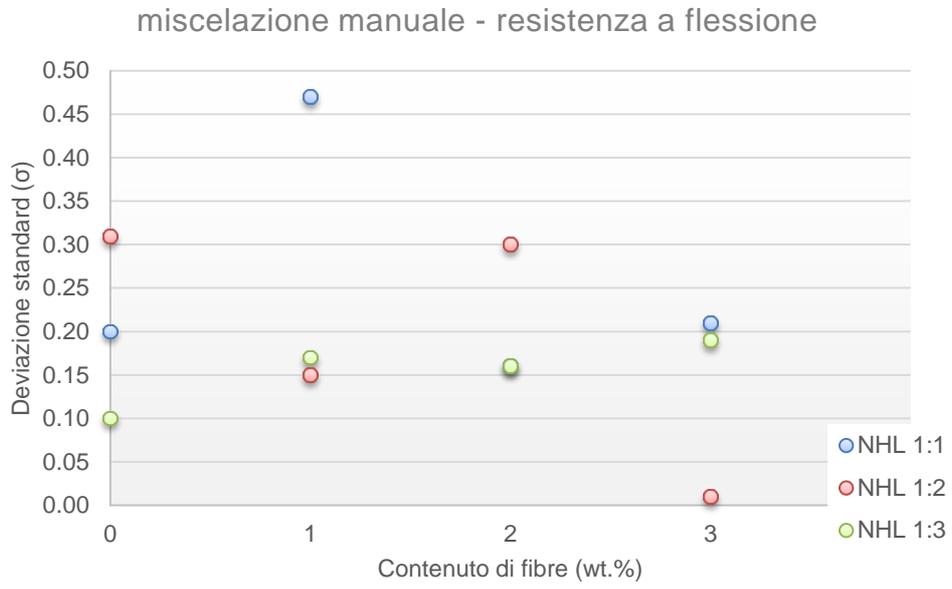


Figura 6.3. a-g) Correlazione tra i valori dell'indice di tenacità ed il contenuto di fibre per i campioni di lunghezze diverse e stessa percentuale. La linea di tendenza varia in funzione della lunghezza della fibra contenuto di fibra nel campione (0; 1; 2 wt. %) per ciascun gruppo.

Delle altre considerazioni da fare sono relative alla significatività dei dati, e alla grande variabilità riscontrata tra i campioni. Una valutazione delle incertezze viene di seguito elaborata in un confronto tra le distribuzioni delle deviazioni standard delle varie popolazioni. Si può osservare una grande dispersione dei dati, ma questo nel caso di materiali da costruzione non è insolito tanto che nel caso della resistenza a compressione porta M.T. Cristofaro et al. (2013) dopo aver studiato un database di 89 edifici nella regione Toscana alla considerazione che non sempre il valore medio possa essere considerato affidabile [15].

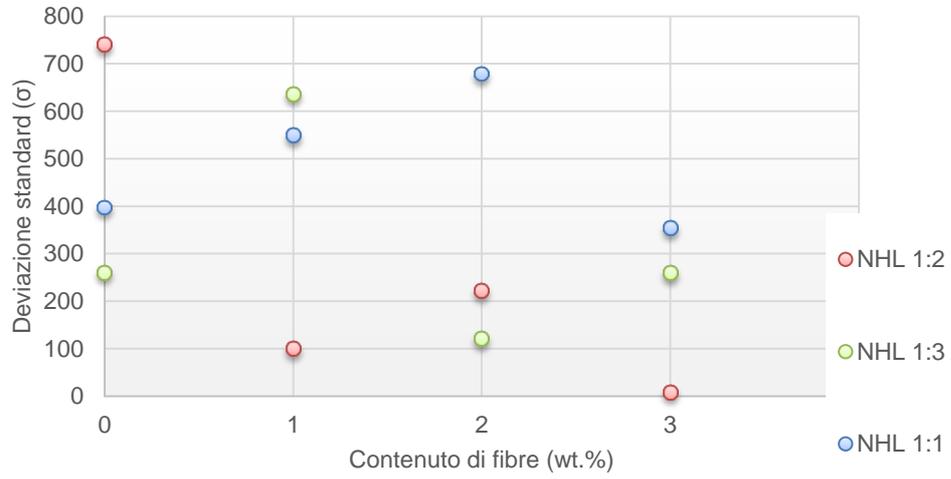
Si noti come le deviazioni standard presentino dei valori molto elevati sia nei campioni miscelati manualmente sia nei campioni miscelati automaticamente, indipendentemente dalla quantità di fibre. In generale i valori dei campioni rinforzati con A2 e A3 hanno delle deviazioni standard abbastanza vicine.

a)

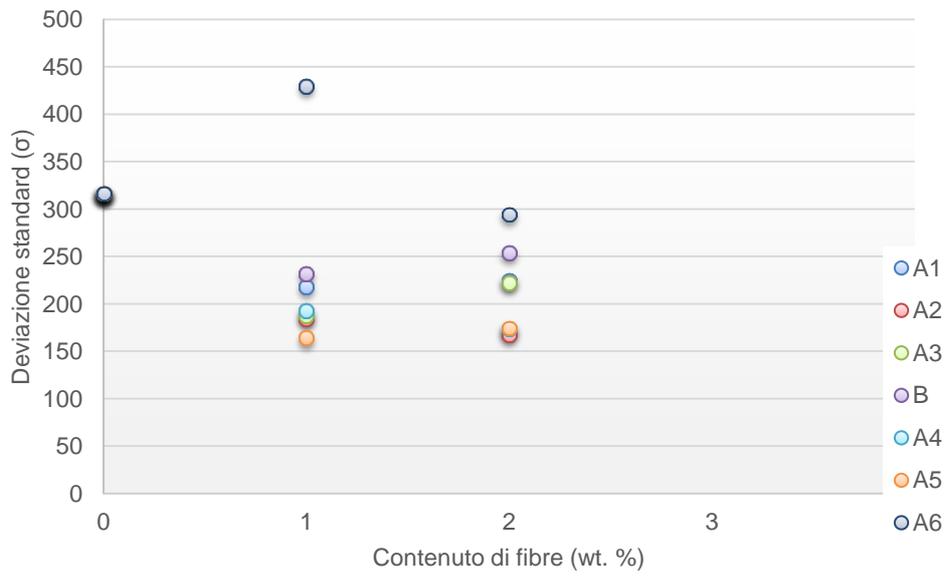


b)

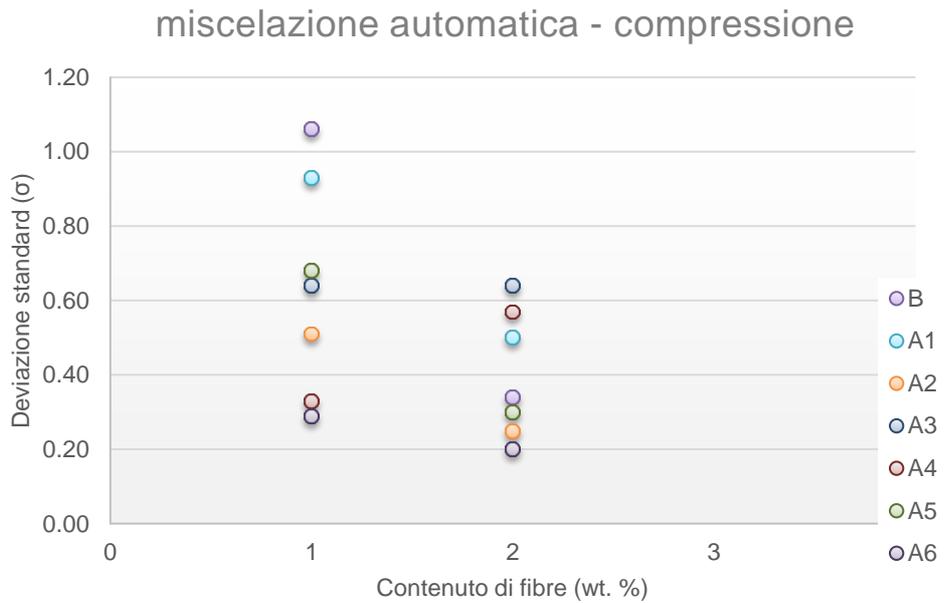
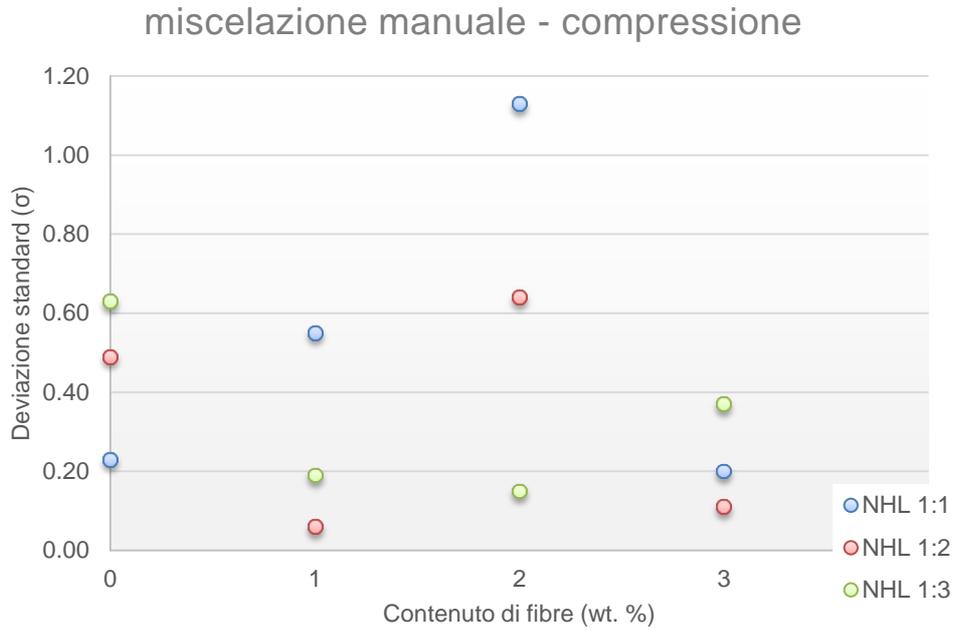
miscelazione manuale - modulo elastico



miscelazione automatica - modulo elastico



c)



6.4 Confronto delle deviazioni standard per i campioni miscelati con miscelazione manuale e con miscelatore automatico.

L'incertezza in una variabile aleatoria X si può indicare attraverso la funzione di distribuzione cumulata (CDF), $F(x)$. Questa associa ad ogni possibile valore x della variabile X (supporto della v.a.) la probabilità che abbia valore inferiore ad x . La densità di probabilità (PDF) è la funzione derivata della CDF, $f(x)$ che moltiplicata per l'infinitesimo dx , associa ad ogni possibile valore x la probabilità

che X sia compresa tra x e $x + dx$ [16]. Esistono molti modelli di v.a. che si usano comunemente per descrivere le incertezze di un certo fenomeno di interesse.

È stato precedentemente osservato come i dati delle prove meccaniche rispondano adeguatamente ad una distribuzione normale attraverso il test del chi quadro e in parte, per le sole resistenze a compressione, ad una distribuzione di Weibull attraverso il test di Kolgomorov-Smirnov. Di seguito un confronto tra alcune possibili distribuzioni per le deviazioni standard, per ottenere ulteriori considerazioni sulle distribuzioni delle incertezze nel presente studio, utilizzando alcuni dei modelli principali di distribuzione dei dati, normale, uniforme, log-normale. Per ogni set di dati sono state valutate tutte le possibili distribuzioni ma si riportano per completezza solo quelle ritenute maggiormente significative a rappresentare i risultati escludendo le ipotesi con basso indice di probabilità secondo il test di Kolgomorov-Smirnov (sempre utilizzando “XLSTAT” per la modellazione dei dati).

Tabella 6.3. Test di Kolmogorov-Smirnov per la distribuzione normale delle deviazioni standard delle resistenze a flessione

Test di Kolmogorov-Smirnov		
(dev_st carico flex 1%)		(dev_st carico flex 2%)
D	0.342	0.187
p-value	0.312	0.931
alfa	0.05	0.05
Interpretazione del testo: H0: Il campione segue una distribuzione Normale Ha: Il campione non segue una distribuzione Normale Considerando che il p-value calcolato è superiore al livello di significazione della soglia $\alpha=0.05$, non è possibile rifiutare l'ipotesi nulla H0. Il rischio di rifiutare l'ipotesi nulla H0 mentre è vera è 31.16%.		Interpretazione del testo: H0: Il campione segue una distribuzione Normale Ha: Il campione non segue una distribuzione Normale Considerando che il p-value calcolato è superiore al livello di significazione della soglia $\alpha=0.05$, non è possibile rifiutare l'ipotesi nulla H0. Il rischio di rifiutare l'ipotesi nulla H0 mentre è vera è 93.07%.

Tabella 6.4. Statistiche descrittive per le deviazioni standard delle resistenze a flessione per i campioni rinforzati all'1% e al 2% di fibre chopped in una distribuzione normale

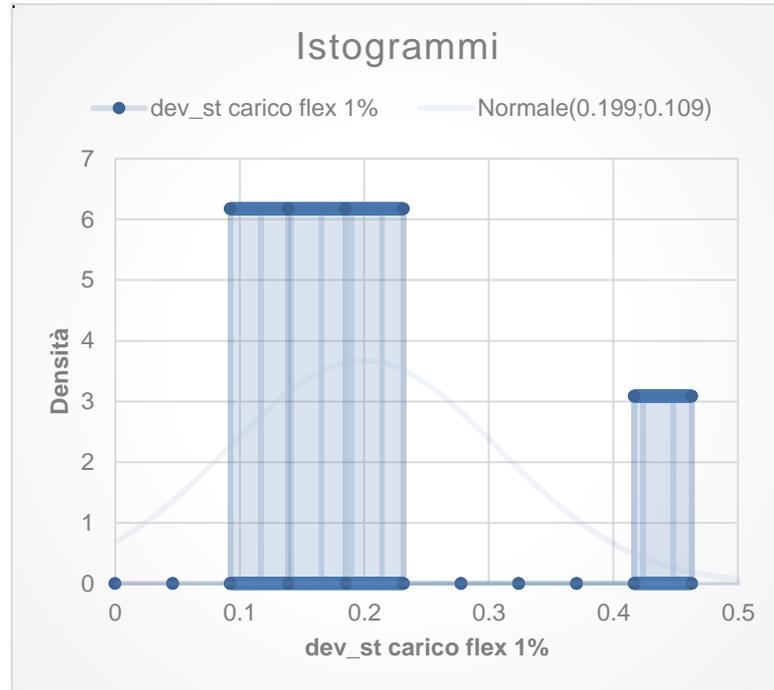
Statistiche descrittive per gli intervalli (dev_st carico flex 1%):

Limite inferiore	Limite superiore	Frequenza	Frequenza relativa	Densità (Dati)	Densità (Distribuzione)
0	0.046309	0	0.000	0.000	0.046
0.046309	0.092618	0	0.000	0.000	0.084
0.092618	0.138927	2	0.286	6.170	0.126
0.138927	0.185236	2	0.286	6.170	0.159
0.185236	0.231546	2	0.286	6.170	0.168
0.231546	0.277855	0	0.000	0.000	0.148
0.277855	0.324164	0	0.000	0.000	0.109
0.324164	0.370473	0	0.000	0.000	0.067
0.370473	0.416782	0	0.000	0.000	0.035
0.416782	0.463091	1	0.143	3.085	0.015

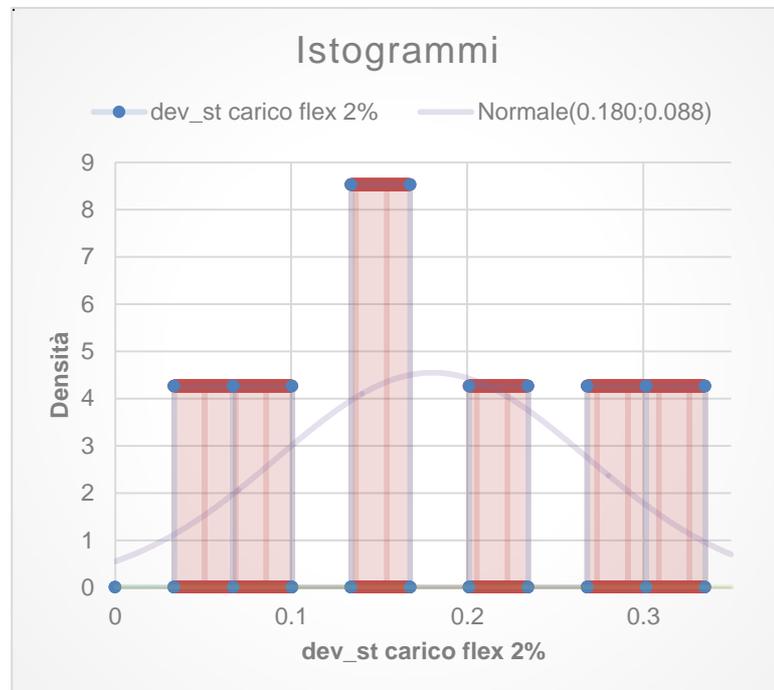
Statistiche descrittive per gli intervalli (dev_st carico flex 2%):

Limite inferiore	Limite superiore	Frequenza	Frequenza relativa	Densità (Dati)	Densità (Distribuzione)
0	0.033527	0	0.000	0.000	0.027
0.033527	0.067054	1	0.143	4.261	0.051
0.067054	0.100581	1	0.143	4.261	0.083
0.100581	0.134108	0	0.000	0.000	0.118
0.134108	0.167635	2	0.286	8.522	0.143
0.167635	0.201161	0	0.000	0.000	0.151
0.201161	0.234688	1	0.143	4.261	0.138
0.234688	0.268215	0	0.000	0.000	0.109
0.268215	0.301742	1	0.143	4.261	0.075
0.301742	0.335269	1	0.143	4.261	0.044

a)



b)



6.5 Confronto delle distribuzioni adattate al modello normale delle deviazioni standard delle resistenze a flessione per i campioni della miscela 1 al a) 1 wt. % e b) 2 wt. %.

Tabella 6.5. Test di Kolmogorov-Smirnov per la distribuzione log-normale delle deviazioni standard delle resistenze a flessione

Test di Kolmogorov-Smirnov		
(dev_st carico flex 1%)		(dev_st carico flex 2%)
D	0.238	0.158
p-value	0.742	0.983
alfa	0.05	0.05
<p>Interpretazione del testo: H0: Il campione segue una distribuzione Log-normale Ha: Il campione non segue una distribuzione Log-normale Considerando che il p-value calcolato è superiore al livello di significazione della soglia $\alpha=0.05$, non è possibile rifiutare l'ipotesi nulla H0. Il rischio di rifiutare l'ipotesi nulla H0 mentre è vera è 74.25%.</p>		<p>Interpretazione del testo: H0: Il campione segue una distribuzione Log-normale Ha: Il campione non segue una distribuzione Log-normale Considerando che il p-value calcolato è superiore al livello di significazione della soglia $\alpha=0.05$, non è possibile rifiutare l'ipotesi nulla H0. Il rischio di rifiutare l'ipotesi nulla H0 mentre è vera è 98.26%.</p>

Tabella 6.6 Statistiche descrittive per le deviazioni standard delle resistenze a flessione per i campioni rinforzati all'1% e al 2% di fibre chopped in una distribuzione log-normale

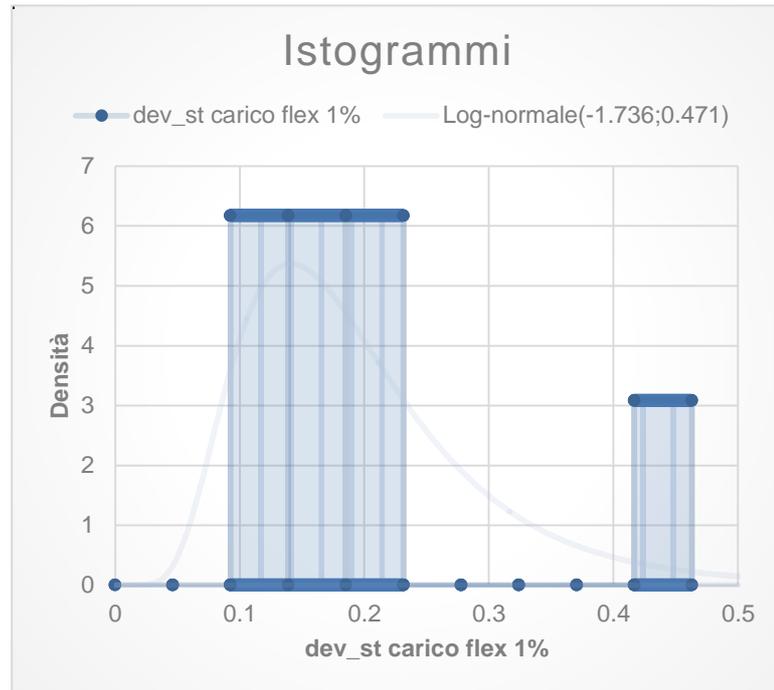
Statistiche descrittive per gli intervalli (dev_st carico flex 1%):

Limite inferiore	Limite superiore	Frequenza	Frequenza relativa	Densità (Dati)	Densità (Distribuzione)
0	0.046309	0	0.000	0.000	0.090
0.046309	0.092618	0	0.000	0.000	0.058
0.092618	0.138927	2	0.286	6.170	0.049
0.138927	0.185236	2	0.286	6.170	0.042
0.185236	0.231546	2	0.286	6.170	0.038
0.231546	0.277855	0	0.000	0.000	0.034
0.277855	0.324164	0	0.000	0.000	0.032
0.324164	0.370473	0	0.000	0.000	0.029
0.370473	0.416782	0	0.000	0.000	0.027
0.416782	0.463091	1	0.143	3.085	0.025

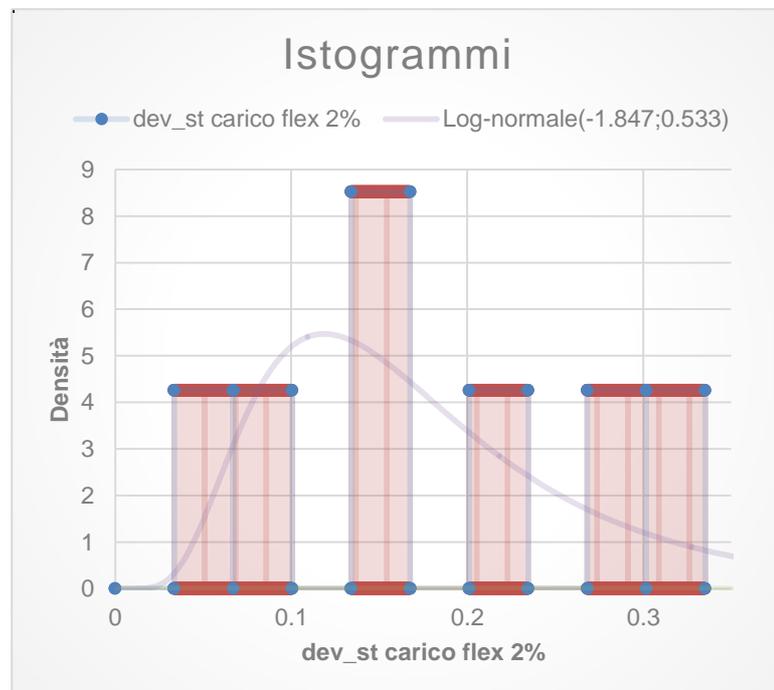
Statistiche descrittive per gli intervalli (dev_st carico flex 2%):

Limite inferiore	Limite superiore	Frequenza	Frequenza relativa	Densità (Dati)	Densità (Distribuzione)
0	0.033527	0	0.000	0.000	0.002
0.033527	0.067054	1	0.143	4.261	0.052
0.067054	0.100581	1	0.143	4.261	0.145
0.100581	0.134108	0	0.000	0.000	0.181
0.134108	0.167635	2	0.286	8.522	0.165
0.167635	0.201161	0	0.000	0.000	0.130
0.201161	0.234688	1	0.143	4.261	0.096
0.234688	0.268215	0	0.000	0.000	0.068
0.268215	0.301742	1	0.143	4.261	0.048
0.301742	0.335269	1	0.143	4.261	0.033

a)



b)



6.6 Confronto delle distribuzioni adattate al modello log-normale delle deviazioni standard delle resistenze a flessione per i campioni della miscela 1 al a) 1 wt. % e b) 2 wt. %.

Un confronto tra le distribuzioni delle deviazioni standard per le resistenze a flessione permette di affermare che sia una distribuzione log-normale sia una distribuzione normale sono particolarmente rappresentative per i campioni al 2% lo stesso non si può affermare per i campioni all'1 % in questo caso una deviazione log-normale risulta maggiormente appropriata.

Di seguito si riportano le medesime considerazioni per le deviazioni standard dei moduli elastici E, sempre per la miscela 1.

Tabella 6.7. Test di Kolmogorov-Smirnov per la distribuzione normale delle deviazioni standard dei moduli elastici

Test di Kolmogorov-Smirnov		
(dev_st modulo elastico 1%)		(dev_st modulo elastico 2%)
D	0.348	0.255
p-value	0.291	0.666
alfa	0.05	0.05
Interpretazione del testo: H0: Il campione segue una distribuzione Normale Ha: Il campione non segue una distribuzione Normale Considerando che il p-value calcolato è superiore al livello di significazione della soglia alfa=0.05, non è possibile rifiutare l'ipotesi nulla H0. Il rischio di rifiutare l'ipotesi nulla H0 mentre è vera è 29.15%.		Interpretazione del testo: H0: Il campione segue una distribuzione Normale Ha: Il campione non segue una distribuzione Normale Considerando che il p-value calcolato è superiore al livello di significazione della soglia alfa=0.05, non è possibile rifiutare l'ipotesi nulla H0. Il rischio di rifiutare l'ipotesi nulla H0 mentre è vera è 66.62%.

Tabella 6.8. Statistiche descrittive per le deviazioni standard dei moduli elastici per i campioni rinforzati all'1% e al 2% di fibre chopped in una distribuzione normale

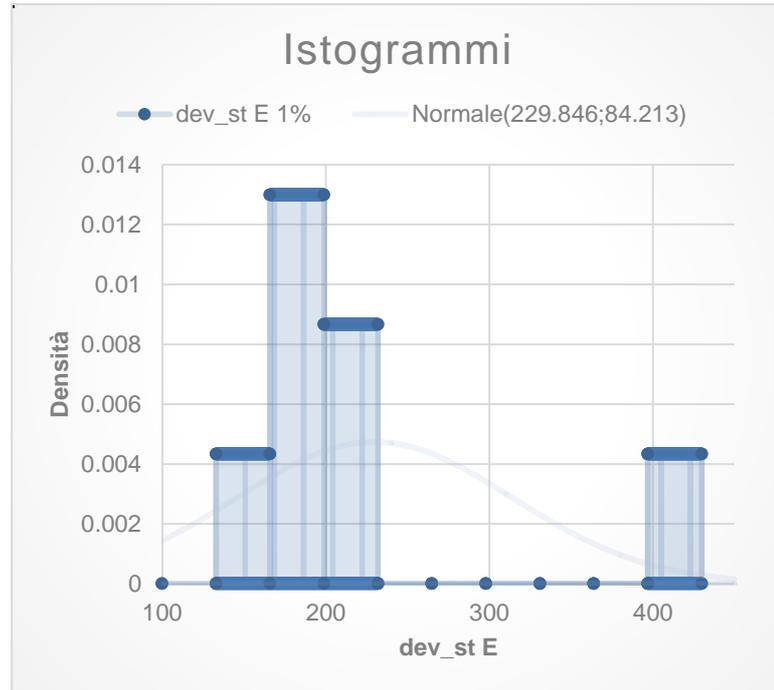
Statistiche descrittive per gli intervalli (dev_st E 1 %):

Limite inferiore	Limite superiore	Frequenza	Frequenza relativa	Densità (Dati)	Densità (Distribuzione)
100	133	0	0.000	0.000	0.064
133	166	1	0.143	0.004	0.099
166	199	3	0.429	0.013	0.133
199	232	2	0.286	0.009	0.153
232	265	0	0.000	0.000	0.152
265	298	0	0.000	0.000	0.129
298	331	0	0.000	0.000	0.094
331	364	0	0.000	0.000	0.059
364	397	0	0.000	0.000	0.032
397	430	1	0.143	0.004	0.015

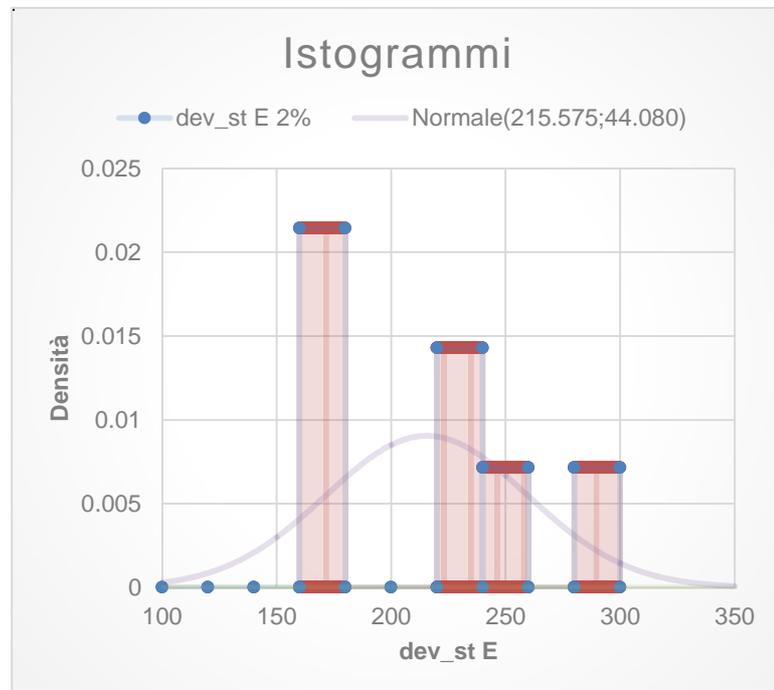
Statistiche descrittive per gli intervalli (dev_st E 2%):

Limite inferiore	Limite superiore	Frequenza	Frequenza relativa	Densità (Dati)	Densità (Distribuzione)
100	120	0	0.000	0.000	0.011
120	140	0	0.000	0.000	0.028
140	160	0	0.000	0.000	0.060
160	180	3	0.429	0.021	0.106
180	200	0	0.000	0.000	0.152
200	220	0	0.000	0.000	0.178
220	240	2	0.286	0.014	0.170
240	260	1	0.143	0.007	0.133
260	280	0	0.000	0.000	0.085
280	300	1	0.143	0.007	0.044

a)



b)



6.7 Confronto delle distribuzioni adattate al modello normale delle deviazioni standard dei moduli elastici E per i campioni della miscela 1 al a) 1 wt. % e b) 2 wt. %.

Tabella 6.9 Test di Kolmogorov-Smirnov per una distribuzione lognormale delle deviazioni standard dei moduli elastici

Test di Kolmogorov-Smirnov		
(dev_st modulo elastico 1%)		(dev_st modulo elastico 2%)
D	0.279	0.261
p-value	0.556	0.636
alfa	0.05	0.05
<p>Interpretazione del testo: H0: Il campione segue una distribuzione Log-normale Ha: Il campione non segue una distribuzione Log-normale Considerando che il p-value calcolato è superiore al livello di significazione della soglia $\alpha=0.05$, non è possibile rifiutare l'ipotesi nulla H0. Il rischio di rifiutare l'ipotesi nulla H0 mentre è vera è 55.63%.</p>		<p>Interpretazione del testo: H0: Il campione segue una distribuzione Log-normale Ha: Il campione non segue una distribuzione Log-normale Considerando che il p-value calcolato è superiore al livello di significazione della soglia $\alpha=0.05$, non è possibile rifiutare l'ipotesi nulla H0. Il rischio di rifiutare l'ipotesi nulla H0 mentre è vera è 63.62%.</p>

Tabella 6.10 Statistiche descrittive per le deviazioni standard dei moduli elastici per i campioni rinforzati all'1% e al 2% di fibre chopped in una distribuzione log-normale

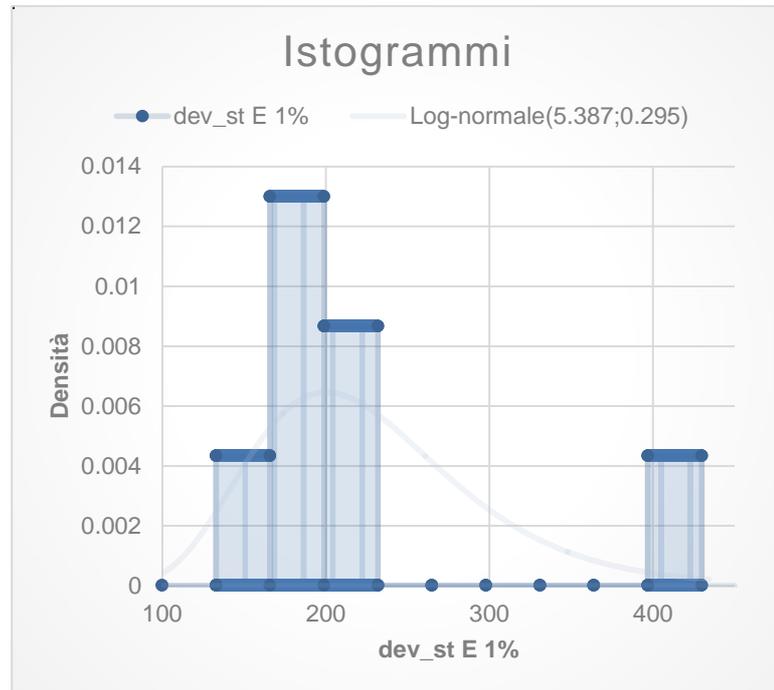
Statistiche descrittive per gli intervalli (dev_st E 1%):

Limite inferiore	Limite superiore	Frequenza	Frequenza relativa	Densità (Dati)	Densità (Distribuzione)
100	133	0	0.000	0.000	0.042
133	166	1	0.143	0.004	0.130
166	199	3	0.429	0.013	0.200
199	232	2	0.286	0.009	0.205
232	265	0	0.000	0.000	0.163
265	298	0	0.000	0.000	0.110
298	331	0	0.000	0.000	0.067
331	364	0	0.000	0.000	0.038
364	397	0	0.000	0.000	0.020
397	430	1	0.143	0.004	0.011

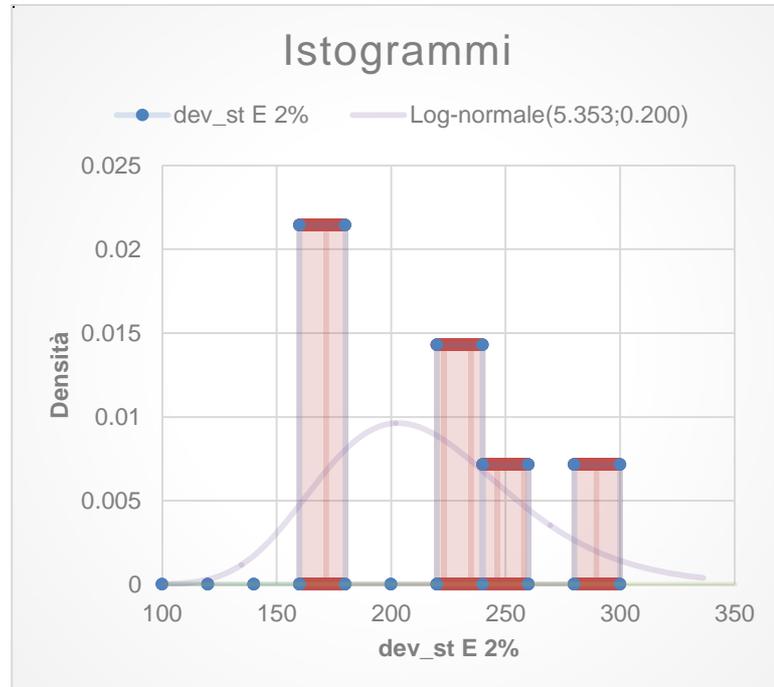
Statistiche descrittive per gli intervalli (dev_st E 2%):

Limite inferiore	Limite superiore	Frequenza	Frequenza relativa	Densità (Dati)	Densità (Distribuzione)
100	120	0	0.000	0.000	0.002
120	140	0	0.000	0.000	0.018
140	160	0	0.000	0.000	0.063
160	180	3	0.429	0.021	0.129
180	200	0	0.000	0.000	0.180
200	220	0	0.000	0.000	0.188
220	240	2	0.286	0.014	0.158
240	260	1	0.143	0.007	0.112
260	280	0	0.000	0.000	0.070
280	300	1	0.143	0.007	0.040

a)



b)



6.8 Confronto delle distribuzioni adattate al modello Log-normale delle deviazioni standard dei moduli elastici E per i campioni della miscela 1 al a) 1 wt. % e b) 2 wt. %.

Anche in questo caso il modello lognormale raffigura meglio la distribuzione dei dati all'1%, e per quanto i campioni al 2% mostrino sempre di essere meglio descritti da una distribuzione normale in questo caso la distribuzione risulta essere meno rappresentativa.

Per completezza ed omogeneità si passa al medesimo confronto tra due distribuzioni per le deviazioni standard delle resistenze a compressione per i campioni all'1 e al 2% in peso della miscela 1.

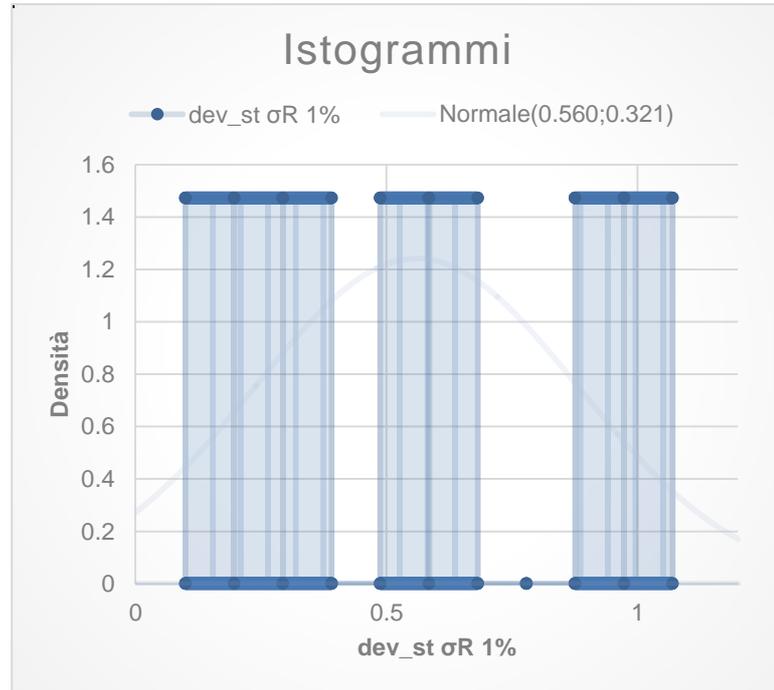
Tabella 6.11. Test di Kolmogorov-Smirnov per la distribuzione normale delle deviazioni standard delle resistenze a compressione

Test di Kolmogorov-Smirnov		
	(dev_st σR 1%)	(dev_st σR 2%)
D	0.192	0.222
p-value	0.919	0.815
alfa	0.05	0.05
Interpretazione del testo: H0: Il campione segue una distribuzione Normale Ha: Il campione non segue una distribuzione Normale Considerando che il p-value calcolato è superiore al livello di significazione della soglia $\alpha=0.05$, non è possibile rifiutare l'ipotesi nulla H0. Il rischio di rifiutare l'ipotesi nulla H0 mentre è vera è 91.95%.		Interpretazione del testo: H0: Il campione segue una distribuzione Normale Ha: Il campione non segue una distribuzione Normale Considerando che il p-value calcolato è superiore al livello di significazione della soglia $\alpha=0.05$, non è possibile rifiutare l'ipotesi nulla H0. Il rischio di rifiutare l'ipotesi nulla H0 mentre è vera è 81.51%.

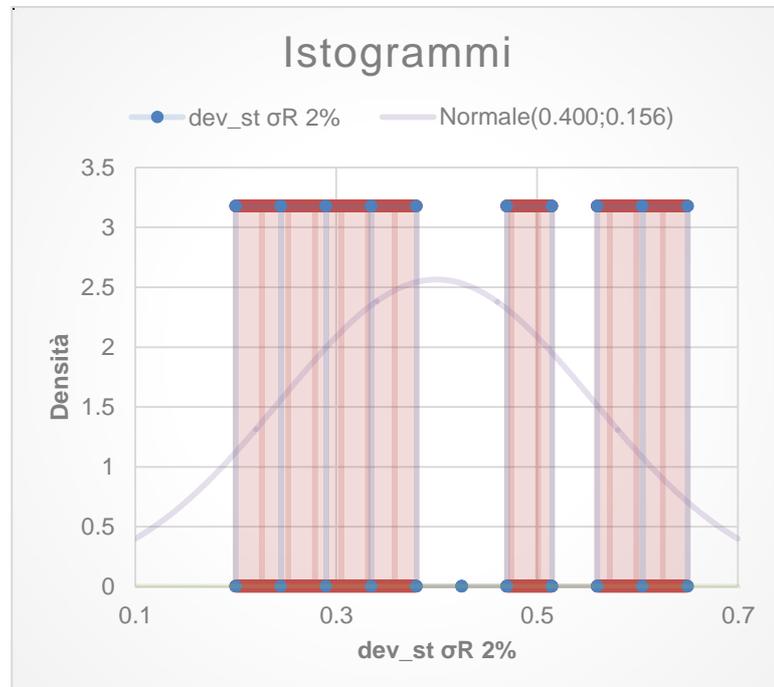
Tabella 6.12. Statistiche descrittive per le deviazioni standard delle resistenze a compressione per i campioni rinforzati all'1% e al 2% di fibre chopped in una distribuzione normale

Statistiche descrittive per gli intervalli (dev_st σ_R 1%):					
Limite inferiore	Limite superiore	Frequenza	Frequenza relativa	Densità (Dati)	Densità (Distribuzione)
0.1	0.197	1	0.143	1.473	0.053
0.197	0.294	1	0.143	1.473	0.075
0.294	0.391	1	0.143	1.473	0.096
0.391	0.488	0	0.000	0.000	0.112
0.488	0.585	1	0.143	1.473	0.120
0.585	0.682	1	0.143	1.473	0.117
0.682	0.779	0	0.000	0.000	0.104
0.779	0.876	0	0.000	0.000	0.085
0.876	0.973	1	0.143	1.473	0.063
0.973	1.07	1	0.143	1.473	0.043
Statistiche descrittive per gli intervalli (dev_st σ_R 2%):					
Limite inferiore	Limite superiore	Frequenza	Frequenza relativa	Densità (Dati)	Densità (Distribuzione)
0.2	0.245	1	0.143	3.175	0.060
0.245	0.29	1	0.143	3.175	0.080
0.29	0.335	1	0.143	3.175	0.098
0.335	0.38	1	0.143	3.175	0.111
0.38	0.425	0	0.000	0.000	0.115
0.425	0.47	0	0.000	0.000	0.110
0.47	0.515	1	0.143	3.175	0.096
0.515	0.56	0	0.000	0.000	0.078
0.56	0.605	1	0.143	3.175	0.058
0.605	0.65	1	0.143	3.175	0.040

a)



b)



6.9 Confronto delle distribuzioni adattate al modello normale delle deviazioni standard delle resistenze a compressione per i campioni della miscela 1 al a) 1 wt. % e b) 2 wt. %.

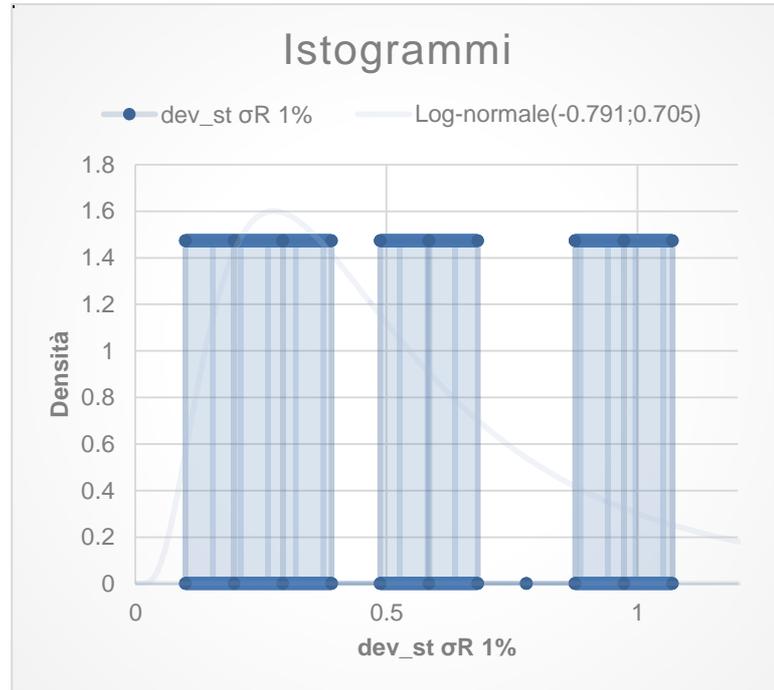
Tabella 6.13. Test di Kolmogorov-Smirnov per la distribuzione lognormale delle deviazioni standard delle resistenze a compressione

Test di Kolmogorov-Smirnov		
	(dev_st σR 1%)	(dev_st σR 2%)
D	0.146	0.201
p-value	0.992	0.892
alfa	0.05	0.05
<p>Interpretazione del testo: H0: Il campione segue una distribuzione Log-normale Ha: Il campione non segue una distribuzione Log-normale Considerando che il p-value calcolato è superiore al livello di significazione della soglia alfa=0.05, non è possibile rifiutare l'ipotesi nulla H0. Il rischio di rifiutare l'ipotesi nulla H0 mentre è vera è 99.21%.</p>		<p>Interpretazione del testo: H0: Il campione segue una distribuzione Log-normale Ha: Il campione non segue una distribuzione Log-normale Considerando che il p-value calcolato è superiore al livello di significazione della soglia alfa=0.05, non è possibile rifiutare l'ipotesi nulla H0. Il rischio di rifiutare l'ipotesi nulla H0 mentre è vera è 89.15%.</p>

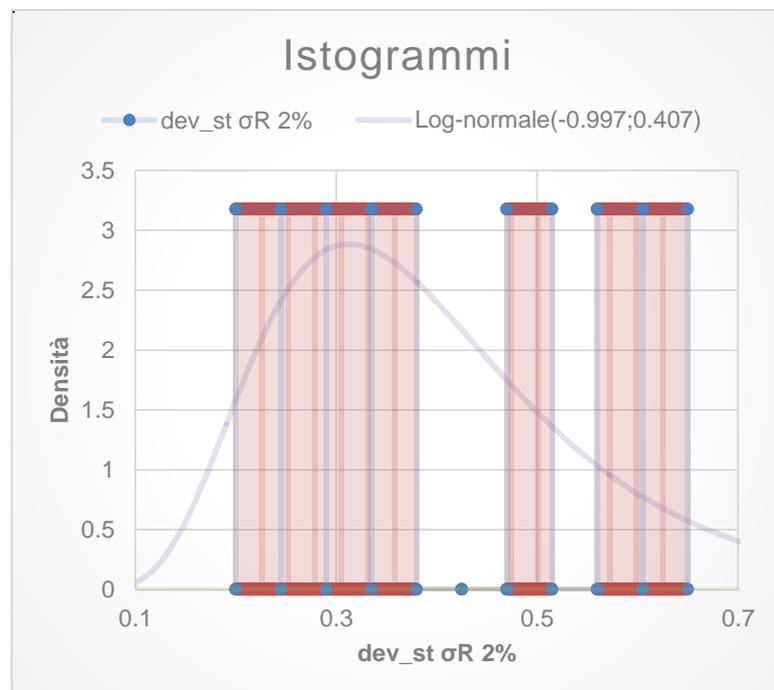
Tabella 6.14. Statistiche descrittive per le deviazioni standard delle resistenze a compressione per i campioni rinforzati all'1% e al 2% di fibre chopped in una distribuzione lognormale

Statistiche descrittive per gli intervalli (dev_st σ_R 1%):					
Limite inferiore	Limite superiore	Frequenza	Frequenza relativa	Densità (Dati)	Densità (Distribuzione)
0.1	0.197	1	0.143	1.473	0.103
0.197	0.294	1	0.143	1.473	0.151
0.294	0.391	1	0.143	1.473	0.147
0.391	0.488	0	0.000	0.000	0.125
0.488	0.585	1	0.143	1.473	0.100
0.585	0.682	1	0.143	1.473	0.078
0.682	0.779	0	0.000	0.000	0.060
0.779	0.876	0	0.000	0.000	0.046
0.876	0.973	1	0.143	1.473	0.036
0.973	1.07	1	0.143	1.473	0.028
Statistiche descrittive per gli intervalli (dev_st σ_R 2%):					
Limite inferiore	Limite superiore	Frequenza	Frequenza relativa	Densità (Dati)	Densità (Distribuzione)
0.2	0.245	1	0.143	3.175	0.091
0.245	0.29	1	0.143	3.175	0.120
0.29	0.335	1	0.143	3.175	0.129
0.335	0.38	1	0.143	3.175	0.123
0.38	0.425	0	0.000	0.000	0.107
0.425	0.47	0	0.000	0.000	0.088
0.47	0.515	1	0.143	3.175	0.070
0.515	0.56	0	0.000	0.000	0.054
0.56	0.605	1	0.143	3.175	0.040
0.605	0.65	1	0.143	3.175	0.030

a)



b)



6.10 Confronto delle distribuzioni adattate al modello lognormale delle deviazioni standard delle resistenze a compressione per i campioni della miscela 1 al a) 1 wt. % e b) 2 wt. %.

Per quanto la distribuzione uniforme non sia da escludere come ipotesi rappresentativa di questi dati, e la distribuzione gaussiana ben rappresenti le deviazioni standard delle resistenze a flessione il modello lognormale rimane l'ipotesi più accreditata, specialmente all'1%.

6.1 Riferimenti bibliografici

[1] E. Cosenza, C. Galasso, G. Maddaloni, *Resistenza del calcestruzzo: modellazione probabilistica e risultati sperimentali*, Atti del XXV Convegno Nazionale AICAP, 2009.

[2] S. Nowak, M. M. Szerszen, *Calibration of design code for buildings*, ACI 318, Part 1: Statistical Models for Resistance, ACI Structural Journal, 100 N. 3, 377–382, 2003.

[3] P. Baldi, “Calcolo delle probabilità e statistica”, Milano, McGraw-Hill, 1998

[4] P. Bevington, D. Robinson, “Data Reduction and Error Analysis for the Physical Sciences”, 2002.

[5] J. R. Taylor, “Introduzione all’analisi degli errori, lo studio delle incertezze nelle misure fisiche”, 2010.

[6] I. Saleem, M. Aslam, M. Azam, *The use of Statistical Methods in Mechanical Engineering*, Research Journal of Applied Sciences, Engineering and Technology 5(7): 2327-2331, 2013.

[7] R. Todeschini, “Introduzione alla Chemiometria”, Milano Chemometrics and QSAR Research Group, 1998.

[8] L. Filippini, Dispense del Corso in Metodologia della ricerca in psicologia clinica, Università degli Studi di Bergamo.

-
- [9] M. Dell’Omodarme, “Esercitazioni di statistica biomedica, alcune note su R”, Scuola Normale Superiore Pisa, a.a. 2003/04.
- [10] S. Zani, “Analisi dei dati statistici, vol. I”, 1994.
- [11] D. C. Montgomery, “Controllo statistico della qualità”, 2/ed, McGraw-Hill, 2006..
- [12] R. Johnson, “Miller and Freund’s Probability and Statistics for Engineers”, University of Winsconsin, Department of Statistics, 1994.
- [13] M.R. Sheldon, “Introduzione alla statistica”, Maggioli Editore, 2014.
- [14] N. Kabay, *Abrasion resistance and fracture energy of concretes with basalt fiber*, Construction and Building Materials, 50, 95-101, 2014.
- [15] M.T. Cristofaro, M. De Stefano, R. Pucinotti, M. Tanganelli, *Caratteristiche meccaniche del calcestruzzo in situ*, www.ndt.net, 2013.
- [16] P. Erto, “Probabilità e Statistica per le Scienze e l’Ingegneria”, Terza edizione, McGraw-Hill, Milano, 2008.

Conclusioni

L'aggiunta di fibre corte di basalto a malte a base di calce idraulica naturale (NHL 5) con distribuzione casuale ha permesso di ottenere un materiale maggiormente performante dal punto di vista meccanico per applicazioni nella conservazione del patrimonio storico e nell'edilizia sostenibile.

Mentre la prima parte dello studio prende in considerazione due tipi (morfologie) di fibre di basalto (milled e chopped), la seconda parte elegge le fibre chopped a principale argomento di discussione e ne valuta il comportamento comparando fibre con diverso sizing, diametro e lunghezza addizionate a due tipi di malta a base di NHL 5.

Lo studio delle proprietà meccaniche a flessione e a compressione dei compositi in esame evidenzia come il comportamento del materiale sia influenzato dai seguenti fattori: tipo, quantità, forma e sizing della fibra di basalto.

In particolare, l'aumento di fibre nel composito (anche solo dall'1% al 2% in peso) porta a una maggiore difficoltà di miscelazione che si traduce in un peggioramento delle resistenze a flessione e a compressione e a un aumento di assorbimento di acqua per capillarità. Si è rilevato come esista una regressione lineare tra l'assorbimento capillare di acqua e il peggioramento della resistenza a compressione dei campioni.

Non è stato riscontrato nessun miglioramento generale delle proprietà a compressione per aggiunta di un tipo di fibra milled anziché chopped. Inoltre, alcuni tipi di fibre chopped, in particolare A6, sono risultati efficaci nel fornire un netto incremento di tale proprietà.

L'interfaccia fibra-matrice riveste una funzione primaria nei meccanismi di crisi dei materiali compositi, e la presente ricerca mette in luce come si possa trovare un adeguato equilibrio tra le esigenze di resistenza e di tenacità (per le quali solitamente si considerano interfaccia con diverse caratteristiche).

Le fibre chopped si sono dimostrate efficaci nell'impartire ai compositi un comportamento quasi-fragile, in molti casi con evidente softening post-picco. Si è

dimostrato che la capacità tenacizzante delle fibre chopped cresce in maniera lineare all'aumento del contenuto di fibre, e in funzione della lunghezza (questo risulta particolarmente chiaro nell'osservazione delle fibre A6 e nel confronto A3-A6 caratterizzate dallo stesso sizing).

Per i vari sizings si evidenzia che:

- I campioni rinforzati con fibre più lunghe, ossia A6, mostrano le migliori proprietà meccaniche a confronto con la malta di riferimento. Per quanto riguarda l'incremento di tenacità a flessione il gruppo di campioni A6 risulta avere proprietà superiori. Nella valutazione degli indici di tenacità si è sottolineato come esista una correlazione tra l'aumento di questo tipo di fibre e l'innalzamento di suddetto indice. Ciò nonostante, quando utilizzate all'1%, pur conferendo minore tenacità, queste fibre forniscono un miglioramento delle proprietà meccaniche generali senza un eccessivo assorbimento di acqua. Il comportamento di questi campioni nell'assorbimento capillare di acqua si discosta da quanto rilevato per gli altri campioni in termini di correlazione con la resistenza a compressione. I coefficienti di porosità capillare risultano relativamente bassi.
- Tra i campioni rinforzati con le chopped lunghe 6.4 mm, i campioni A2 sono particolarmente validi per il miglioramento in tenacità, come si evince dall'osservazione delle curve e dal confronto degli indici I5, specialmente per aggiunte al 2%. Però in un'analisi globale, si considera che le proprietà meccaniche sono mediocri se confrontate con gli altri campioni rinforzati.
- I campioni con fibre B mostrano un effetto tenacizzante particolarmente significativo nel caso di aggiunte al 2% in peso, con il più alto indice di tenacità TI tra i campioni meno lunghi. All'1% queste fibre conferiscono le migliori proprietà meccaniche, permettendo un aumento della resistenza sia a flessione sia a compressione. Il modulo elastico è inferiore rispetto a quello di riferimento però il coefficiente di assorbimento capillare e la quantità di acqua

assorbita sono confrontabili con quelli della malta di riferimento. I risultati mostrano come questo tipo di fibre risulti avere caratteristiche migliori tra le chopped lunghe 6.4 mm.

I campioni preparati con un aggregato reattivo quale la pozzolana non mostrano miglioramento in termini di modulo elastico per l'aggiunta di fibre chopped all'1%. Il materiale è più forte ma meno rigido.

L'aggiunta di fibre con diametro più largo o più lunghe (B, A4, A5, A6) permette ai campioni di avere un carico a rottura maggiore rispetto alla malta di riferimento.

Anche in questo caso, dal confronto delle resistenze a compressione tra le malte rinforzate e il riferimento, un chiaro miglioramento si osserva per le fibre B aggiunte all'1% in peso e per le fibre A6 aggiunte sia all'1% sia al 2% in peso. Si sottolinea inoltre che il sizing 3 (tra quelli prodotti da Incotology GbmH) impartisca i maggiori effetti di miglioramento dell'interfaccia.

Infine, i risultati confermati dai trend di assorbimento di acqua indicano come nella fase di miscelazione si verificano problemi di dispersione delle fibre dovuti alla loro tendenza all'aggregazione. A tal fine considerazioni sulla miscelazione hanno portato ai seguenti suggerimenti per un utilizzo in situ:

- nel caso di fibre milled, si suggerisce l'aggiunta preliminare all'acqua di miscela per l'ottenimento di un prodotto più omogeneo;
- nel caso di fibre chopped, si suggerisce che le fibre vengano aggiunte direttamente a secco nella miscela. Un prodotto premiscelato ottimizzerebbe quanto appena descritto.

Per quanto concerne la conservazione del patrimonio storico-artistico, questo tipo di materiale composito può trovare applicazione sia nel supporto di decorazioni pavimentali o murarie distaccate (musive, pittoriche, *opus sectile*, ecc.) sia nella ricostruzione di lacune di medie dimensioni dovute al distacco e alla perdita di modellato architettonico.

Il prodotto qui descritto può essere utilizzato per contrastare gli effetti di ritiro plastico laddove si usano fibre di vetro o fibre di natura vegetale, dal momento che, rispetto alle prime, le fibre di basalto forniscono prestazioni migliori in ambiente fortemente alcalino, mentre rispetto alle seconde hanno anche maggiore durabilità.

In entrambe le applicazioni, quando utilizzata per riempimenti, la malta addizionata necessita di una struttura di rinforzo quale una rete e/o una cassaforma a perdere, al fine di conferire struttura e forma desiderata alle integrazioni architettoniche o ai pannelli di supporto delle decorazioni distaccate.