



UNIVERSITA' DEGLI STUDI DI PADOVA

DIPARTIMENTO DI INGEGNERIA INDUSTRIALE

**TESI DI LAUREA TRIENNALE IN
INGEGNERIA DEI PROCESSI INDUSTRIALI E DEI MATERIALI**

(laurea triennale DM 270/04 – indirizzo processi industriali)

**PRODUZIONE E CARATTERIZZAZIONE DI FIBRE POLIMERICHE PER
IL RINFORZO DEL CALCESTRUZZO**

RELATORE

Prof. Ing. Michele Modesti

LAUREANDO

Alberto Antiga matr. 594503

CORRELATORE

Dott. Andrea Brunetin

ANNO ACCADEMICO 2011/2012

Riassunto

L'obiettivo preposto era la produzione di fibre polimeriche che fossero adatte alla costruzione di strutture in calcestruzzo nell'underground.

Nel sottosuolo una volta che l'impasto viene gettato si deve asportare l'eccesso presente, questo ovviamente sarà costituito da aggregati, cemento e fibre. Se queste galleggiano in acqua vanno ad intasare i tombini e gli scarichi, perciò l'obiettivo primario è la produzione di fibre con una densità maggiore di quella dell'acqua.

L'obiettivo è stato perseguito introducendo cariche minerali all'interno delle fibre mediante melt compounding. Sono state prese in considerazione due tipologie di minerali: la barite (BaSO_4) e la calcite (CaCO_3).

Le proprietà meccaniche del composito finale non si conoscevano anche se risultano di importanza secondaria per questo tipo di impiego.

Indice

INTRODUZIONE

CAPITOLO 1 – Materiali e Metodi

1.1 PRODUZIONE DELLE FIBRE

1.1.1 Estrusore

1.1.2 Calandra

1.1.3 Stiratura

1.2 CARATTERIZZAZIONE DELLE FIBRE

1.2.1 Picnometro

1.2.2 Bilancia di precisione

1.2.3 Calibro

1.2.4 Dinamometro

1.2.5 La norma

CAPITOLO 2 – Procedimento

2.1 PRODUZIONE DELLE FIBRE

2.2 CARATTERIZZAZIONE DELLE FIBRE

2.2.1 Trazione delle fibre

2.2.2 Misure di densità

CAPITOLO 3 – Risultati e Discussioni

3.1 DENSITA'

3.2 PROVE DI TRAZIONE

CONCLUSIONI

RIFERIMENTI BIBLIOGRAFICI

Introduzione

Il calcestruzzo è un conglomerato artificiale costituito da una miscela di legante, acqua e aggregati (sabbia e ghiaia) e con l'aggiunta, secondo le necessità, di additivi e/o aggiunte minerali che influenzano le caratteristiche fisiche o chimiche del conglomerato sia fresco sia indurito.

Attualmente il legante utilizzato per confezionare calcestruzzi è il cemento, ma in passato sono stati realizzati calcestruzzi che utilizzavano leganti differenti come la calce aerea o idraulica. Raramente è stato utilizzato anche il gesso per realizzare calcestruzzi "poveri". Il legante (cemento), idratandosi con l'acqua, fa presa e indurisce conferendo alla miscela una resistenza tale da renderla assimilabile a una roccia. Il calcestruzzo è oggi utilizzato per realizzare le parti strutturali di un edificio ed è uno dei materiali da costruzione più impiegato nel mondo.

Però il calcestruzzo è un materiale fragile, caratterizzato da una scarsa deformazione plastica cui corrisponde una modesta energia dissipata dopo la fessurazione. Questa caratteristica unita alla modesta resistenza a trazione e all'innata tendenza a contrarsi per effetto del cosiddetto “ritiro idraulico” quando viene esposto in ambienti ad umidità relative inferiori al 95%, ha come conseguenza la comparsa di fessure che pregiudicano la statica e la durabilità delle strutture. Inoltre un'altra causa della formazione di fessure può essere ricondotta alla ridotta resistenza a carichi impulsivi.

Una soluzione a questo problema può essere l'introduzione all'interno del calcestruzzo di tondini di ferro oppure reti elettrosaldate, anche se spesso non si riesce a prevenire o addirittura a contenere le fessure. Questo prende il nome di calcestruzzo armato.

Il calcestruzzo armato sfrutta l'unione di un materiale da costruzione tradizionale e relativamente poco costoso come il calcestruzzo, dotato di una notevole resistenza alla compressione ma con il difetto di una scarsa resistenza alla trazione, con l'acciaio, dotato di un'ottima resistenza a trazione. Quest'ultimo è utilizzato in barre (che possono essere lisce, ma la legge le impone ad aderenza migliorata, con opportuni risalti) e viene annegato nel calcestruzzo nelle zone ove è necessario far fronte agli sforzi di trazione.

Le barre hanno diametro variabile commercialmente da 5 mm a 32 mm e possono essere impiegate sia come "armatura corrente" o longitudinale, sia come "staffe", ovvero come barre che racchiudono altre barre (in genere di maggior diametro) a formare una sorta di "gabbie" opportunamente dimensionate secondo le necessità d'impiego. In generale, vengono prodotte barre fino ad una lunghezza massima di 14 m a causa di problemi di trasporto. Per eseguire l'armatura sono disponibili anche reti elettrosaldate (con filo nei diametri da 5, 6, 8, 10 e 12 mm) a maglia quadrata, con passi da 10 e 20 cm e le stesse vengono, in questo caso, impiegate soprattutto per armare solette inserite sotto pavimento o muri in elevazione.

La sinergia tra due materiali così eterogenei è spiegata tenendo presenti due punti fondamentali:

- Tra l'acciaio ed il calcestruzzo si manifesta un'aderenza che trasmette le tensioni dal calcestruzzo all'acciaio in esso annegato. Quest'ultimo, convenientemente disposto nella massa, collabora sopportando essenzialmente gli sforzi di trazione, mentre il calcestruzzo sopporta quelli di compressione.
- I coefficienti di dilatazione termica dei due materiali sono sostanzialmente uguali.

Per aumentare l'aderenza tra i due materiali da qualche decennio al posto delle barre lisce di acciaio vengono utilizzate barre ad aderenza migliorata, cioè barre sulle quali sono presenti dei risalti.

Un tempo, a causa dell'elevato costo del materiale e grazie alla disponibilità di manodopera a basso costo, si cercava di utilizzare meno barre possibili facendo svolgere a quelle utilizzate diverse funzioni strutturali. Di solito si sagomavano le barre longitudinali a 45° per fornire alla trave in calcestruzzo armato anche resistenza al taglio oltre che a flessione. Oggi invece la situazione è opposta, pertanto si cercano di snellire maggiormente le operazioni in cantiere utilizzando direttamente staffe e armature longitudinali.

Questo risulta essere lo stato attuale dell'arte delle costruzioni edili. Nei laboratori di ricerca, invece, si sta lavorando per una nuova frontiera: il calcestruzzo rinforzato con fibre di vetro, di ferro e polimeriche.

L'effetto benefico principale offerto dalle fibre è quello di migliorare la duttilità del conglomerato nella fase successiva all'insorgere del fenomeno fessurativo. La presenza di fibre, pertanto aumenta la tenacità del calcestruzzo. Infatti la presenza di fibre nella matrice cementizia previene la propagazione delle fessure, che si generano nel calcestruzzo a causa dell'insorgere di tensioni di trazione (dovute al ritiro e/o ai carichi esterni) che, già a bassi livelli di intensità, superano la resistenza a trazione del conglomerato, determinando la frattura della matrice cementizia. Queste possono essere aggiunte in quantità variabile ed avere dimensioni varie; inoltre quelle in vetro e in materiale polimerico si dividono in base a dimensioni e dosaggi in: strutturali e non strutturali.

Le fibre non strutturali vengono utilizzate per migliorare il comportamento di una struttura, con riferimento agli stati limite di esercizio. In questo caso le fibre vengono utilizzate in accoppiamento con l'armatura convenzionale e vanno a costituire una microarmatura tridimensionale omogeneamente distribuita nel calcestruzzo. Le fibre non strutturali hanno un effetto di cucitura delle fessure dovute al ritiro plastico (prevengono la formazione di cavillature), nelle strutture prematuramente esposte all'evaporazione d'acqua, mentre non sono in grado di contrastare, a causa del basso valore del modulo elastico, quelle dovute al ritiro igrometrico. Per tale motivo vengono utilizzate frequentemente per ridurre o addirittura eliminare la fessurazione da ritiro plastico in quelle strutture di elevata superficie esposta all'aria come ad esempio le pavimentazioni industriali o pareti intonacate con malta di cemento.

Le fibre non strutturali contribuiscono anche a migliorare la resistenza al fuoco del conglomerato cementizio.

Secondo la norma EN 14889-2 è prevista una distinzione delle fibre, in base alle dimensioni, in: microfibre aventi diametro equivalente inferiore a 0,30 mm che a loro volta si dividono in monofilamenti e fibrillate, e macrofibre quando il diametro equivalente supera 0,30 mm. Queste ultime vengono generalmente utilizzate nel calcestruzzo per aumentare la tenacità dopo la fessurazione. In questo progetto si sono analizzate solo macrofibre perciò sarà trascurata la parte che riguarda le microfibre. Di solito le microfibre sono riconducibili a fibre non strutturali mentre le macrofibre a quelle strutturali.

A dosaggi piuttosto elevati (indicativamente per volumi di fibre superiori al 2%) passando alle fibre strutturali si migliora sensibilmente anche la resistenza del calcestruzzo a:

- flessione;
- trazione;
- a taglio;

Le fibre non apportano nessun vantaggio significativo in termini di resistenza a compressione del calcestruzzo e non sono in grado di influenzare apprezzabilmente il modulo elastico a compressione. L'azione delle fibre si manifesta solo dopo la fessurazione del calcestruzzo. Infatti dopo la formazione delle prime fessure nella matrice cementizia le fibre vengono attivate assumendo un effetto di cucitura delle aperture creando una sorta di ponte di collegamento tra lembi delle fessure stesse.

Questo comporta una riduzione dell'ampiezza delle fessure e, grazie all'effetto di cucitura, la fibra garantisce al calcestruzzo una resistenza residua a trazione anche nella fase postfessurata poiché questa consente il trasferimento degli sforzi di trazione da un lembo all'altro della lesione; questo fenomeno viene spesso indicato in letteratura come tension-softening. Inoltre, l'aggiunta di fibre comporta un sostanziale miglioramento dell'aderenza tra calcestruzzo e barre circostanti (tension-

stiffening).

La combinazione di questi due effetti (quello irrigidente del tension-stiffening e quello della trasmissione di sforzi post-picco del tension-softening) comportano un sostanziale cambiamento nel comportamento strutturale di elementi in calcestruzzo armato, soprattutto per quel che riguarda la fessurazione, la distanza tra le fessure e la loro ampiezza.

A vista un calcestruzzo normale, una volta fessurato, presenta aperture ampie e localizzate mentre quello fibro-rinforzato FRC (fiber reinforced concrete) è caratterizzato da fessurazioni diffuse e di minor ampiezza, il che determina sicuramente un beneficio nei confronti della durabilità del materiale poiché si riduce il rischio di attacco da parte di agenti atmosferici aggressivi.

Aumentando il tenore di fibre aumenta la resistenza a trazione nella fase postfessurata del calcestruzzo; a dosaggi molto alti si può anche arrivare a bloccare l'evoluzione del fenomeno fessurativo.

Altri pregi del calcestruzzo fibro-rinforzato rispetto a quello convenzionale sono:

- maggiore resistenza alla fatica
- maggiore resistenza agli urti
- maggiore resistenza allo stress termico
- maggiore resistenza all'abrasione.

L'aggiunta di fibre però comporta una riduzione della lavorabilità dell'impasto cementizio. Per garantire al calcestruzzo una adeguata lavorabilità si aggiungono all'impasto gli additivi superfluidificanti.

Le fibre sulle quali si sta focalizzando la ricerca sono fibre polimeriche in polipropilene estruso poiché presentano caratteristiche di adattabilità notevoli rispetto ad acciaio o altri polimeri:

1. non soffrono la corrosione degli ambienti naturali e sono particolarmente resistenti ad ambienti acidi o basici;
2. anche se non perfettamente inglobate non presentano un problema di usura verso elementi esterni;
3. grazie alla bassa densità, a parità di peso, si ha un maggior numero (circa nove volte, rispetto all'acciaio) di fibre polimeriche per metro cubo di impasto;
4. per dosaggi non elevati, lasciano invariata la richiesta d'acqua e quindi non modificano l'impasto dal punto di vista reologico.

La produzione delle fibre polimeriche è basata su un processo industriale detto estrusione. Esso consiste essenzialmente nel forzare per compressione il materiale a passare attraverso una sagoma ("matrice" o "filiera") che riproduce la forma esterna del pezzo che si vuole ottenere. Nel caso dei polimeri amorfi, il tutto avviene a una temperatura superiore a quella di transizione vetrosa, mentre se trattiamo polimeri cristallini o semicristallini si deve superare la temperatura di fusione. Se la

sezione di questo è cava, sarà presente un'anima che riprodurrà il profilo della cavità interna. All'uscita dalla matrice il materiale viene raffreddato o, nel caso della gomma, sottoposto a vulcanizzazione. Nel caso delle materie plastiche, la compressione del materiale a monte della matrice è ottenuta attraverso una vite senza fine semplice o doppia (vite di Archimede), che spinge il materiale verso la testa di estrusione. Nel caso delle materie plastiche il materiale viene introdotto sotto forma di granuli ("pellet") o in polvere; il calore prodotto dall'attrito con le pareti dell'estrusore e da resistenze elettriche ne causa la "fusione" (nel caso di polimeri cristallini o semicristallini) o il "rammollimento" (nel caso di polimeri amorfi). La testa di estrusione è chiamata filiera.

Per quel che riguarda le fibre a matrice polimerica, il filato così estruso, non è ancora pronto per essere tagliato e goffrato, deve subire un importante processo, detto stiratura, che causerà un aumento notevole del valore del modulo di Young e dello sforzo a rottura. Sfruttando dei rulli riscaldati che hanno diverse velocità di rotazione si tira il filato a una temperatura superiore a quella di transizione vetrosa. In questo modo la struttura molecolare del polimero viene modificata:

le macromolecole di polimero vengono in buona parte allineate provocando un orientamento molecolare notevole. Questo fatto cambia il comportamento a trazione che passa da plastico a elastico-fragile e conseguentemente le proprietà meccaniche del composto stirato.

A questo punto le fibre possono essere tagliate nella dimensione richiesta, anche se è preferibile (dipende dalle fibre che trattiamo) optare per una goffratura. Questo processo, applicabile solo a materiali cedevoli, consiste nell'imprimere un disegno particolare alla superficie del prodotto considerato. Il disegno così impresso servirà ad aumentare l'aggrappaggio delle fibre all'interno della matrice cementizia che peraltro risulta piuttosto scarso a causa della semplice interazione meccanica presente tra fibre polimeriche e calcestruzzo.

Perciò usando fibre polimeriche si riesce a trasformare il calcestruzzo da materiale fragile a capace di supportare carichi anche dopo la fessurazione, modificando solo superficialmente modulo elastico, ritiro e scorrimento viscoso.

L'FRC viene utilizzato diffusamente in tutte quelle costruzioni, in parziale o totale sostituzione dell'armatura metallica tradizionale, dove si vuole limitare la fessurazione della matrice cementizia per effetto ad esempio del ritiro o dei carichi esterni.

Tra le applicazioni più diffuse ci sono:

- le pavimentazioni, industriali e commerciali: le fibre metalliche si sono dimostrate efficaci nel sostituire la rete elettro-saldata comunemente impiegata nel calcestruzzo;
- la prefabbricazione (cabine, tubazioni, frangiflutti, plinti di fondazione a bicchiere, pannelli murari, pozzetti per acquedotti e fognature, silos, ecc.). Vengono utilizzati ad esempio per la produzione di barriere autostradali note come "new jersey" per aumentarne la resistenza all'urto;

- il settore delle gallerie, sia nelle opere provvisorie (viene utilizzato nei calcestruzzi spruzzati) sia nei rivestimenti finali (conci prefabbricati per i rivestimenti di gallerie idrauliche, stradali, ferroviarie e metropolitane). Per i calcestruzzi spruzzati si predilige l'impiego di fibre rettilinee caratterizzate da lunghezza non superiore ai 30–40 mm, al fine di non penalizzare eccessivamente la lavorabilità e la pompabilità dell'impasto;
- la costruzione di dighe;
- nelle malte a ritiro compensato;
- comunque in tutte le strutture destinate ad assorbire urti e/o per resistenza a fatica;

Le fibre di acciaio vengono utilizzate anche per il confezionamento di calcestruzzi ad alta resistenza poiché conferiscono al conglomerato cementizio delle caratteristiche tali da ridurre la fragilità tipica del calcestruzzo HSC (high strength concrete).

Capitolo 1

Materiali e metodi

In questo primo capitolo verranno illustrati gli strumenti per produrre e caratterizzare fibre polimeriche in polipropilene e le norme seguite per caratterizzarle dal punto visto meccanico.

1.1 Produzione delle fibre

1.1.1 Estrusore

L'estrusore usato era un Dr. Collin E 20 T monovite composto di una tramoggia di carico del volume di 3,2 litri, un corpo centrale di 850 mm di lunghezza e di un ugello a sezione circolare. Esso è diviso in quattro zone: 1 alimentazione; 2-3 cilindro di estrusione; 4 testa. Su queste si può impostare la temperatura desiderata tramite un display.

Le temperature di esercizio massime sono di 300°C per tutte le zone dell'estrusore.



Figura 1.1: esempio di estrusore usato nella produzione citata

La pressione massima sopportata è di 400 bar.

Per una migliore gestione del processo produttivo l'estrusore era collegato al computer e tramite un software si poteva controllare e modificare i parametri di esercizio: la pressione, la temperatura del fuso, le temperature nelle quattro zone, la velocità di rotazione della vite e la potenza applicata dal motore.

Per ottenere una buona miscelazione del fuso si è usata una vite particolare contenente due diversi elementi di mescolamento denominati rispettivamente, Maddocks e Pineapple. Il primo compie un'azione di mescolamento grazie all'applicazione di deformazione di taglio; il secondo, invece, omogeneizza il fuso grazie a un sistema di suddivisione dei “filetti” di fuso polimerico. Questo sistema, però, non presenta una capacità, in termini di mixing dispersivo, comparabile con quella ottenibile sfruttando un estrusore bivate. Per tale motivo la produzione del *compound* verrà condotta diluendo un *masterbatch* (prodotto in cui le cariche minerali sono predisperse in una matrice di polipropilene) nel polipropilene vergine. Di questo si disponevano tre diversi tipi a diverso indice di fluidità MFI (*melt flow index*): chiamati per motivi di segretazione MFI basso (PPH 02), medio (PPH 01), alto (PPH 03).

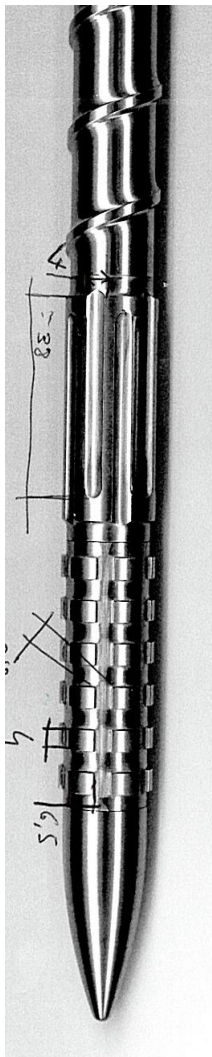


Figura 1.2: esempio di vite contenente i due elementi di mescolamento

1.1.2 Calandra

La calandra disponibile in laboratorio era una Dr. Collin CR72 T composta di quattro rulli raffreddati ad acqua che inizialmente comprimono il fuso appena uscito dalla testa dell'estrusore per poi tirarlo uniformemente e contemporaneamente lo raffreddano.

Il raffreddamento era ad acqua, la quale scorreva all'interno dei rulli con un consumo medio di circa 180 litri/ora.



Figura 1.3: esempio di configurazione estrusore-calandra

Nel caso in cui la calandra non sia necessaria poiché non serve laminare il fuso in uscita dall'estrusore si può sostituirla con un bagno di acqua fredda. Questo è costituito da una semplice vasca di qualche decina di litri di volume che è collegata ad un tubo che fornisce l'acqua di alimentazione, e ad un altro che serve a scaricarla. Così facendo si avrà un livello e una temperatura sempre costanti.

1.1.3 Stiratura

Per il processo di stiratura si è ricorso nuovamente a un prodotto della Dr. Collin, MDO-AT e MDO-BT. Come si può ben capire dal nome si compone di due moduli speculari che possono lavorare sia separatamente che uniti. Solitamente quando si separano viene interposto un forno che scalda il filato e facilita il processo di stiratura.

I rulli sono collegati a dei chiller che scaldano l'acqua in pressione raggiungendo la temperatura massima di 150°C, solo gli ultimi due rulli del secondo modulo sono collegati ad un sistema di raffreddamento ad acqua. Le temperature a cui solitamente si è lavorato sono comprese tra i 140°C e i 150°C per il primo modulo e tra 110°C e 120°C per il secondo.

Il processo di stiratura si basa sulla diversa velocità di rotazione dei rulli, nei due moduli. In termini tecnici prende il nome di rapporto di stiro DR (draw ratio). Al crescere del rapporto di stiro, cresce l'efficacia del processo di stiratura. Chiaramente non si può aumentare all'infinito il valore del DR poiché la forza applicata al filato, superato un certo limite che dipende dal composto in esame, rompe la fibra bloccando completamente il processo. Il rapporto di stiro si definisce come:

v_2/v_1 dove v_2 è la velocità del secondo modulo e v_1 quella del primo. Inoltre, imponendo la conservazione della massa a densità costante, otteniamo $A_1v_1=A_2v_2$ cioè $v_2/v_1=A_1/A_2$. Di conseguenza il rapporto di stiro può essere definito indifferentemente come rapporto tra le sezioni o tra le velocità, purché la densità rimanga costante durante il processo. L'interfaccia utente di questo strumento è composta di un display (non presente nell'immagine) dal quale si può modificare il rapporto di stiro e le velocità dei due moduli. Solitamente si lascia costante la velocità del primo modulo poiché, essendo la portata di fuso proveniente dall'estrusore anch'essa costante, aumentarla sottoporrebbe il filato ad una forza di trazione prima del processo di stiratura.

Il secondo modulo è provvisto di un avvolgitore che permette di stoccare in rotoli la fibra prodotta che poi verrà goffrata e tagliata.



Figura 1.4: stiratrice avente i due moduli attaccati

Ora è possibile tagliare i rotoli prodotti, ottenendo le fibre che andranno a costituire l'impasto del calcestruzzo. Lo strumento che svolge questo compito è una taglierina pneumatica ad aria compressa. Essa viene collegata ad un circuito di aria compressa grazie al quale aziona uno

stantuffo che taglia ad una determinata lunghezza il nostro filato.

Se le richieste sono di avere un buon aggrappaggio verso la matrice cementizia, allora, prima di procedere al taglio, si deve imprimere al filato una “zigrinatura” che aumenti la resistenza meccanica ad eventuali movimenti delle fibre all'interno del calcestruzzo maturato. Quindi si inizia il processo della goffratura. Esso consiste nel passaggio del filato attraverso due rulli aventi una particolare forma impressa sulla loro superficie e posti ad una distanza inferiore al diametro minimo del filato. In questo modo si trasferisce la forma desiderata dal rullo al filato.

Le fibre così prodotte sarebbero pronte per costituire un impasto di calcestruzzo, però la maggior parte della volte si tratta di un prodotto totalmente nuovo perciò si devono eseguire delle prove (misure di densità e prove di trazione).

1.2 Caratterizzazione della fibra

1.2.1 Picnometro

Per misurare la densità delle fibre si usa uno strumento chiamato picnometro. Esso è un recipiente in vetro chiuso da un tappo dotato di capillare di diametro inferiore al millimetro, così da costituire un riferimento, per definire il livello di liquido costante.

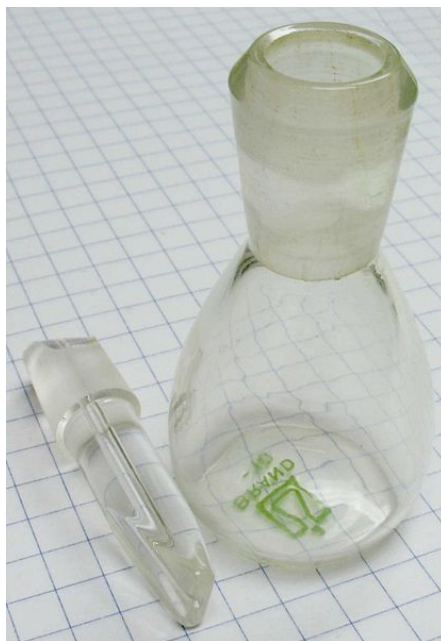


Figura 1.5: esempio di picnometro

1.2.2 Bilancia di precisione

Per la misura della massa del sistema picnometro-campione-H₂O è stata impiegata una bilancia di

precisione avente una sensibilità pari a 10^{-5} g.



Figura 1.6: esempio di bilancia di precisione

1.2.3 Calibro

Prima di compiere una prova di trazione bisogna disporre di alcune grandezze fisiche misurabili di una fibra: lunghezza, larghezza, spessore, densità e massa. In particolare sono necessarie lunghezza, densità (calcolata precedentemente) e massa per calcolare la sezione (*cross-section*) della fibra considerata. Quindi risulta indispensabile un calibro per condurre misure accurate di lunghezza (soprattutto), larghezza e spessore.



Figura 1.7: esempio di calibro a display

1.2.4 Dinamometro

Lo strumento che si usa per una prova di trazione è il dinamometro che non è una semplice molla collegata ad un ago di lettura ma uno strumento molto più sofisticato. Esso è costituito da due morse: una fissata al piano del dinamometro, l'altra invece, è collegata ad una cella di carico che misura costantemente la forza applicata (in cN centiNewton) all'oggetto posto in trazione. A sua volta la cella di carico è collegata ad un sistema di movimento che mette in trazione l'oggetto in esame. Anche questo risulta essere molto preciso tanto da poter imprimere pochi micron di spostamento al secondo. Sia le morse che la cella di carico hanno un carico limite di sopportazione che è indipendente da quello dall'intera struttura. In questo progetto si è usato una cella da 1000 N di carico, delle morse anch'esse da 1000 N e una struttura che poteva sopportare 5000 N.



Figura 1.8: *dinamometro instron usato per eseguire le prove di trazione*

I dati raccolti erano gestiti da un software specifico, Bluehill, che era installato sul computer a cui era collegato il dinamometro. Grazie a questo si riusciva a calcolare il valore del modulo di Young, lo sforzo a rottura, la deformazione percentuale, inserendo semplicemente il valore della *cross-section* precedentemente calcolata. Inoltre, a titolo di completamento, venivano inserite anche la lunghezza, la massa, il diametro minimo e quello massimo.



Figura 1.9: *immagine della schermata iniziale del software Bluehill*

1.2.5 La norma

Le proprietà meccaniche a trazione delle fibre sono state determinate in accordo con la norma, UNI EN 14889-2 che a sua volta rimanda ad un'altra norma UNI EN 10002-1, creata per la trazione dei materiali metallici, che definisce le caratteristiche determinabili con tale prova a temperatura ambiente.

La norma prevede che si dichiari il polimero di base (matrice), eventuali deformazioni, qualsiasi trattamento superficiale sia chimico che fisico e alcune caratteristiche fisiche (lunghezza, diametro equivalente, il loro rapporto e la densità lineare media).

Prima di iniziare la prova di trazione si deve conoscere di ogni fibra, alcune caratteristiche:

- lunghezza;
- massa;
- diametro minimo e massimo nel caso di fibre irregolari;
- densità.

Da queste misure, che devono essere effettuate con una tolleranza di 0,01 mm per le lunghezze e di 0,001 g per la massa, si ricavano area della sezione e diametro equivalente.

Solo adesso si può procedere, in accordo con la norma UNI EN 10002-1, alla misura della resistenza a rottura. Questa norma ci impone alcune specifiche da seguire:

- in accordo con la norma, la velocità di trazione non deve superare i 10 mm/min;
- in accordo con la norma, la distanza delle morse deve essere di 20 mm;
- per calcolare il modulo elastico si trovano i valori al 10% e al 30% della rottura, si traccia la secante passante per questi due valori e infine si calcola la pendenza di questa, che risulterà coincidere con il modulo elastico.

I valori accettabili sono compresi nell'intervallo, valore dichiarato $\pm 15\%$, singolarmente e $\pm 10\%$ in media e la pendenza del grafico sforzo vs. tempo, nelle fasi iniziali, deve essere compresa tra 2 e 20 Mpa/s.

Inoltre si devono dichiarare il punto di fusione e di infiammabilità del prodotto e ovviamente questo non deve rilasciare sostanze nocive in quantità superiore a quelle permesse dalla normativa dell'unione europea.

Una volta che le fibre sono state testate si deve vedere come reagiscono all'interno del calcestruzzo :

- controllare l'effetto sulla consistenza del calcestruzzo secondo la norma UNI EN 123450-3;
- verificare che ci sia un miglioramento reale della resistenza e della tenacità del calcestruzzo.

Quindi il test completo completo va condotto con una sequenza precisa di azioni:

1. controllo di dimensioni e tolleranze;
2. controllo della forma;
3. misura delle proprietà meccaniche;
4. calcolo del punto di fusione e infiammabilità se non sono già noti;
5. controllo dell'effetto sulla consistenza del calcestruzzo;
6. controllo dell'effetto sulla tenacità e resistenza del calcestruzzo fibro-rinforzato.

Il minimo di campioni da testare è di trenta per i primi cinque punti come già detto in precedenza, mentre necessitiamo di tre provini per il sesto punto e di dodici per il settimo.

Capitolo 2

Procedimento

In questo secondo capitolo verranno illustrati i procedimenti usati per la produzione e la caratterizzazione delle fibre.

2.1 Produzione delle fibre

L'obiettivo preposto era la produzione di fibre di polipropilene per il rinforzo del calcestruzzo che avessero una densità superiore a quella dell'acqua e non galleggiassero. Perciò si è partiti da pellet di polipropilene a cui si è aggiunto un masterbatch che conferisse al fuso le cariche minerali richieste, aumentandone la densità. Si disponeva di tre diversi tipi di polipropilene che si differenziavano per un diverso MFI.

Nella prima produzione si è usato il composto con MFI più basso e perciò con maggiore viscosità. Inizialmente si è riempita la tramoggia solo con questo tipo di polipropilene che, per accordi di secretazione, chiameremo PPH 02. Con questa operazione togliamo eventuali residui presenti sulla vite e facciamo stabilizzare i valori di temperatura e pressione all'interno dell'estrusore. Per sapere quando iniziare il processo di produzione delle fibre caricate con filler minerali controlliamo il software Visual Fecon e quando si sono stabilizzati i parametri (temperatura e pressione) si inizia l'estrusione.

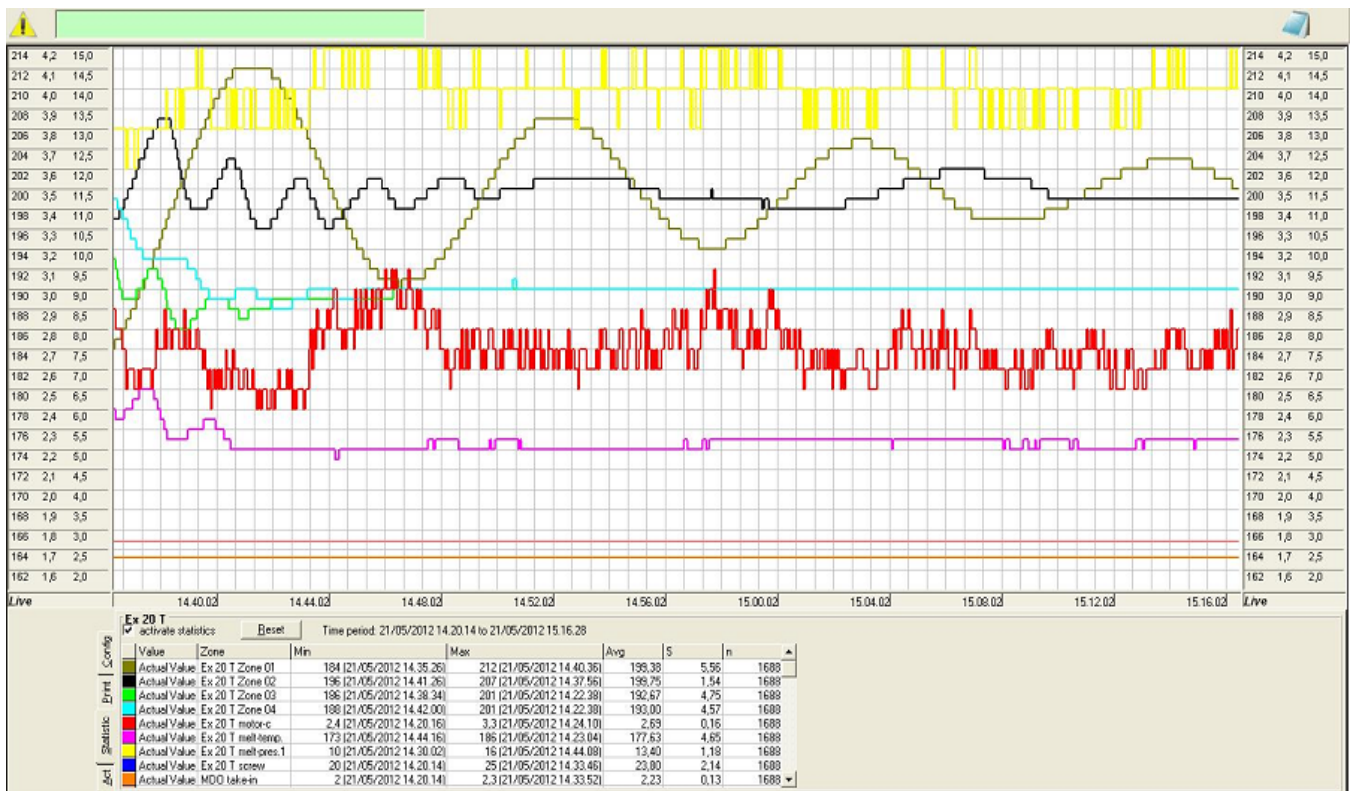


Figura 2.1: immagine del software fecon durante il processo di estrusione con i parametri stabilizzati

Nel frattempo si era preparata una miscela di masterbatch e polipropilene a concentrazioni note e tali da comportare un aumento della densità fino ad un valore teorico di 1,13 g/cm³. Per giungere a questo valore di densità si è partiti calcolando la percentuale volumetrica di calcite richiesta. Successivamente con una semplice proporzione si è passati dalla percentuale volumetrica a quella ponderale, trovando un valore pari al 30,8 %. Però nel masterbatch la calcite non è pura bensì al 62,8 %, quindi si dovrà mescolare una percentuale di masterbatch superiore al 30,8 % e pari a $0,308/0,628 = 0,49$ cioè, il 49 %. Quindi nella tramoggia verrà caricata una miscela composta dal 51% di polipropilene PPH-02 e dal 49 % di masterbatch.

Le temperature dell'estrusore sono state impostate a 190°C per le prime tre zone e a 185°C per la testa. La fessura stretta della calandra è stata impostata a 1,5 mm. Nell'impianto di stiratura le temperature dei chiller erano state impostate a 150°C per il primo modulo e a 115°C per il secondo. Lo strand viene stirato con una velocità iniziale di 0,6 m/s e un DR crescente: 10; 12,5; 15; 17,5. Oltre non è stato possibile andare poiché il filato non ha retto alla forza di trazione, anzi già 15 presentava dei leggeri sfilacciamenti superficiali. Perciò sono stati analizzati tre campioni di fibre contenenti calcite, lasciando perdere quello stirato a DR più alto.

Successivamente si è passati a produrre fibre contenenti barite come filler minerale e continuando ad adoperare il polipropilene a viscosità più alta. In questo caso, essendo la barite più densa della

calcite, 4,5 g/cm³ contro 2,72 g/cm³, necessiteremo di un volume inferiore di filler nel prodotto finale. Quindi sfruttando gli stessi conti fatti per la calcite otteniamo, nella miscela da caricare in tramoggia, il 53 % di masterbatch e il 47 % di polipropilene. La percentuale di masterbatch risulta superiore rispetto al precedente poiché la barite contenuta all'interno è il 46,2 % contro un 62,8 % della calcite.

Il processo produttivo rimane invariato. Nel processo di stiratura si raggiunge un DR di 17,5 con risultati inconcludenti perciò si decide di studiare, anche in questo caso, solo i primi tre campioni.

In seguito si è passati alla produzione di fibre sfruttando i restanti tipi di polipropilene:

è stato prodotto un lotto con il polipropilene a viscosità intermedia (PPH 01) usando la barite come filler e due lotti, introducendo sia barite che calcite, nel polipropilene con MFI più alto.

Il processo rimane invariato rispetto ai precedenti e non si raggiunge più il DR pari a 17,5.

Una volta stirati, i rotoli vengono goffrati e tagliati se vanno a costituire un impasto di calcestruzzo, mentre per le misure di densità e le prove di trazione si taglia una quantità statisticamente valida (non tutto il rotolo ma una piccola parte).

In questo caso si dovranno ottenere dei campioni per ogni tipo di configurazione, di miscelazione e di rapporto di stiro. Per ognuno di questi campioni si è misurata la densità e si sono eseguite delle prove di trazione.

2.2 Caratterizzazione delle fibre

2.2.1 Misure di densità

La densità (chiamata più correttamente massa volumica o massa specifica) di un corpo (spesso indicata dal simbolo ρ) è definita come il rapporto tra la massa del corpo ed il volume del medesimo corpo. Se m è la massa e V il volume si ha dunque:

$$\rho = \frac{m}{V}$$

Per eseguire una misura di densità l'idea è quella di calcolare la sua massa conoscendo il volume occupato. Per calcolare la massa basta disporre di una bilancia, meglio se di precisione, così la misura sarà più accurata. Invece per quanto riguarda il volume il compito risulta più gravoso. Perciò si fa ricorso ad uno strumento che svolge le due funzioni contemporaneamente, il picnometro.

La misurazione della densità di un campione solido, effettuata con questo strumento, richiede le seguenti fasi:

1. si misura la massa del picnometro;

2. si misura la massa del picnometro riempito d'acqua distillata fino al livello massimo del capillare;
3. si misura la massa delle fibre;
4. si misura la massa del picnometro riempito d'acqua distillata con le fibre al suo interno.

Questo procedimento deve essere ripetuto per ogni campione prestando attenzione alla formazione di bolle all'interno dello strumento, ad eventuali modifiche di temperatura dell'acqua durante le misure e alla completa estrazione delle fibre all'interno del picnometro. Quest'ultimo, a volte, può risultare un compito piuttosto laborioso a causa della bassa densità delle fibre e alla loro idrofobicità. Per evitare la formazione di bolle è consigliato inserire le fibre nel picnometro quando questo è già stato riempito e per avere la temperatura dell'acqua costante si lascia in un contenitore a temperatura ambiente per almeno dodici ore.

Inoltre, per giungere a valori statisticamente significativi, si devono ripetere i punti 2 e 4 almeno tre volte, in modo da svolgere i calcoli sfruttando le medie dei valori trovati.

I dati così raccolti vanno inseriti in un foglio Excel che esegua i dovuti calcoli:

- dai punti 1 e 2 si ricava il volume del picnometro, sottraendo alla massa del picnometro riempito d'acqua quella del picnometro vuoto e dividendo questo valore per la densità dell'acqua;
- dai punti 3 e 4 si trova il volume occupato dalle fibre sottraendo al volume del picnometro ottenuto in precedenza, il volume d'acqua contenuto nel picnometro avente le fibre al suo interno, che è pari alla sottrazione, divisa per la densità dell'acqua, tra la massa trovata nel punto 4 e la somma delle masse delle fibre e del picnometro;
- a questo punto basta dividere la massa delle fibre per il volume appena trovato e si troverà il valore della densità.

In questo modo possiamo calcolare la densità di un composto solido che non assorbe acqua in maniera veloce e precisa.

2.2.2 Trazione della fibra

La prova di trazione (o prova di trazione uniassiale) è una prova di caratterizzazione dei materiali che consiste nel sottoporre un provino di un materiale in esame ad un carico F inizialmente nullo che viene incrementato fino a un valore massimo che determina la rottura del materiale. La prova di trazione serve a determinare alcune caratteristiche del materiale in esame, tra cui il modulo di Young o modulo di elasticità (E), lo sforzo a rottura, la deformazione a rottura e il modulo della corda 10-30 %.

Il modulo di Young è una grandezza caratteristica di un materiale che esprime il rapporto tra tensione e deformazione nel caso di condizioni di carico monoassiale ed in caso di comportamento del materiale di tipo "elastico". Quindi serve per capire quanto un materiale si deforma (elasticamente) sottoposto ad una forza.

Per eseguire una prova a trazione è necessario disporre di un dinamometro che registri istantaneamente la forza applicata al provino. Però prima di rompere una fibra bisogna conoscere e catalogare le sue caratteristiche fisiche: lunghezza, larghezza, spessore e massa. Quindi conoscendo anche la densità misurata con il picnometro possiamo ricavare il suo diametro equivalente e la sua sezione. Soprattutto quest'ultima sarà fondamentale conoscere per ricavare lo sforzo a rottura. Ora avendo a disposizione tutte queste informazioni possiamo procedere alla prova di trazione.

L'azione determinante per la buona uscita di una prova di trazione è il serraggio delle morse: non avendo dei riferimenti oggettivi su cui basarsi, come il numero di giri della vite, bisogna cercare il punto dove le morse sono strette abbastanza da non far scivolare la fibra evitando la rottura all'interno della morsa. Inoltre è fondamentale chiudere la fibra in modo da rendere la forza più assiale possibile evitando eventuali forze di torsione. Proprio per questi motivi è buona norma caratterizzare sempre qualche fibra in più di quelle richieste.

A questo punto lo strumento inizia con un precarico di a 3 N che viene raggiunto con una velocità bassa, poi imprime la forza di trazione con una velocità che è stata impostata precedentemente e vale 0,002 1/s che tradotta mi dà una velocità lineare pari a due millesimi della lunghezza iniziale al secondo. Il tempo di rottura con questa velocità varia da 40 s a oltre 200 s, dipendente dal tipo fibra e dal rapporto di stiro. Appena avviene la rottura si deve controllare che la pendenza del grafico sforzo-deformazione sia, nei primi istanti, compresa tra 2 e 20 Mpa/s, in caso contrario la prova va scartata. Comunque anche quando il valore si avvicina agli estremi è meglio scartarla. Infatti il valore medio si aggira intorno ai 10 Mpa/s. Il procedimento va ripetuto per ogni campione con un numero di fibre variabili, da un minimo di 5 fino a 12.

Grazie al software Bluehill si raccolgono un gran numero di dati, uno ogni 2 centesimi di secondo, che per nostra comodità sono stati trasferiti in fogli excel precompilati, chiamati "modello EN", dove si catalogano i dati in tabelle che vanno a comporre due grafici (carico vs. deformazione e

sforzo vs. allungamento percentuale) e un riassunto della prova di quel campione dove si trovano le medie e le deviazioni standard delle proprietà meccaniche richieste. Comunque nel modello troviamo anche tutti i dati trasmessi dal dinamometro e non solo i riassunti.

Capitolo 3

Risultati e discussioni

3.1 Densità

Ogni fibra prodotta con una nuova formulazione di polipropilene e di filler minerali. Perciò si misura la densità, che, nel caso in esame, risulta il parametro fondamentale per definire un eventuale galleggiamento e si conduce una prova di trazione per conoscere le proprietà meccaniche. I risultati così ottenuti devono essere studiati e interpretati: se vengono validati si passa alla produzione di provini in calcestruzzo fibro-rinforzato.

Lo studio della densità è iniziato dalla prima produzione di fibre, cioè da quelle contenenti la matrice polipropilenica a viscosità maggiore. I calcoli teorici precedentemente eseguiti sulla densità delle fibre in produzione, mostravano dei valori compresi tra 1,11 g/cm³ e 1,14g/cm³ a seconda della quantità di filler presente. Le prime esaminate, siglate come PPH 02-11-01 e aventi il 24,6% in peso di calcite, hanno fornito questi valori:

Tabella 3.1: valori di densità delle fibre in polipropilene ad alta viscosità con filler di calcite, 24,6% in peso, a diversi rapporti di stiro. SPPH rappresenta lo strand cioè il filato non stirato.

Densità (g/cm ³) DR		
SPPH 02-11-01	1,11	0,0
PPH 02-11-01 C2	0,767	12,5
PPH 02-11-01 C3	0,733	15,0
PPH 02-11-01 C4	0,719	17,5
PPH 02-11-01 C5	0,689	20,0

Si legge molto facilmente che la densità teorica viene rispettata solo quando si salta il processo di stiratura e cioè nel caso del filato in forma di strand, SPPH 02-11-01. Nel momento in cui si inizia il processo di stiratura la densità si abbassa notevolmente continuando a diminuire all'aumentare del rapporto di stiro.

Pensando di risolvere il problema si è aumentata la quantità di calcite dal 24,6% al 30,8%, portando la densità teorica del materiale a 1,14 g/cm³:

Tabella 3.2: valori di densità di fibre in polipropilene ad alta viscosità con filler di calcite, 30,8% in peso, a diversi rapporti di stiro. SPPH rappresenta il filato non stirato.

Densità (gr/cm3) DR		
SPPH 02-11-02	1,14	0,0
PPH 02-11-02 C1	0,823	10,0
PPH 02-11-02 C2	0,782	12,5
PPH 02-11-02 C3	0,69	15,0
PPH 02-11-02 C4	0,673	17,5

Il risultato finale, come si può ben vedere, non è cambiato; la densità teorica viene mantenuta solo se si esclude la stiratura dal processo produttivo, mentre non appena si introduce la stiratura, la densità si abbassa drasticamente e continua a farlo all'aumentare del DR.

Per capire se il problema era costituito dal tipo di filler si è sostituita la calcite con la barite.

La percentuale di barite nel prodotto finale è pari al 24,5%, con densità teorica di 1,14 g/cm3:

Tabella 3.3: valori di densità di fibre in polipropilene ad alta viscosità con filler di barite, 24,5% in peso, a diversi rapporti di stiro. SPPH rappresenta il filato non stirato.

Densità g/cm3 DR		
SPPH02-08-02	1,141	0,0
PPH02-08-02-R1	1,066	10,0
PPH02-08-02C1	0,977	15,0

I risultati ottenuti, modificando la miscela, continuano a rafforzare l'idea che il processo di stiratura modifichi la densità del filato. Infatti lo strand che non è stato stirato presenta una densità pari a quella teorica mentre all'aumentare del rapporto di stiro diminuisce la densità. Nel caso di questa miscela i valori sono abbastanza alti rispetto a quelli della miscela con la calcite però non ancora accettabili per costituire un impasto di calcestruzzo.

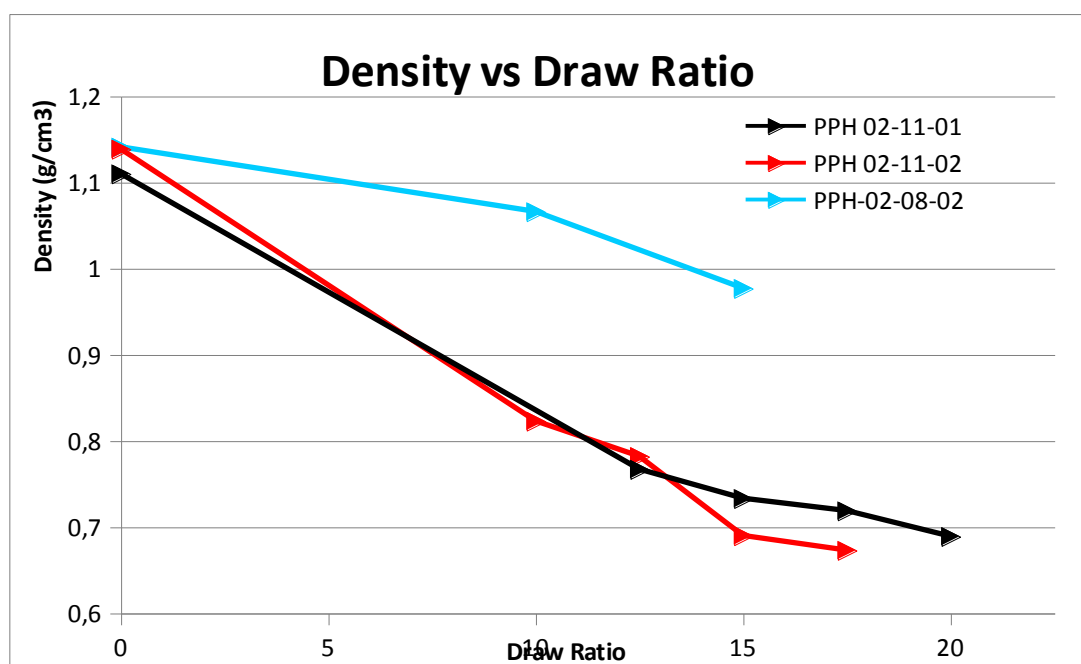


Figura 3.1: grafico di densità contro rapporto delle tre produzioni di fibre. La linea nera e quella rossa rappresentano le fibre con filler di calcite, mentre quella azzurra rappresenta le fibre con il filler di barite.

Alla fine, leggendo questo grafico, possiamo concludere che, non solo all'aumentare del rapporto di stiro si ha una perdita di densità, ma anche che la perdita di densità è più marcata all'aumentare della quantità di filler presente all'interno della miscela.

Quindi, per definire la perdita di densità, si è ricorsi ad un fenomeno già conosciuto e registrato in letteratura, secondo cui le molecole di polimero si staccano dai poli delle molecole di filler creando delle cavità che si espandono con l'allungamento della fibra. Questo fenomeno viene sfruttato nell'industria per produrre membrane porose. La differenza di comportamento allo stiro è imputabile ad una diversa granulometria delle due cariche minerali: il carbonato di calcio risulta più fino e crea un numero maggiore di cavità.

Al fine di ostacolare o di risolvere la diminuzione di densità provocata dal processo di stiro si è modificata la miscela:

- si è impiegato un polipropilene con maggiore fluidità poiché si ipotizza che una maggiore fluidità del polipropilene possa determinare una maggior tendenza della matrice polimerica a seguire il profilo delle particelle minerali durante lo stiro.

Inoltre si potrebbe ricorrere all'uso di filler con una granulometria più grossolana in modo da limitare il fenomeno della formazione di cavità. Questo aspetto risulta stringente in particolare per il CaCO_3 . Ma l'approvvigionamento non è facile in quanto in genere la richiesta del mercato è per

CaCO₃ con particelle sempre più fini e una volta trovato è arrivato alla fine dello stage e non informa di masterbatch. Per quanto riguarda il BaSO₄, essendo il suo impiego limitato in applicazioni in cui la granulometria non è un aspetto fondamentale, è difficile, in questo stadio, chiedere ai fornitori una campionatura sulla base della granulometria.

Le percentuali di polipropilene e calcite sono state leggermente modificate: la calcite è stata portata al 26%.

Tabella 3.4: valori di densità di fibre in polipropilene a bassa viscosità con filler di calcite, 26% in peso, ad un rapporto di stiro pari a 10. SPPH rappresenta il filato non stirato.

	Densità (g/cm ³)	DR
SPPH 03-03	1,135	0
PPH 03-03	0,888	10

I risultati ottenuti ci mostrano come la densità sia aumentata rispetto al precedente metodo di produzione, anche se non corrisponde esattamente a quello desiderato.

Per quanto riguarda le fibre contenenti barite le percentuali sono rimaste invariate: 24,5% di barite.

In questo caso sono stati provati due tipi di polipropilene con due MFI diversi, quello a più alto MFI è lo stesso usato per la calcite.

Tabella 3.5: valori di densità delle fibre in polipropilene a diversa viscosità con filler di barite, 24,5% in peso, a diversi rapporti di stiro. Per DR=0 si intende il filato non stirato

Lotto N°	03-02-01	01-11-01	02-08-02
MFI PP	PP(MFI:Alto)/BaSO ₄	PP(MFI:Medio)/BaSO ₄	PP(MFI:Basso)/BaSO ₄
DR			
0	1,123	1,097	1,141
10	1,097	1,076	1,066
12,5	1,068	1,043	0,977
15	1,064	1,017	

Anche in questo caso la densità è aumentata portandosi a valori vicini molto vicini a quelli desiderati.

Confrontando i valori ottenuti in un grafico ottengo:

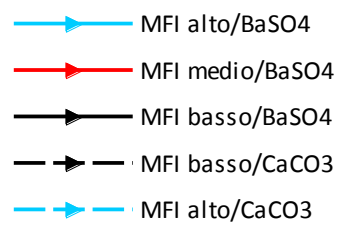
Tabella 3.6: tabella riassuntiva che comprende tutti i valori di densità delle fibre prodotte con diversi tipi di polipropilene a vari rapporti di stiro.

Tabella riassunto					
Lotto N°	02-08-02	01-11-01	03-02-01	02-11-02	03-03
MFI PP (g/10min)	Basso	Medio	Alto	Basso	Alto
Tipo Filler	BaSO ₄	BaSO ₄	BaSO ₄	CaCO ₃	CaCO ₃
% Filler	24,5	24,5	24,5	24,6	26
Densità fibra (g/cm ³)					
DR	Densità fibra (g/cm ³)				
0	1,141	1,097	1,123	1,14	1,13
10	1,066	1,076	1,097	0,823	n.d.
12,5	n.d.	1,043	1,068	0,782	0,9
15	0,977	1,017	1,064	0,69	n.d.

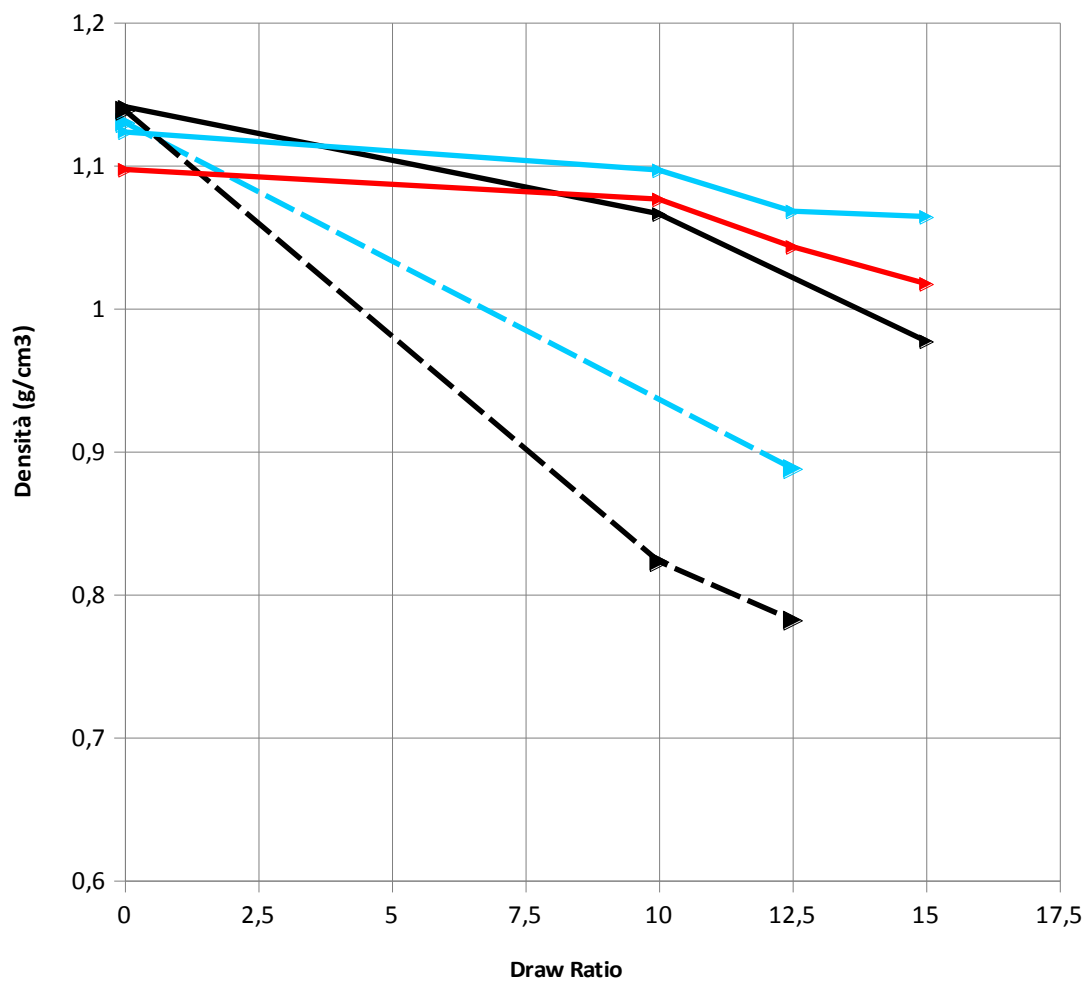
Da questi dati deduciamo che, per entrambi i tipi di filler minerali, all'aumentare della fluidità del polipropilene usato, aumenta anche la sua densità dopo il processo di stiratura. Nel caso del calcio carbonato si ottiene un aumento considerevole, usando un polimero ad alta fluidità, ma non sufficiente a raggiungere la densità di 1g/cm³ limite minimo per non galleggiare in acqua. Per il bario solfato invece si è raggiunta e superata la densità di 1,05 g/cm³, anche ad alti rapporti di stiro usando il polipropilene più fluido, e inoltre si è rimasti sopra a 1 g/cm³ anche adoperando quello a fluidità media.

Tutto viene riassunto nel grafico alla pagina successiva dove è chiara l'influenza del MFI sulla densità delle fibre e conferma quanto ipotizzato in precedenza.

Figura 3.2: grafico densità contro rapporto di stiro delle fibre in polipropilene, a diverse viscosità,



prodotte con filler di calcite e barite. In esso viene evidenziato come all'aumentare della viscosità



del polipropilene la densità diminuisce.

3.2 Prove di trazione

Dopo aver misurato la densità delle fibre prodotte si passa alle prove di trazione dove si misurano le proprietà meccaniche del prodotto che andrà a costituire l'impasto del calcestruzzo. Il processo che influenza maggiormente le proprietà meccaniche è quella di stiratura poiché va ad orientare le macromolecole aumentando lo sforzo a rottura e il modulo di Young e diminuendo la deformazione a rottura. Questo si traduce in una modifica del comportamento a deformazione del materiale che è reso sempre più fragile all'aumentare del rapporto di stiro.

Praticamente tutte le fibre prodotte sono state sottoposte a prove di trazione, in modo da conoscere le loro proprietà meccaniche, in questa sezione, però verranno esposte solo quelle che hanno un interesse relativo a questo progetto, cioè quelle che corrispondono alle sigle: PPH 02-08-02, PPH 01-11-01, PPH 03-02-01, PPH 02-11-02 e PPH 03-03. Lo scopo di queste prove di trazione è quello di vedere come vengono influenzate le proprietà meccaniche dalla presenza del filler minerale.

Tabella 3.7: riassunto delle prove meccaniche eseguite sulle fibre prodotte in precedenza. I valori del MFI sono stati oscurati per motivi di segretezza.

Sample	MFI PP g/10min	Filler		DR	Density g/cm3	Modulus EN14889		Young's Modulus		Stress at Break		Strain at Break	
		Type	%			GPa		GPa		MPa		%	
						Mean	ds	Mean	ds	Mean	ds	Mean	ds
PPH02-08-02		BaSO4	24,5	10	1,066	2,73	0,31	3,88	0,42	326	17	25	2,8
				15	0,977	5,36	0,32	7,11	0,42	347	13	12	1,0
PPH01-11-01	6,0			10	1,076	4,82	0,17	5,73	0,20	268	5	9,0	1,7
				12,5	1,043	4,37	0,09	5,48	0,18	280	6	11	1,3
PPH03-02-01	23,6			15	1,017	4,95	0,19	5,88	0,29	288	6	11	1,4
				10	1,097	2,90	0,11	3,85	0,15	257	3	20	1,9
				12,5	1,068	4,04	0,12	4,74	0,16	258	10	14	2,2
				15	1,064	4,73	0,16	5,43	0,32	271	7	9,3	1,0



La tabella riporta le medie dei valori delle proprietà meccaniche e le loro deviazioni standard relative. Sfruttando questi dati si giunge ad alcune importanti conclusioni:

1. in generale, con alcune eccezioni forse imputabili a errori sperimentali, le fibre contenenti cariche minerali seguono la regola ordinaria per cui all'aumentare del rapporto di stiro aumenta il modulo elastico e lo sforzo a rottura mentre diminuisce la deformazione a rottura;
2. le prestazioni meccaniche delle fibre contenenti CaCO₃ risultano inferiori alle prestazioni delle fibre contenenti BaSO₄;
3. lo sforzo a rottura dei sistemi caricati è sensibilmente inferiore a quello dei sistemi non caricati che in genere superano i 400 Mpa;
4. il modulo elastico dei sistemi caricati PP/BaSO₄ è confrontabile con i valori tipicamente raggiungibili dai sistemi non caricati, a differenza dei sistemi PP/CaCO₃ che risultano essere meno rigidi dei corrispettivi non caricati;
5. nei sistemi PP/BaSO₄, all'aumentare della fluidità del PP diminuiscono le proprietà meccaniche;
6. nei sistemi PP/CaCO₃ non sembra esserci correlazione tra fluidità del PP e proprietà meccaniche (forse pochi campioni per giudicare).

I campioni evidenziati in rosso nella tabella sono stati selezionati per costituire l'impasto di alcuni provini di calcestruzzo. Il PPH 03-03 non avrebbe i requisiti richiesti poiché ha una densità inferiore a 1 g/cm³ ma si è ritenuto interessante conoscere il suo comportamento all'interno del calcestruzzo. I tre campioni scelti sono stati tagliati a circa 50 mm di lunghezza e goffrati a onda con un passo di 1,5 mm. Questi sono stati nuovamente sottoposti a una prova di trazione per vedere l'influenza della goffratura sulle proprietà meccaniche.

Tabella 3.8: riassunto delle prove meccaniche sulle fibre sottoposte a goffratura.

Sample	Density	Area		Dmin		Dmax		Mas		Length		Modulus EN14889		Young's Modulus		Stress at Break		Strain at Break	
	g/cm ³	mm ²		mm		mm		mg		mm		GPa		GPa		MPa		%	
		Mean	ds	Mean	ds	Mean	ds	Mean	ds	Mean	ds	Mean	ds	Mean	ds	Mean	ds	Mean	ds
PPH01-11-01-EMB	1,034	0,547	0,04	0,49	0,01	1,45	0,07	30,1	2,2	49,6	0,5	2,02	0,2	2,15	0,2	287	10	19,8	2,6
PPH03-02-01-EMB	1,044	0,478	0,03	0,40	0,02	1,40	0,08	26,4	2	52,4	0,3	3,13	0,6	3,56	0,9	265	12	11,9	2,6
PPH03-03-EMB	0,917	0,655	0,08	0,47	0,01	1,67	0,18	32,0	4,4	50	1	2,11	0,2	2,34	0,3	208	12	12,6	1,2

Dai valori riportati in tabella si deduce che la goffratura causa una notevole diminuzione del modulo elastico che quasi viene dimezzato. Il resto delle proprietà si può considerare invariato.

Conclusioni

L'obiettivo preposto all'inizio del tirocinio era produrre fibre in polipropilene per il rinforzo di calcestruzzo che avessero una densità superiore a quella dell'acqua così da non galleggiare e ostruire i tombini durante la fase di lavorazione di costruzioni nell'underground. Le proprietà meccaniche vengono considerate un problema di importanza secondaria.

Per raggiungere questo obiettivo si sono introdotte cariche minerali a densità elevata, barite ($4,5 \text{ g/cm}^3$) e calcite ($2,72 \text{ g/cm}^3$), nel polipropilene vergine. La produzione è stata condotta sfruttando il processo di estrusione seguito da quello di stiratura. Durante quest'ultima fase, però, la densità del composito ha subito una grossa diminuzione, scendendo, non solo, sotto quella richiesta, dell'acqua, ma addirittura al di sotto di quella del polipropilene vergine ($0,9 \text{ g/cm}^3$).

La causa del problema è stata individuata nella formazione di cavità all'interno della matrice polipropilenica durante il processo di stiratura. Il fenomeno è dovuto al distacco del polimero dai poli della particella di filler a causa dell'assenza di un legame che li tenga uniti.

Per risolvere questo problema si ipotizza che una maggiore fluidità del polipropilene possa

determinare una maggior tendenza della matrice polimerica a seguire il profilo delle particelle minerali durante lo stiro. Quindi si producono nuove fibre con un polipropilene a minore viscosità. La sperimentazione evidenzia una sensibile diminuzione del fenomeno di creazione di vuoti con conseguente mantenimento della densità a valori prossimi a quelli teorici. L'obiettivo è stato raggiunto.

Riferimenti bibliografici

Basf-The chemical company (2009) MEYCO FIB SP 40 Le fibre strutturali sintetiche per calcestruzzo. Editore Studium Bergomese S.C. Bergamo

Siti web:

<http://www.wikipedia.org/wiki/Calcestruzzo>

http://www.wikipedia.org/wiki/Calcestruzzo_fibrorinforzato

<http://www.drcollin.de/en/index.php?contentpath=n607/n624>

http://it.mt.com/it/it/home/products/Laboratory_Weighing_Solutions/Analytical_Balances.html

<http://www.instron.it/wa/product/Tension-Testers.aspx?filter=false>