

Rapporto tecnico

16.12.2022

RAA11330S_00

IMM

Istituto Meccanica dei Materiali SA

Via al Molino 55 - 6916 Grancia - Switzerland

T +41 91 994 83 41

E-mail imm@imm.ch

F +41 91 994 85 30

Web www.imm.ch

Valutazione delle proprietà di Self-Healing:

CANTIERE DEPURATORE DI GENOVA con Penetron Admix

16.12.2022

Penetron Italia S.r.l.

Via Italia 2/b Collegno (TO)

ITA - 10093

Indice delle revisioni

| ID | Preparato da | Cliente N° | Lavoro N° | Progressivo | Stato della Revisione | Data | Verificato da | Firma digitale |
|-----|--------------|------------|-----------|-------------|-----------------------|------------|---------------|---|
| RAA | MDT | 11330 | - | S | 00 | 16.12.2022 | -- |  |
| | | | | | | | | |

Il presente documento viene rilasciato alla committenza per gli specifici scopi legati esclusivamente al progetto sopra descritto. Il presente documento non dovrebbe costituire materiale di riferimento per documenti di terze parti od utilizzato per altri scopi. La società non si assume alcuna responsabilità sulle conseguenze dell'impiego di questo documento come fonte documentale in documenti di terze parti o per un suo impiego per altri scopi, o per errori od omissioni presenti nei dati a noi pervenuti. Il presente documento contiene informazioni riservate e confidenziali su argomenti la cui proprietà intellettuale è riservata. Non dovrebbe essere pertanto mostrato a terzi senza aver previamente ricevuto un consenso scritto da parte della ns. Società e del ns. Committente.

Contenuti

| | |
|---|----|
| Valutazione delle proprietà di Self-Healing:..... | 1 |
| 1. Introduzione..... | 5 |
| 1.1 Contesto generale..... | 5 |
| 1.2 Contesto Tecnico Operativo..... | 6 |
| 1.3 Principio del test..... | 6 |
| 1.4 Analisi dei risultati..... | 7 |
| 1.5 Validazione..... | 8 |
| 2. Risultati..... | 9 |
| 2.1 Riduzione del flusso nel tempo..... | 9 |
| 2.2 Osservazioni al microscopio..... | 10 |
| 2.2.1 Larghezza della fessura..... | 10 |
| 2.2.2 Formazione di nuovi cristalli: descrizione e % di ricoprimento..... | 11 |
| 3. Valutazione..... | 13 |
| 4. Referenze..... | 14 |

1. Introduzione

1.1 Contesto generale

Il Laboratorio IMM SA, con sede in Svizzera, è un laboratorio di prove sui materiali accreditato ISO/CEI 17025 e svolge il ruolo di società di consulenza nel campo della tecnologia dei materiali. La società PENETRON Italia Srl (di seguito denominata il cliente) ci ha incaricati di effettuare delle prove di *self-healing* su campioni di calcestruzzo contenenti Penetron provenienti dal Depuratore di Genova. Il cliente, ha preparato i campioni soggetti al test, le cui specifiche sono ignote allo scrivente.

Il test è stato eseguito sul campione confezionato dal cliente il 17.03.2022.

Il campione è stato conservato in acqua a temperatura di laboratorio fino all'inizio del test.

La Figura 1.1. illustra il campione come preparato dal cliente.



Figura 1.1.

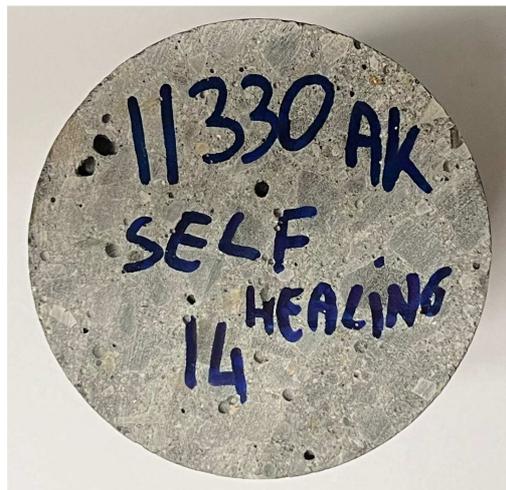


Figura 1.2.

Note. IMM SA può certificare solo la composizione dei campioni preparati nel nostro laboratorio

1.2 Contesto Tecnico Operativo

Si ritiene che vi siano tre componenti che contribuiscono al *self-healing*, e nello specifico:

1. La Precipitazione di cristalli di neo-formazione (processo chimico);
2. L'Espansione (processo fisico);
3. L'intasamento.

In condizioni di Laboratorio dove viene utilizzata acqua di rete, l'intasamento è improbabile. Quindi la valutazione delle proprietà di *self-healing* deve considerare:

- Un efficace riduzione del flusso d'acqua nel tempo;
- La neo formazione di cristalli;

Solo quando il flusso d'acqua diminuisce nel tempo entro un valore costante finale compreso tra 0,0 ÷ 0,5 litri/ora, il *self-healing* si considera raggiunto con le condizioni al contorno del test.

Solitamente, sulla base di analisi di prodotti con caratteristiche di *self-healing* conclamate, ci si deve attendere il completamento della prova entro 90 giorni dall'esposizione al flusso.

Se l'osservazione visiva al microscopio fornisce prova di una abbondante formazione di cristalli sulla parete della fessura, il *self-healing* viene classificato come "chimico-irreversibile". Mentre, quando la formazione di cristalli non è dominante, il *self-healing* è classificato come "fisico-reversibile". Data la sua natura parzialmente reversibile, l'espansione fisica non è considerata, in questo protocollo, un'indicazione di superamento della prova di *self-healing*.

1.3 Principio del test

La prova condotta attraverso un apparato proprietario, consiste nel sottoporre il campione fessurato (avente le caratteristiche geometriche di diametro = altezza = 100 mm), al flusso unidirezionale di acqua proveniente da un serbatoio sotto l'azione della sola gravità.

Il flusso iniziale è il valore massimo del flusso in litri/h che una fessura con una larghezza W compresa tra 0,40 e 0,60 mm (valore obiettivo di 0,50 mm) può sopportare sulla faccia esposta al flusso. La differenza media tra l'altezza del livello dell'acqua nel serbatoio e l'ingresso al campione è di 3,5 m. Questo significa che per un'altezza del campione di 0,1 m, corrisponde a un gradiente idraulico medio di 35 (m/m).

Per migliorare il processo "chimico-irreversibile" di *self-healing* è stata adottata la seguente procedura modificata. Dopo 7 giorni sotto il flusso d'acqua, i campioni vengono rimossi dall'attrezzatura di prova e conservati per 3 giorni in una camera climatica alla temperatura di $20 \pm$

1 °C e umidità relativa di $70 \pm 5\%$. Successivamente, i campioni vengono immersi in acqua a 20 ± 1 °C per 7 giorni e successivamente conservati nuovamente per 3 giorni nella camera climatica alla temperatura di 20 ± 1 °C e umidità relativa di $70 \pm 5\%$. Infine, i campioni vengono nuovamente sottoposti al flusso d'acqua per 7 giorni e così via. Questi cicli bagnato-asciutto vengono ripetuti fino a quando il flusso d'acqua attraverso i provini raggiunge un valore compreso tra 0 e 0,5 litri / h.

Il campione viene precedentemente fessurato a trazione e le pareti opposte del campione fessurato sono ricongiunte con metodi proprietari al fine di ottenere una apertura misurata sulla faccia superiore e inferiore del campione, compresa tra 0,4 mm e 0,6 mm (Figura 1.5).

La larghezza della fessura viene misurata attraverso microscopio ottico KEYENCE, il quale restituisce con l'ausilio del software proprietario dedicato alle analisi di immagine la percentuale di crescita dei cristalli sulla parete della fessura a fine test.

Figura 1.1. Esempio di fessura indotto artificialmente sul campione.



Il flusso continuo di acqua di rete attraverso i campioni fessurati viene registrato digitalmente con l'ausilio di flussimetri elettromagnetici.

1.4 Analisi dei risultati

Al fine di valutare i risultati ottenuti sono stati utilizzati i seguenti criteri:

1. Formazione abbondante di cristalli di neoformazione sulle pareti della fessura → **SELF-HEALING CHIMICO**;
2. Formazione subordinata di cristalli di neoformazione sulle pareti della fessura → **SELF-HEALING FISICO**;

Se le condizioni 1 e 2 sono contemporaneamente soddisfatte la prova si considera passata.

Se le condizioni 1 e 2 non sono contemporaneamente soddisfatte la prova si considera fallita.

Per filtrazioni permanenti residue comprese tra 0.1 e 0.5 litri/h la larghezza della fessura residua può anche essere determinata usando la formula per il flusso iniziale per metro di fessura visibile (q_w) data nel Ref. 2:

$$q_w = 740 \cdot I \cdot w_m^3 \cdot k \text{ (eq. 1)}$$

Dove:

I – gradiente idraulico (m/m)

w_m - larghezza media della fessura sulla superficie

k - fattore di correzione della temperatura dell'acqua ($k = 0.88$ @15°C, $k=1.00$ @20°C, $k=1.26$ @30°C)

La temperatura dell'acqua in uscita dai flussimetri viene misurata automaticamente per tutta la durata del test e ha una media di 23 ° C con dispersione trascurabile, da cui può essere interpolato un valore di $k=1.08$

1.5 Validazione

La procedura proposta in questo protocollo è interna al laboratorio IMM SA e, ad oggi, non esiste ancora un accordo comune in letteratura su una metodologia di test unificata e su criteri per la valutazione delle proprietà *self-healing* dei composti cementizi.

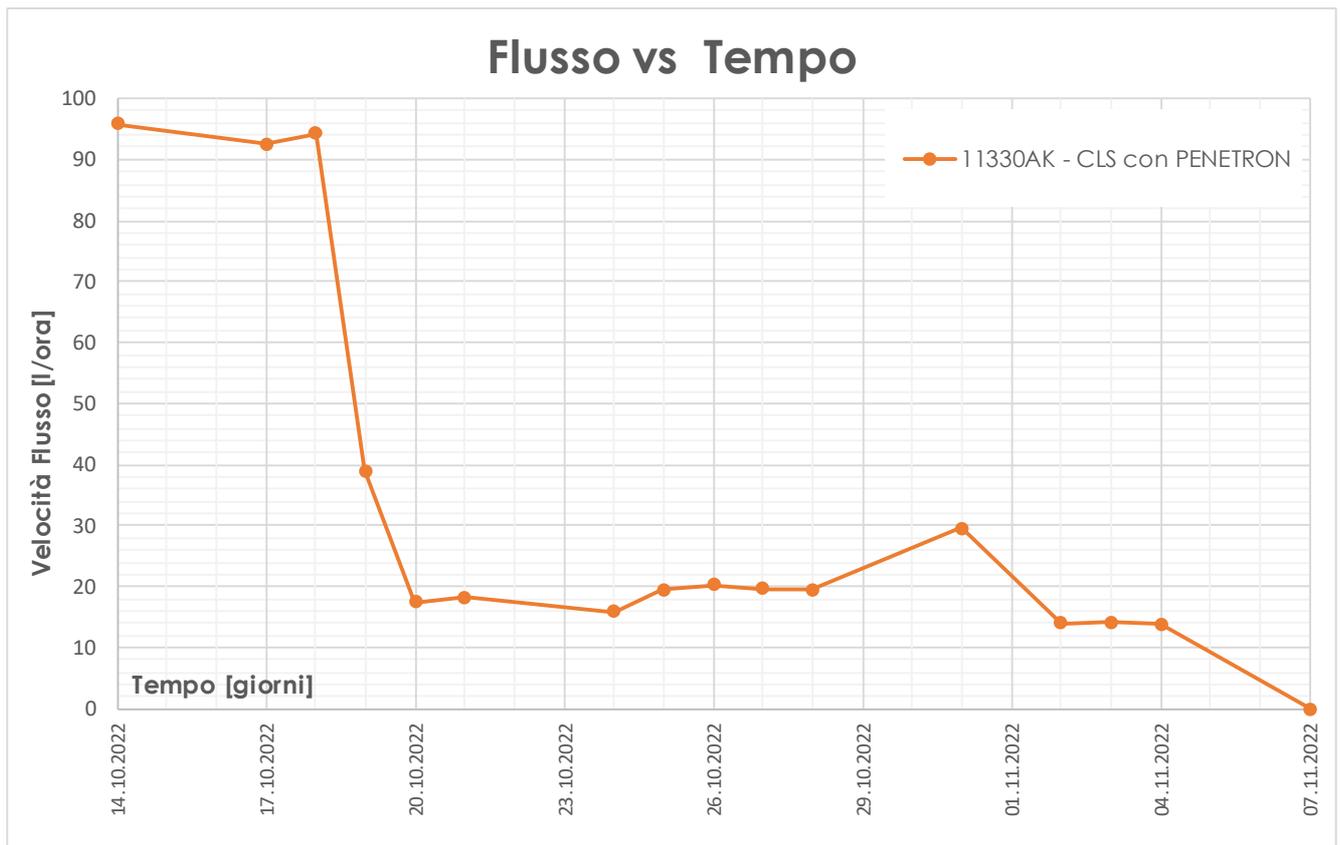
Tuttavia, il nostro approccio sperimentale, segue alcune delle prescrizioni presentate nel Rif. 1 per quanto riguarda la configurazione relativa all'esposizione al flusso variabile nel tempo e le tecniche (microscopia ottica), al fine di poter valutare l'efficacia della crescita dei cristalli secondari sulla faccia della fessura.

2. Risultati

2.1 Riduzione del flusso nel tempo

L'evoluzione del flusso nel tempo per il campione è mostrata in fig 2.1.

Figura 2.1.



2.2 Osservazioni al microscopio

2.2.1 Larghezza della fessura

La Figura 2.2 mostra la larghezza della fessura misurata nel campione prima del test.

Figura 2.2. Media della larghezza della fessura nel campione ID 11330AK: 0.41 mm



Le Figure 2.3 e 2.4 mostrano la crescita dei cristalli avvenuta sulla fessura sottoposta al flusso alla fine del test.

Figura 2.3. ID 11330AK



Figura 2.4. ID 11330AK



2.2.2 Formazione di nuovi cristalli: descrizione e % di ricoprimento

La faccia interna della fessura del campione 11330AK è mostrata nelle figure 2.6. e 2.7.

Figura 2.6. ID 11330AK - Formazione di nuovi cristalli formati sulla faccia interna della fessura, la dimensione dei cristalli aciculari è di 0.02 mm e i "globi" raggiungono dimensione massima di 0.10 mm



Figura 2.7. ID 11330AK - Presenza omogenea di cristalli del prodotto di reazione



La % di ricoprimento del campione ID 11330AK misurato con analisi di immagine con l'ausilio di un software dedicato è riportato in tabella 2.1.

Tabella 2.1.

| Ingrandimento | Area totale della regione [mm ²] | Area totale dei cristalli [mm ²] | % di ricoprimento |
|---------------|--|--|---------------------------|
| 50 X | 39.50 | 29.13 | 73.8% (Molto Alto) |
| 50 X | 39.50 | 34.00 | 86.1% (Molto Alto) |
| 50 X | 39.50 | 31.71 | 80.3% (Molto Alto) |
| 50 X | 39.50 | 28.14 | 71.3% (Molto Alto) |
| Media | 39.50 | 30.75 | 77.8% (Molto Alto) |

| Scala di valutazione visiva: | [%] |
|------------------------------|--------|
| Molto Alto | 70-100 |
| Alto | 50-70 |
| Basso | 20-50 |
| Povero | 10-20 |
| Assente | 0-10 |

3. Valutazione

La tabella 3.1 riporta la valutazione dei risultati basati sul criterio definite nel Capitolo. 1.

Tabella 3.1.

| Campione ID 11330AK | |
|---|--|
| <i>Giorno inizio /fine</i> | 14.10.2022 / 7.11.2022 |
| <i>1. Larghezza media della fessura misurata otticamente all'inizio della prova</i> | 0.41mm |
| <i>2. Lettura finale del flusso in condizioni stazionarie (litri/h)</i> | 0.0 |
| <i>3. Abbondante presenza di cristalli di neoformazione</i> | SI |
| <i>4. Larghezza nominale residua della fessura calcolata alla fine della prova (mm)</i> | 0.0 |
| <i>7. Natura del prodotto precipitato sulla parete della fessura</i> | Calcite/Portlandite/ Silicati idrati di calcio di varia natura |
| <i>8.. Classificazione del self-healing</i> | CHIMICO IRREVERSIBILE |
| VALUTAZIONE | SUPERATO |
| Note | Esistono prove sufficienti per indicare che il deposito di cristalli di nuova formazione sulla superficie della fessura dia un contributo dominante al processo di self healing: vero self healing |

4. Referenze

1. **RILEM STAR 221HSC**: Self-healing phenomena in cement-based materials – 2013
2. **Edvardsen, K.** : Water permeability and autogenous healing of cracks in concrete – ICE Publishing