

ANALISI DELLA MICROSTRUTTURA DI UN' ARGILLA DI ALTA PLASTICITÀ TRATTATA CON CALCE

Camillo Airò Farulla

Università degli Studi di Palermo, Scuola Politecnica
camillo.airofarulla@unipa.it

Clara Celauro

Università degli Studi di Palermo, Scuola Politecnica
clara.celauro@unipa.it

Marco Rosone

Università degli Studi di Palermo, Scuola Politecnica
marco.rosone@unipa.it

Sommario

Nella nota si presentano i primi risultati di una indagine sperimentale volta a studiare l'effetto del trattamento con calce sulle caratteristiche microstrutturali di un'argilla di alta plasticità, proveniente dagli scavi eseguiti nel corso dei lavori di ammodernamento di una strada di grande comunicazione in Sicilia. I provini, compattati in laboratorio a diverse percentuali di calce, sono stati sottoposti a prove porosimetriche ad intrusione di mercurio *MIP* ed osservazioni al microscopio elettronico *SEM*. L'analisi dei risultati evidenzia che l'argilla trattata con calce assume una distribuzione dei pori tipica dei materiali a doppia porosità e che gli effetti sulla microstruttura dipendono dalla quantità di calce aggiunta e dal tempo di maturazione.

1. Introduzione

Presso il Dipartimento di Ingegneria Civile, Ambientale, Aerospaziale, dei Materiali (*DICAM*) dell'Università degli Studi di Palermo è in corso di svolgimento una ricerca sperimentale riguardante lo studio dell'evoluzione nel tempo delle caratteristiche geotecniche di argille di elevata plasticità trattate con calce. Il programma degli esperimenti in corso si inserisce in uno studio più ampio riguardante l'impiego delle argille provenienti dagli scavi per la costruzione dei rilevati nell'ambito dei lavori per la costruzione o l'ammodernamento di strade e ferrovie. L'interesse per questo tipo di ricerche scaturisce da una molteplicità di considerazioni attinenti sia a valutazioni di ordine tecnico ed economico e sia a valutazioni di più generale interesse dal punto di vista della compatibilità ambientale di tali opere.

Gli effetti del trattamento con calce sulle caratteristiche fisiche e meccaniche delle argille di plasticità più o meno elevata, quali quelle di norma affioranti in Sicilia, sono ben noti e caratterizzati da incrementi della rigidità e della resistenza a taglio delle argille trattate molto elevati, per cui appare vantaggioso e conveniente che l'impiego di tali materiali divenga, anche nel nostro Paese, sempre più diffuso, definendo sulla base di risultati di indagini e prove, in sito e in laboratorio, le metodiche costruttive (Airò Farulla et al., 2014). Inoltre, per quanto a conoscenza degli Autori, non pare, almeno con riferimento a quanto rilevabile dalla letteratura sull'argomento, che il comportamento nel tempo di questi materiali abbia evidenziato inadeguatezze o riduzioni nelle prestazioni osservate nel breve termine. Tuttavia, dal punto di vista scientifico, è di grande rilievo approfondire lo studio sulle reazioni che lentamente si sviluppano nel tempo nelle argille trattate, identificando le specie chimiche che si vanno formando e i loro effetti sul comportamento meccanico dei materiali alla scala dei volumi delle opere di cui si occupa l'Ingegneria Civile. Un aspetto rilevante, a questo riguardo, è quello della reversibilità di tali trasformazioni e della durabilità nel tempo delle proprietà acquisite dalle argille

trattate con calce, in presenza di significative variazioni delle condizioni ambientali e/o a tipo e concentrazioni delle sostanze chimiche disciolte nell'acqua di porosità.

Per approfondire questi problemi, il programma sperimentale in corso di svolgimento è stato elaborato considerando che, al momento della posa in opera, i materiali sono non saturi e possono successivamente essere sottoposti variazioni cicliche del contenuto d'acqua. In particolare, nella memoria si presentano i primi risultati sullo studio della microstruttura dell'argilla trattata al variare del contenuto di calce e del tempo di maturazione. La tecnica di indagine utilizzata ha previsto l'esecuzione di prove porosimetriche ad intrusione di mercurio *MIP* e osservazioni al microscopio elettronico *SEM*. I dati raccolti forniscono un primo quadro sulle variazioni della microstruttura indotte dall'interazione tra l'argilla e la calce e consentono di precisare gli ulteriori sviluppi della ricerca.

2. Materiale della sperimentazione

L'argilla utilizzata per la ricerca ha una composizione granulometrica caratterizzata da sabbia ($f_s = 6\%$), limo ($f_l = 50\%$) e argilla ($f_a = 44\%$) e ha limiti di liquidità e di plasticità pari a $w_l = 64\%$ e $w_p = 22\%$. Si tratta di un'argilla di alta plasticità ($I_p = 42\%$) inorganica con attività normale ($I_a = 0.95$). Il peso specifico dei grani è $\gamma_s = 26.4 \text{ kN/m}^3$.

Dal punto di vista mineralogico le particelle argillose sono costituite da smectite, caolinite ed illite ma sono presenti nel complesso anche quarzo, calcite, feldspati e dolomite. Il contenuto di solfati medio è risultato pari a 0.17% mentre il contenuto di sostanza organica è risultato pari a 2.8%.

Per il trattamento è stata utilizzata una calce viva, certificata come CL 90-Q secondo UNI EN 459-1, avente una percentuale di calce disponibile pari al 94.5%, elevata reattività all'acqua e finezza di macinazione.

Il quantitativo di calce consumato (*CIC*) per soddisfare le reazioni di breve termine, stimato sulla base dell'analisi della variazione dell'indice di plasticità (Hilt and Davidson, 1960) e del *pH* (Eades and Grim, 1966) della miscela all'aumentare della percentuale di calce, è risultato pari al 2% (Airò Farulla et al., 2013).

L'evoluzione nel tempo della microstruttura del materiale trattato con le percentuali di calce pari a 2 e 4% è stata studiata utilizzando provini compattati staticamente alle condizioni di ottimo delle curve di costipamento Proctor Standard. A questo scopo, dopo essere stata essiccata all'aria (contenuto d'acqua igroscopico $w_h = 0.04$), l'argilla è stata parzialmente disgregata, selezionando il passante allo staccio N° 10 ASTM ($d = 2 \text{ mm}$). Successivamente il materiale è stato umidificato al contenuto d'acqua di interesse e mantenuto per 24 ÷ 48 ore in un contenitore ermeticamente chiuso. Quindi, l'argilla è stata accuratamente mescolata con la calce viva e dopo un'ora è stata avviata la fase di compattazione. Per effetto dei processi immediati di scambio cationico le caratteristiche di compattazione subiscono una sostanziale variazione. Le miscele diventano meno sensibili alle variazioni di contenuto d'acqua e, all'aumentare della percentuale di calce, le caratteristiche di compattazione all'ottimo, riportate in tabella 1, si spostano verso valori del contenuto d'acqua più elevati e valori del peso secco dell'unità di volume più bassi (Airò Farulla et al., 2013).

Tab 1. Caratteristiche d'ottimo dei provini compattati (Proctor Standard).

%CaO	w_{opt} (%)	$\gamma_{d,opt}$ (kN/m^3)	e (-)
0	20.3	16.1	0.636
2	22.3	15.3	0.716
4	22.8	15.1	0.747

3. Programma e attrezzature della sperimentazione

L'analisi microstrutturale è stata eseguita combinando tra loro le informazioni ottenute attraverso due diverse tecniche sperimentali. Alle prove porosimetriche ad intrusione di mercurio (MIP), che forniscono informazioni quantitative sulla distribuzione delle dimensioni dei pori e sulla porosità, sono state affiancate le osservazioni al microscopio elettronico a scansione (SEM), che forniscono informazioni qualitative sulla dimensione, forma e distribuzione delle particelle.

Le prove MIP sono state effettuate utilizzando un porosimetro (*Pascal 140-240 series, Thermo Scientific Corp.*) avente pressione massima di intrusione pari a 200 MPa, corrispondente ad un diametro di ingresso dei pori pari a 7.5 nm. L'angolo di contatto tra il mercurio ed il materiale sottoposto a prova è stato posto pari a 140°.

Le osservazioni al SEM sono state eseguite mediante l'utilizzo di un microscopio *FEI Quanta 200f* (massimo ingrandimento 1000000X). I provini sono stati essiccati mediante la tecnica del freeze-drying (Romero and Simms, 2008) che consiste in un rapido congelamento mediante immersione in azoto liquido (temperatura di ebollizione pari -198°C) e sublimazione sotto vuoto alla temperatura di -60°C per 24 ore.

Le prove sono state eseguite su provini di argilla disgregata, passante allo staccio $d = 2$ mm, trattata con calce (CaO = 2 e 4 %) e compattata staticamente in stampi cilindrici ($d = 9$ mm, $h = 9.3$ mm) alle caratteristiche ottime delle curve di compattazione Proctor Standard (tabella 1). I provini dopo essere stati compattati sono stati avvolti con più strati di pellicola e sono stati mantenuti per il periodo di maturazione scelto ($t = 0$ giorni, 14 giorni, 1 mese) in un armadio climatizzato con temperatura $T = 20^\circ\text{C}$ e umidità relativa $u_r = 90 \div 95\%$.

4. Analisi dei risultati

I risultati delle prove porosimetriche ad intrusione di mercurio (MIP) sono riportati in termini di volume intruso di mercurio per grammo di provino secco, V_{Hg} , ed in termini di densità della distribuzione dei pori, PSD. Le caratteristiche dei provini in termini di volume totale di mercurio intruso per grammo di provino secco, V_{Hg} , indice di porosità iniziale, e_o , indice di porosità intruso, e_{int} , e indice di porosità non intruso, Δe , sono riportati nella tabella 2.

Nella fig. 1a sono riportati i risultati delle prove eseguite su di un frammento di argilla intatta essiccata all'aria e su di un provino di argilla non trattata compattata staticamente alle condizioni dell'ottimo della prova Proctor Standard (w_{opt} , $\gamma_{d,opt}$). L'argilla intatta è caratterizzata da una distribuzione monomodale del diametro dei pori, ricadenti interamente nel campo dei micropori, con valore modale di 0.26 μm . L'argilla compattata, presenta una distribuzione dei pori tipica dei materiali a doppia porosità, caratterizzata da un picco molto marcato nel campo dei micropori ($d = 0.5 \mu\text{m}$) e da una distribuzione piuttosto uniforme nel campo dei macropori, il cui diametro risulta compreso tra 3 e 100 μm .

Tab 2. Volume totale di mercurio intruso per grammo di provini secco, V_{Hg} , indice di porosità iniziale, e_o , indice di porosità intruso, e_{int} , e indice di porosità non intruso, Δe , dei provini sottoposti a prove MIP.

%CaO	Tempo di maturazione	V_{Hg} (mm^3/g)	e_o	e_{int}	Δe
0 (argilla intatta essiccata)	-	141.2	0.425	0.380	0.045
0 (argilla non trattata compattata)	-	189.2	0.595	0.509	0.086
2	0 giorni	223.6	0.672	0.600	0.072
	14 giorni	229.9	0.700	0.617	0.083
	1 mese	220.2	0.613	0.588	0.025
4	0 giorni	232.3	0.709	0.624	0.085
	14 giorni	225.8	0.729	0.606	0.123
	1 mese	224.6	0.635	0.603	0.032

In particolare, questi ultimi, assumendo come limite tra micropori e macropori il diametro pari a $d=1 \mu\text{m}$, caratterizzano poco meno del 20% della porosità totale intrusa.

Per valutare l'influenza del contenuto di calce sulla microstruttura, nella figura 1b si presentano i risultati delle prove MIP eseguite su provini dell'argilla non trattata e trattata con contenuto di calce del 2% e del 4%. Le prove sono state eseguite disidratando i provini subito dopo la preparazione, ossia al tempo nominale di maturazione pari a zero.

Il volume intruso dei provini trattati cresce per effetto dell'incremento del volume dei macropori mentre sono molto più contenute le variazioni di volume intruso nel campo dei micropori. Comunque, i volumi totali di mercurio intrusi dai due provini presentano piccole differenze, essendo uguali a 223.6 e 232.3 rispettivamente per l'argilla trattata al 2 e al 4 % di calce (cfr. tabella 2).

L'argilla trattata presenta una distribuzione di frequenza dei pori tipica dei materiali a doppia porosità, con caratteristiche microstrutturali molto simili. Il valore modale del diametro nel campo dei macropori è sostanzialmente coincidente, pari a circa $30 \mu\text{m}$, mentre il volume complessivo dei macropori è leggermente maggiore per il provino al 4% (circa $75 \text{ mm}^3/\text{g}$ contro poco più di $50 \text{ mm}^3/\text{g}$ del provino al 2%). Nel campo dei micropori al provino al 2% compete valore modale di $0.25 \mu\text{m}$ mentre a quello al 4% valore modale di $0.1 \mu\text{m}$.

Con riferimento al tempo di maturazione, nelle figure 2a e 2b, si presentano i risultati delle prove porosimetriche eseguite sull'argilla trattata con calce al 2%, al 4% per tempo di maturazione pari a 0 giorni, 14 giorni, 1 mese. A parità di tempo di maturazione, il volume di mercurio intruso cresce all'aumentare della percentuale di calce. Questo risultato, osservato fin dalle prove eseguite subito dopo la compattazione (fig. 1b), è il risultato dei processi di scambio ionico e di flocculazione, indotti dalla miscelazione con la calce, che sostanzialmente agiscono aumentando parzialmente il volume intruso nei pori di diametro maggiore di $d=1 \mu\text{m}$.

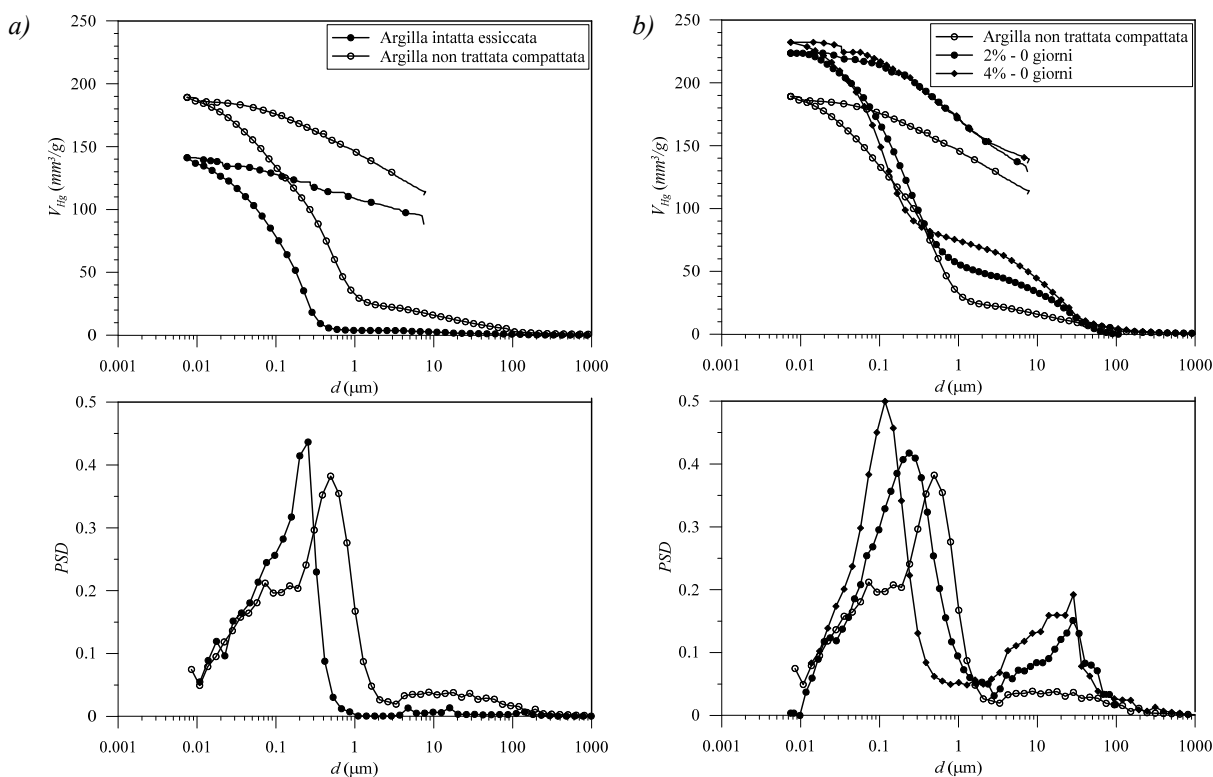


Fig 1. Risultati delle prove MIP, in termini di volume di mercurio intruso per grammo di provino, V_{Hg} , e della distribuzione della frequenza dei pori, PSD, eseguite sull'argilla non trattata intatta essicata e compattata non trattata (a) e sull'argilla non trattata e trattata con il 2% e il 4% a 0 giorni di maturazione (b)

A partire dal diametro pari $d=1 \mu\text{m}$, si osserva un forte incremento della porosità intrusa e, pertanto, tale valore può ancora essere assunto con buona approssimazione come limite tra macro e microporosità. Sulla base di tale criterio, si può affermare che il volume intruso nella micro è sempre predominante sul volume intruso nella macroporosità. La progressiva riduzione del volume intruso con il tempo di maturazione viene associata allo sviluppo delle reazioni pozzolaniche di lungo termine. Tali processi, naturalmente, sono significativi solamente nei provini di argilla trattati con percentuali di calce maggiori del quantitativo di calce consumato per le reazioni di breve termine ($\text{CaO}=2\%$). I diagrammi del volume di mercurio intruso dell'argilla trattata al 4% (fig. 2b) mostrano che la riduzione di porosità è molto evidente nel campo dei pori di diametro compreso tra 0.05 e $0.4 \mu\text{m}$ mentre nel campo compreso tra 0.4 e $20 \mu\text{m}$ si osserva un leggero incremento del volume dei pori. La distribuzione dei pori dell'argilla trattata, indipendentemente dalla percentuale di calce e dal tempo di maturazione, assume una conformazione marcatamente bimodale. Il diametro corrispondente al picco dei micropori, inizialmente molto più marcato di quello dei macropori, è fortemente dipendente dalla percentuale di calce della miscela e del tempo di maturazione: per fissato tempo di maturazione esso si riduce all'aumentare della percentuale di calce e, per fissata percentuale di calce, si riduce all'aumentare del tempo di maturazione. L'analisi delle immagini ottenute al microscopio elettronico SEM, riportate in figura 3, fornisce ulteriori elementi per l'interpretazione delle variazioni microstrutturali indotte dal trattamento con calce. Gli ingrandimenti riportati in figura (2000X) consentono di osservare che, mentre la struttura della miscela al 2% appare abbastanza compatta e stabile nel tempo, la miscela con il 4% di calce subisce notevoli variazioni per effetto sia delle reazioni di breve termine che di quelle di lungo termine. Col passare del tempo la struttura dell'argilla trattata con il 4% di calce si presenta molto più porosa e flocculata. Immersi nella struttura flocculata si osservano elementi di calce che ancora non hanno dato luogo a reazioni pozzolaniche e anche rari "nidi" di elementi di forma allungata che corrispondono alla formazione di cristalli di ettringite (Solanki and Zaman, 2012), come prodotto delle reazioni pozzolaniche in presenza di solfati.

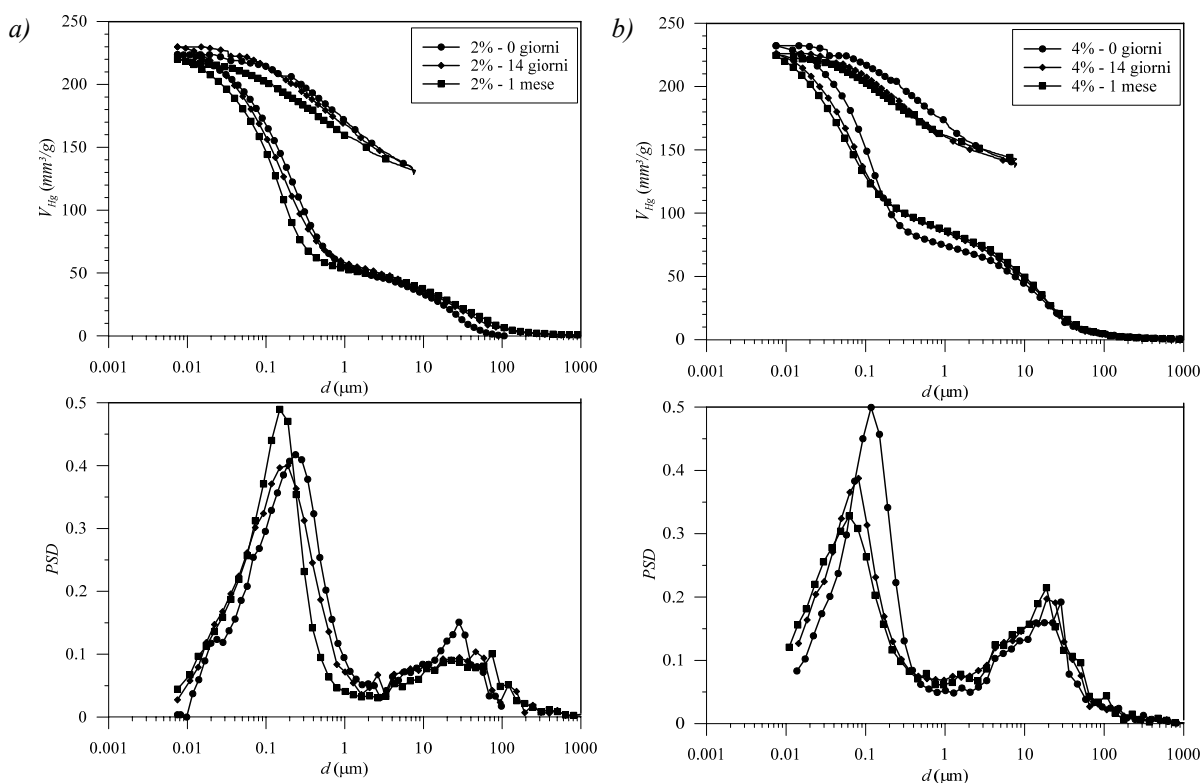


Fig 2. Evoluzione nel tempo del volume di mercurio intruso per grammo di provino, V_{Hg} , e della distribuzione della frequenza dei pori, PSD, dell'argilla trattata con il 2% (a) e con il 4% di calce viva (b).

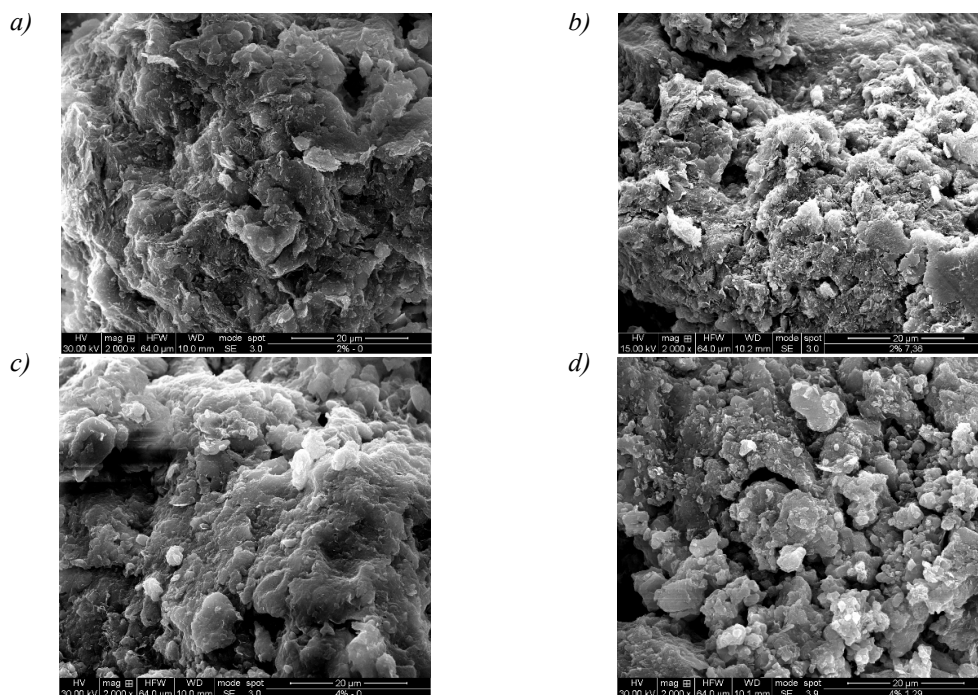


Fig 3. Immagini al microscopio SEM (2000X) dell'argilla trattata con calce al 2% (a, b), al 4% (c, d) rispettivamente al tempo di maturazione pari a 0 giorni e 1 mese.

5. Conclusioni

Esigenze di natura tecnico-economica ed ambientale spingono sempre più l'interesse verso la tecnica del trattamento con calce dei terreni argillosi poiché ne permette il reimpiego in diverse applicazioni dell'Ingegneria Civile. A tal proposito, è opportuno considerare che tali materiali, fin dal momento della loro messa in opera, sono parzialmente saturi e che le reazioni a breve e lungo termine indotte dalla miscelazione con calce danno luogo a modifiche microstrutturali e a variazioni della suzione (Airò Farulla et al., 2013). I risultati presentati nella nota evidenziano che l'argilla trattata assume una distribuzione dei pori tipica dei materiali a doppia porosità e che le variazioni microstrutturali sono dipendenti dalla quantità di calce e dal tempo di maturazione. L'utilizzo di un dosaggio maggiore della quantità di calce consumata per le reazioni di breve termine induce una ridistribuzione della porosità come effetto della riduzione del volume dei micropori ed un incremento del volume dei macropori. Tale processo, essendo legato allo sviluppo delle reazioni pozzolaniche, è dipendente dal tempo e risulta già significativo per tempi di maturazione inferiori a 1 mese. Sulla base di tali considerazioni, gli ulteriori sviluppi della ricerca saranno indirizzati verso lo studio dei prodotti delle reazioni pozzolaniche e degli effetti sulla microstruttura e sulle caratteristiche meccaniche delle variazioni cicliche della suzione.

Bibliografia

- Airò Farulla, C., Celauro, B., Celauro, C. & Rosone, M. (2014) Prova di campo per i lavori di trattamento delle terre argillose con calce per lavori stradali e ferroviari. *Ingegneria ferroviaria* (in stampa).
- Airò Farulla, C., Celauro, C. & Rosone, M. (2013) Caratterizzazione geotecnica di un'argilla di alta plasticità trattata con calce. In *Incontro Annuale dei Ricercatori di Geotecnica 2013*, Perugia, pp. 1-6.
- Eades, J. & Grim, R. (1966) A quick test to determine lime requirements of lime stabilization. *Highway Research Record* **139**:61-72.
- Hilt, G. & Davidson, D. (1960) Lime fixation in clayey soils. *Highway Research Board Bulletin* **262**:20-32.
- Romero, E. & Simms, P. (2008) Microstructure investigation in unsaturated soils: a review with special attention to contribution of mercury intrusion porosimetry and environmental scanning electron microscopy. *Geotechnical and Geological Engineering* **26**:705-727.
- Solanki, P. & Zaman, M. (2012) Microstructural and Mineralogical Characterization of Clay Stabilized Using Calcium-Based Stabilizers. In *Scanning Electron Microscope*. Kazmiruk, V., In-Tech, pp. 771-798.