

Pedro Manuel Beato Brites

Licenciado em Ciências de Engenharia Civil

Avaliação das propriedades físicas e mecânicas de pastas de cal hidráulica na presença de sílica de fumo hidrofóbica

Dissertação para obtenção do Grau de Mestre em Engenharia Civil – Perfil de Construção

Orientador: Luís Gonçalo Correia Baltazar, Professor Auxiliar Convidado, Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa

Júri:

Presidente: Professora Doutora Ildi Cismasiu Arguente: Professor Doutor Fernando Farinha da Silva Pinho Vogal: Professor Doutor Luís Gonçalo Correia Baltazar



"Copyright" Pedro Manuel Beato Brites, FCT/UNL e UNL

A Faculdade de Ciências e Tecnologia e a Universidade Nova de Lisboa têm o direito, perpétuo e sem limites geográficos, de arquivar e publicar esta dissertação através de exemplares impressos reproduzidos em papel ou de forma digital, ou por qualquer outro meio conhecido ou que venha a ser inventado, e de a divulgar através de repositórios científicos e de admitir a sua cópia e distribuição com objectivos educacionais ou de investigação, não comerciais, desde que seja dado crédito ao autor e editor.

Agradecimentos

Reconhecendo este como um dos passos mais importantes que dei na minha formação, tanto a nível profissional como a nível pessoal, deixo aqui um especial agradecimento a todos os que, de uma forma ou de outra, percorreram este caminho a meu lado.

Um agradecimento muito especial ao Professor Doutor Luís Gonçalo Correia Baltazar, meu orientador, por toda a disponibilidade, apoio, incentivo e dedicação demonstrados durante toda esta campanha. Pelas horas em que se demonstrou uma pessoa incansável de modo a que eu conseguisse sempre atingir os meus objectivos.

Agradeço também ao Engenheiro Vítor Silva tanto pelo apoio no laboratório como também pelos seus conselhos sábios que me permitiram trabalhar de forma mais eficiente e criteriosa.

À Faculdade de Ciências e Tecnologia – Universidade Nova de Lisboa, nomeadamente ao Departamento de Engenharia Civil pelas condições que me foram proporcionadas.

A todas as pessoas que directa ou indirectamente, deixaram a sua marca neste meu processo de formação. Aos professores por todo o conhecimento que me deixaram, aos funcionários pela simpatia e disponibilidade, e principalmente aos meus colegas e amigos por sentirem tudo o que eu senti, pela entreajuda e amizade que demonstraram para comigo, pelo apoio nos maus momentos mas acima de tudo por todos os bons momentos que me proporcionaram durante estes anos. A eles um muito obrigado.

Por fim, mas com todo o carinho que merecem, um agradecimento muito especial a toda a minha família, principalmente aos meus pais Maria do Carmo Brites e Manuel Brites e à minha irmã Rita Brites. Proporcionaram-me todas as condições e deram-me a educação e os valores para que me transformasse no homem que sou hoje.

Resumo

A incorporação de subprodutos industriais, como a sílica de fumo, na composição de caldas, argamassa e betões tornou-se prática comum, o que tem permitido produzir materiais mais sustentáveis e com propriedades melhoradas. No entanto, vários estudos apontam algumas desvantagens em relação à utilização da sílica de fumo, destacando-se a perda de trabalhabilidade como a mais prejudicial, consequência da sua elevada superfície específica. A presente dissertação tem como objectivo estudar o efeito de uma nova sílica de fumo hidrofóbica sobre as propriedades físicas e mecânicas de pastas à base de cal hidráulica natural.

Para tal, foram realizadas várias amostras, com diferentes percentagens de substituição dos dois tipos de sílica de fumo (normal e hidrofóbica), sendo submetidas a ensaios reológicos, mecânicos, termogravimétricos, entre outros. Os resultados demonstram uma melhoria nas propriedades reológicas com a sílica de fumo hidrofóbica. Por outro lado, as amostras com sílica de fumo hidrofóbica apresentaram uma redução na resistência mecânica em parte devido à perda da pozolanicidade da sílica. Foi também possível concluir que a presença da sílica de fumo hidrofóbica confere à mistura endurecia propriedades hidrofóbicas, o que se revela uma mais-valia para minimizar os fenómenos de capilaridade.

A presente dissertação irá proporcionar linhas de orientação para a formulação de caldas de injecção e argamassas, dando algumas respostas para contornar uma das grandes desvantagens no uso de sílica de fumo. A inexistência de informação acerca do uso e influência de sílica de fumo hidrofóbica nas propriedades de pastas à base de cal hidráulica justifica a realização de investigação sobre o assunto contribuindo para o aumento de conhecimento da comunidade científica e da indústria sobre a potencialidade deste material.

Termos Chave: Cal Hidráulica Natural, Sílica de fumo, Hidrofobicidade, Superplastificante

Abstract

The incorporation of industrial sub products, such as silica fume, in the composition of gouts, mortars and concretes has become a common practice, which has been enabling to produce materials more sustainable and with enhanced properties. However, several studies have shown that the use of silica fume lead to some disadvantages, such as the loss of workability as being the most harmful, due to its high specific surface. The present work has the goal to study the effect of a new type of hydrophobic silice fume in the physical and mechanical properties of natural hydraulic lime type of pastes.

In order to do it, several samples were made, with different percentages of substitution of two types of silica fume (ordinary and hydrophobic), being submitted to several tests such as rheological, mechanical, thermo gravimetrical, among others. The results show a slight improvement in the rheological properties with the use of hydrophobic silica fume. On the other hand, those same samples show a reduction in the mechanical resistance, part due to the loss of pozzolanic reactivity by the silica fume. It was also possible to conclude that the presence of hydrophobic silica fume gives the solid mixture hydrophobic properties, which is revealed as a added factor to minimize the capillarity phenomenoms.

The present work will establish some guidelines to formulate injection grouts and mortars, giving some answers to avoid one of the biggest disadvantages in the use of silica fume. The inexistence of information regarding the use and influence of hydrophobic silica fume in the properties of natural hydraulic lime type of pastes justifies a several study about this issue, contributing to the enhance of knowledge of the scientific community and the industry about this material's potentiality.

Keywords: Natural Hydraulic Lime, Silica Fume, Hydrophobicity, Superplasticizer

ÍNDICE DE MATÉRIAS

1. I	ntrod	lução	1
1.1.	End	quadramento do tema	1
1.2.	Obj	ectivos e Metodologia	2
1.3.	Est	rutura da dissertação	3
2. E	Estad	o do conhecimento	5
2.1.	Intr	odução	5
2.2.	Poz	zolanas	5
2.3.	Síli	ca de fumo	5
2.4.	Cal	hidráulica natural	8
2.5.	Sup	perplastificante	10
2.6.	Silio	cone	10
3. F	Proce	dimento Experimental	13
3.1.	Ens	saios	13
3.2.	Mat	teriais utilizados	13
3.3.	Pre	paração das amostras	13
3.4.	Ens	saios no estado fresco – parâmetros reológicos	16
3.5.	Ens	saios no estado endurecido	17
3.5	.1.	Massa volúmica aparente	17
3.5	.2.	Condutibilidade Térmica	18
3.5	.3.	Ensaios Mecânicos – Resistência à tracção por flexão	19
3.5	.4.	Ensaios Mecânicos – Resistência à compressão	20
3.5	.5.	Absorção de água por capilaridade	21
3.5	.6.	Porosidade aberta	23
3.5	.7.	Análise Termogravimétrica	24
3.5	.8.	Porosimetria de mercúrio	26
3.5	.9.	Permeabilidade ao vapor de água	27
4. <i>A</i>	Apres	entação e discussão de resultados	29
4.1.	Me	dições reológicas	29
4.2.	Res	sistência à compressão	31
4.3.	Res	sistência à tracção por flexão	32
4.4.	Ma	ssa volúmica aparente	33
4.5.	Aná	álise comparativa (Resistência à compressão – Massa volúmica aparente)	34
4.6.	Cor	ndutibilidade térmica	35
4.7.	Aná	álise Comparativa (Condutibilidade térmica – Massa volúmica aparente)	36
4.8.	Por	osidade aberta	36
4.9.	Aná	álise comparativa (Condutibilidade térmica – Porosidade aberta)	37

4.10.	Permeabilidade ao vapor de água	38
4.11.	Análise comparativa (Permeabilidade ao vapor de água – Porosidade aberta)	39
4.12.	Absorção de água por capilaridade	40
4.13.	Ensaio Termogravimétrico	42
4.14.	Análise comparativa (Termogravimetria – Resistência à compressão)	43
4.15.	Porometria	44
4.16.	Análise comparativa (Porometria de mercúrio – Capilaridade)	45
5. Co	nclusões e trabalhos futuros	47
5.1. C	Conclusões finais	47
5.2. 1	rabalhos futuros	49
6. Bib	liografia	51

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1 – Comparação da dimensão da partícula de SF com partículas de cimento e ci	nzas
volantes	6
Figura 2.2 - Ilustração do efeito de filler imposto pelas partículas de SF	8
Figura 3.1 – Material utilizado para preparar a solução de silicone	14
Figura 3.2 – a) SFN e solução hidrofuga; b) SFH em pasta; c) Moagem dos grãos e penei	ração
	15
Figura 3.3 – a) Moldes com a mistura em pasta; b) Provetes após desmoldagem	16
Figura 3.4 – Curva de escoamento típica de uma suspensão cimentícia	17
Figura 3.5 – a) Craveira Digital; b) Balança digital	18
Figura 3.6 – a) ISOMET 2104; b) Sonda API 210412	19
Figura 3.7 – a) Fase inicial do ensaio; b) Fase final do ensaio (após activação da célula de	Э
carga)	20
Figura 3.8 – a) Fase inicial do ensaio; b) Mecanismo de compressão	21
Figura 3.9 – a) Tabuleiro com tapete; b) Pesagem dos provetes	22
Figura 3.10 - Coeficiente de capilaridade e Valor assimptótico	23
Figura 3.11 – Exsicador utilizado no ensaio de porosidade aberta	24
Figura 3.12 – a) Equipamento de termogravimetria; b) Cadinho de alumina	25
Figura 3.13 – Curva dTG e principais perdas de massa detectadas	26
Figura 3.14 – a) Porosímetro de mercúrio; b) Penetrómetro	27
Figura 3.15 – a) Material utilizado no ensaio de permeabilidade ao vapor de água; b) Câm	nara
climática; c) Pesagem do conjunto	28
Figura 4.1 – Curvas de escoamento das pastas	29
Figura 4.2 – Reologia (Tensão de cedência)	30
Figura 4.3 – Reologia (Viscosidade plástica)	30
Figura 4.4 - Ilustração do efeito de rolamento de esferas imposto pelas partículas de SFH	31
Figura 4.5 – Resistência à compressão	32
Figura 4.6 – Resistência à tracção por flexão	33
Figura 4.7 – Massa volúmica aparente	34
Figura 4.8 – Relação Resistência à compressão – Massa volúmica aparente	35
Figura 4.9 – Condutibilidade Térmica	35
Figura 4.10 - Relação Coeficiente de condutibilidade térmica - Massa volúmica aparente	36
Figura 4.11 – Porosidade Aberta	37
Figura 4.12 – Relação Coeficiente de condutibilidade térmica – Porosidade aberta	38
Figura 4.13 – Permeabilidade ao Vapor de Água	38
Figura 4.14 – Relação Permeabilidade ao vapor de água – Porosidade aberta	39
Figura 4.15 - Coeficiente de capilaridade	40
Figura 4.16 – Valor assimptótico – ensaio absorção de água por capilaridade	41
Figura 4.17 – Sorptividade - ensaio absorção de água por capilaridade	42

Figura 4.18 – Resultados da termogravimetria para os dois tipos de SF	43
Figura 4.19 – Resultados da termogravimetria para as os dois tipos de SF – Foco na	
desidroxilação de hidróxido de cálcio	43
Figura 4.20 – Porometria de Mercúrio (amostras com SFN)	44
Figura 4.21 – Porometria de Mercúrio (amostras com SFH)	45

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1.1 – Comparação entre superfícies específicas	1
Tabela 2.1 – Caracterização química da sílica de fumo	8
Tabela 2.2 – Características do superplastificante	10
Tabela 3.1 – Denominação e composição das diferentes pastas	. 14

1. Introdução

1.1. Enquadramento do tema

Com a constante evolução na área da construção, é necessário que exista uma correspondência por parte da comunidade científica e da indústria no desenvolvimento produtos inovadores. Devido à crescente procura de soluções que permitam ultrapassar os problemas da construção da forma mais eficaz e com a consciencialização relativa às problemáticas do meio ambiente, há que desenvolver e utilizar produtos que sejam inovadores tanto ao nível da sua utilização como ao nível da reutilização de outros produtos no seu fabrico.

Um dos produtos muito utilizado nos dias de hoje na construção, em particular na indústria do betão, é a sílica de fumo, definido pelo American Concrete Institute (ACI) como um subproduto proveniente da indústria metalúrgica. Começou a ser utilizada nos países escandinavos, mais propriamente na Noruega e Dinamarca, em 1976. É uma pozolana que se aplica no betão e em argamassas, substituindo em parte o ligante pois devido às suas propriedades físicas e químicas, melhora as características finais destas misturas, como por exemplo o aumento da resistência mecânica e também a sua durabilidade.

A sílica de fumo é um material com uma grande quantidade de partículas muito finas (apresentando uma superfície específica de cerca de 20.000 m²/Kg), e é recolhido através da filtragem dos gases provenientes dos fornos eléctricos desta indústria. Através da **Tabela 1.1** pode ser feita a comparação da finura das partículas de sílica de fumo com outros materiais.

Material	Superfície específica (m²/Kg)
Sílica de fumo	≈20.000
Cinzas volantes	400 a 700
Cimento Portland normal	300 a 400
Cal hidráulica natural	400 a 600

Tabela 1.1 - Comparação entre superfícies específicas (adaptado de Carette, G. G., et al (1982))

Nesta dissertação estudou-se a influência da sílica de fumo nas propriedades de pastas à base de cal hidráulica natural. Devido à finura e forma esférica apresentada pelas partículas de sílica de fumo, ao serem misturadas com as partículas de cal (de formato lamelar), funcionam como partículas de enchimento, acabando por diminuir as forças de fricção internas da mistura através do efeito de rolamento de esferas. No entanto, e como principal problema deste material destaca-se a perda de trabalhabilidade, pois devido à sua elevada superfície específica, a utilização da sílica de fumo requer a utilização de muita

água na constituição das misturas. Como é sabido, tal decisão acarreta consequências nefastas para as propriedades frescas e endurecidas dos materiais.

É neste contexto que surge a presente campanha que tem como objectivo verificar o efeito da utilização de sílica de fumo, previamente hidrofugada, como substituto parcial em pastas de cal hidráulica. Devido à sua hidrofugação, é expectável que se verifique uma redução substancial da água necessária para a mistura, pois as partículas de sílica de fumo com uma envolvente repelente, não irão envolver-se com as partículas de água, ficando esta livre na mistura.

Apesar de que numa primeira abordagem, a hidrofugação da sílica de fumo pareça resolver os problemas relativos à excessiva necessidade de água na mistura, a sua utilização em grande percentagem também pode criar alguns problemas, tal como a redução da resistência mecânica.

1.2. Objectivos e Metodologia

Tendo em conta o problema mencionado na secção anterior, o objectivo desta dissertação é avaliar e viabilizar a utilização de uma nova sílica de fumo com propriedades hidrofóbicas em pastas de cal hidráulica, de modo a proporcionar o uso de sílica de fumo sem o necessário aumento de água de amassadura ou o recurso a adjuvantes, tais como superplastificantes, para restabelecer a trabalhabilidade desejada. Para isso foram preparadas várias pastas de cal, com diferentes dosagens de sílica de fumo, de dois tipos: sílica de fumo normal (SFN), não densificada, e sílica de fumo hidrofugada (SFH) i.e. sílica de fumo sujeita a um tratamento prévio com recurso a uma solução de silicone. Tentou-se compreender quais as propriedades das pastas e de que modo eram influenciadas pelo tipo e dosagem de sílica de fumo. Tendo em conta a complexidade das argamassas foram estudadas apenas pastas de cal hidráulica com sílica de fumo e na presença de um superplastificante, procurando-se dar resposta às seguintes questões: (i) qual a influência da SFH na trabalhabilidade das pastas, nomeadamente nas suas propriedades reológicas; (ii) qual a variação das propriedades físicas e mecânicas das pastas no estado endurecido com diferentes dosagens de SFN e de SFH; (iii) perceber se a hidrofugação da sílica de fumo compromete a sua pozolanicidade e consequentemente a resistência mecânica das pastas;

O contributo deste trabalho irá proporcionar linhas de orientação para a formulação de *grouts*, argamassas e betões, dando algumas respostas para contornar uma das grandes desvantagens no uso da sílica de fumo em misturas cimentícias. Existe muita informação na literatura envolvendo a SFN, no entanto a inexistência de informação acerca do uso e influência de SFH nas propriedades de pastas à base de cal hidráulica justifica a realização de investigação sobre o assunto contribuindo para o aumento de conhecimento da comunidade científica e da indústria sobre a potencialidade deste material.

1.3. Estrutura da dissertação

O presente trabalho teve uma forte componente experimental e baseou-se no estudo e compreensão dos efeitos de SFH nas propriedades de caldas à base de cal hidráulica natural tendo como referência a SFN. Diversas campanhas experimentais foram realizadas no âmbito deste trabalho, numa primeira fase foi feita uma revisão bibliográfica relativa à sílica de fumo e sua utilização na construção, nomeadamente em betões, argamassas e *grouts*. Posteriormente foi definido um conjunto de ensaios aos provetes para se efectuar uma recolha de dados, sendo estes tratados e analisados.

A dissertação encontra-se organizada em cinco capítulos:

No primeiro capítulo é feito um enquadramento do tema em estudo e também uma apresentação da motivação para a realização do trabalho, objectivos principais e estrutura do trabalho.

No segundo capítulo é apresentada uma abordagem teórica da temática em estudo, temas relacionados e noções gerais sobre os materiais utilizados, tendo por base a literatura existente.

O terceiro capítulo contempla todas as campanhas experimentais desenvolvidas neste trabalho, com a descrição de todos os ensaios e procedimentos realizados, incluindo a descrição dos equipamentos envolvidos.

No quarto capítulo é apresentado todo o conjunto de resultados e desenvolvida a discussão baseada nos mesmos, sendo esta mais incidente na análise da influência da SFH nas propriedades das pastas à base de cal hidráulica natural.

No quinto e último capítulo apresentam-se as conclusões retiradas deste trabalho, e ainda algumas sugestões para trabalhos futuros no contexto da temática do presente trabalho.

2. Estado do conhecimento

2.1. Introdução

Nos últimos anos tem-se vindo a verificar um crescimento exponencial na quantidade e diversidade de produtos, para aplicação na construção. Devido aos critérios com uma exigência maior de ano para ano, como a térmica e acústica, a indústria tem de acompanhar esta evolução, apostando em soluções inovadoras, e também em parte contribuindo para a protecção do meio ambiente.

Até aos primórdios do séc. XIX as argamassas com propriedades hidráulicas eram feitas recorrendo-se a ligantes formados por pozolanas e cal aérea, sendo que com a utilização de cais aéreas e cimento Portland, estas caíram em desuso (Faria, P. (2004)).

2.2. Pozolanas

As pozolanas foram inicialmente introduzidas na construção pelos romanos devido à resistência acrescida que conferiam à cal. As primeiras explorações situavam-se nas imediações do Vesúvio. Definem-se como materiais siliciosos ou silico-aluminosos, sem um valor cimentício directo, mas que na presença de água, reagem quimicamente com o hidróxido de cálcio presente na cal (a temperaturas ordinárias) formando compostos com propriedades hidráulicas (Said-Mansour, et al (2011)).

As pozolanas dividem-se em dois grupos, as naturais e as artificiais. As pozolanas naturais são provenientes de rochas vulcânicas, de natureza vítrea, por norma resultantes das cinzas volantes ou pedra-pomes. São ricas em sílica e usualmente obtidas através de processos como britagem, moagem e peneiração. As pozolanas artificiais, por sua vez, resultam de sub-produtos industriais ou de argilas e xistos naturais sujeitos a moagens ou temperaturas entre 500 e 900 °C (Coutinho, J. (2006)), (Faria, P. (2004)).

A reactividade da sílica de um material, por norma grau de pozolanicidade, está dependente da proporção dos silicatos em forma vítrea e também da dimensão das partículas, dado que a esta é inversamente proporcional à superfícia específica. A utilização das pozolanas tem como vantagem a hidratação lenta e o aumento da resistência mecânica do ligante.

2.3. Sílica de fumo

A necessidade da diminuição de gastos, com matéria-prima e energia e também a crescente consciencialização para a reutilização e reciclagem de material, levou a utilizar produtos de uma forma inovadora.

É desta forma que começaram a ser incorporados nas argamassas e betões alguns subprodutos provenientes de outras indústrias, que permitem não só a poupança do ligante (materiais que apresentam por norma um preço mais elevado e maior dispêndio de energia na sua produção) como também melhoram as propriedades dessas misturas. A título de exemplo, e como subprodutos industriais (pozolanas artificiais) utilizados em maior escala, existem as cinzas volantes (provenientes da filtragem das poeiras contidas no fumo que resulta da queima de combustível nas centrais termoeléctricas), as escórias (provenientes da fundição e purificação dos minérios no seu estado impuro) e a sílica de fumo.

Estas pozolanas artificiais por si só não contêm propriedades aglomerantes ou hidráulicas, no entanto apresentam na sua constituição elevadas concentrações de sílica e alumina que quando em contacto com a água, com o hidróxido de cálcio e com os diferentes componentes do ligante vão reagir e formar compostos com propriedades aglomerantes. São, desta forma, substâncias com grande reactividade com o hidróxido de cálcio do ligante, mas insolúveis e inertes na água.

Na **Figura 2.1** pode-se também observar a diferença de dimensão entre partículas de cimento e cinzas volantes e partículas de sílica de fumo.



Figura 2.1 – Comparação da dimensão da partícula de SF com partículas de cimento e cinzas volantes (http://www.fhwa.dot.gov/publications/research/infrastructure/pavements/pccp/04150/chapt11.cfm)

A sílica de fumo é um produto resultante da produção do metal silício ou ligas de silício em fornos de arco. As matérias-primas que são introduzidas nos fornos para o fabrico do silício são constituídas por quartzo, carvão e madeira. Das diversas reacções que têm lugar dentro do forno, uma delas implica a formação de um gás, o monóxido de silício (SiO), este oxida-se e forma o SiO₂, que condensa em pequenas esferas de sílica amorfa. Estas pequenas esferas são arrastadas nos gases de escape e recolhidas nos filtros da chaminé, antes da sua saída para a atmosfera, obtendo-se assim a sílica de fumo (Coutinho, S. (1997)). Como foi mencionado na secção anterior, a sílica de fumo apresenta-se como uma das pozolanas artificias mais usadas no fabrico de materiais de base cimentícia, podendo ser utilizada como aditivo que substitui parte do ligante em argamassas, betões e *grouts*. Dada a enorme evolução na utilização desta pozolana

pela indústria da construção, tal facto levou a que o preço aumentasse significativamente nos últimos anos, devido ao reconhecimento da sua importância, sendo antes tratado como um subproduto sem aplicação definida. O seu preço aumentou consideravelmente, variando entre metade e o dobro do valor do cimento Portland normal, sendo que no caso de continuar a aumentar poderá limitar a sua utilização apenas para situações especiais (Carette, G. G., et al (1982)).

Um dos factores prejudiciais na utilização da sílica de fumo em misturas é a elevada absorção de água, devido à sua elevada superfície específica. Apesar da sílica de fumo melhorar as propriedades de um betão ou *grout*, como por exemplo o aumento da sua resistência mecânica, devido ao facto de apresentar uma excessiva absorção de água na mistura, esta acaba por ter a sua trabalhabilidade reduzida (Baltazar et al. (2013)).

Estudos relativamente ao uso de sílica de fumo hidrofugada foram apenas realizados em *grouts* de injecção (Baltazar et al (2014)), podendo alguns dos resultados ser comparados a esta campanha experimental.

Como a avaliação do estudo das propriedades físicas e mecânicas em pastas de cal hidráulica na presença de SFH é um campo muito abrangente, poderá ser utilizado em casos concretos como na utilização em betões, em *grouts* de injecção ou até mesmo na utilização em argamassas de reboco para construções novas e intervenções de consolidação e/ou reabilitação.

No âmbito das injecções de *grouts*, como foi previamente mencionado (Baltazar et. al, (2014)), é importante a continuação do estudo das mesmas com a utilização de misturas contendo SFH. Como é observado pelos autores, o principal problema nas injecções de *grouts* utilizando SFN é o consumo excessivo de água, provocando a perda da trabalhabilidade (dificuldade em efectuar uma boa injecção preenchendo todos os espaços – o *grout* fica muito viscoso) principalmente em injecções a baixa pressão. Utilizando SFH, pode observar-se uma melhor trabalhabilidade, pois a sílica de fumo actua como um filler, que repele a água, diminuindo a absorção desta e consequentemente preservando a água livre do *grout* (**Figura 2.2**).



Figura 2.2 - Ilustração do efeito de filler imposto pelas partículas de SF (adaptado de Hermann, A. et al (2016))

Nas argamassas, é interessante verificar o seu comportamento tanto a nível de permeabilidade como ao nível da condutibilidade térmica. Tanto em argamassas de construção nova, como de reabilitação, podem surgir novos produtos, de fácil aplicação e com melhores propriedades, garantindo também a compatibilidade com a base em que vão ser aplicadas.

A sílica de fumo utilizada é do tipo não densificada, apresenta uma superfície específica de 20000 m²/kg e a dimensão das partículas está compreendida entre 2 e 30µm, sendo que 80% das partículas tem dimensão abaixo de 10 µm. As propriedades químicas da sílica de fumo são apresentadas na **Tabela 2.1.**

Formula	Silica fumo (%)	
Fornula	Silica Iurio (78)	
Al ₂ O ₃	0.15	
CaO	0.20	
Fe ₂ O ₃	0.03	
Na ₂ O	0.05	
MgO	0.30	
SiO ₂	97.00	
SiC	0.50	
K ₂ O	0.80	

Tabela 2.1 - Caracterização química da sílica de fumo

2.4. Cal hidráulica natural

Neste trabalho utilizou-se cal hidráulica natural (NHL5) para produzir as amostras. Esta cal respeita a Norma Europeia EN459.

A cal é o ligante que por excelência é usado há mais tempo na construção. Nas últimas décadas foi substituída em grande escala pelo cimento, por este apresentar outras características, como por exemplo maior resistência mecânica e ter a conotação de ser o ligante mais durável e resistente ao envelhecimento natural. Neste sentido, ao longo de muitos anos o cimento foi o ligante utilizado em inúmeras intervenções de conservação e consolidação de edifícios antigos. Contudo, mais recentemente foi possível verificar diversas patologias consequência de uma incompatibilidade entre argamassas cimentícias e os materiais originais. Para evitar estas incompatibilidades, sob pena de causarem anomalias mais nefastas do que as existentes aquando das intervenções de conservação, os projectistas tiveram de repensar o ligante a utilizar, elegendo a cal por ser o ligante contemporâneo com maior compatibilidade química, física e mecânica com os materiais utilizados na época (Ballantyne, A. (1996)).

Definição de cal: Cal, material abrangendo quaisquer formas físicas e químicas sob as quais pode aparecer o óxido de cálcio (CaO) e/ou o óxido de magnésio (MgO) e/ou os hidróxidos (Ca (OH)₂ e Mg (OH)₂) (Norma Europeia EN 459-1, 2010)

A cal hidráulica natural é obtida de rochas cuja constituição tem uma mistura de argila e calcário (marga). Sujeitando a marga a temperaturas entre os 900-1200°C, produz-se um ligante com porosidade equilibrada, tendo uma hidratação inicial seguida de carbonatação lenta. Estes são os pré-requisitos necessários para termos uma argamassa de reabilitação compatível.

Dadas algumas das suas propriedades a cal aérea também podia ter sido incorporada neste estudo. Este material apresenta-se como um ligante constituído maioritariamente por óxidos de cálcio (CaO) ou hidróxidos de cálcio (Ca(OH)₂), que através de reacções com o ar endurece lentamente. Este endurecimento é feito em duas fases, uma primeira (presa inicial) onde evapora a humidade em excesso e uma segunda (fase da recarbonatação) onde se dá a reacção química com o ar, onde o hidróxido se converte em carbonato de cálcio na presença de dióxido de carbono. Todo este processo de reacções químicas desenvolve-se de uma forma muito lenta sendo que pode levar anos até estar completamente finalizado (dependendo da temperatura, humidade da pasta e porosidade do suporte). A cal aérea também é muito frágil ao nível da fissuração devido à retracção. (Norma Europeia EN-459-1, 2010)

Deste modo e devido à sua composição ser um misto de ligante hidráulico com ligante aéreo, a cal hidráulica apresenta uma boa relação ductilidade-resistência, sendo que se apresenta como uma excelente solução para a maior parte das aplicações na construção nos dias correntes como por exemplo enchimentos e acabamentos, tanto em novas edificações como em reabilitação, pois tem como vantagens face à cal aérea, uma maior plasticidade e untuosidade, redução da fissuração e também permite ganhar presa num ambiente privado de CO₂, devido à sua componente hidráulica.

A cal utilizada neste trabalho apresenta uma cor bege, massa volúmica aparente de 2,7 g/cm³ e um tempo de presa entre 1 e 15h (inicial e final, respectivamente). Apresenta também uma resistência mecânica à compressão superior a 2,0 MPa aos 7 dias e aos 28 dias um valor entre os 5,0 e os 15,0 MPa.

2.5. Superplastificante

Na preparação das pastas recorreu-se ainda ao uso de um adjuvante. Este tipo de produto é utilizado em quantidades muito reduzidas em comparação com os outros materiais, adicionado durante ou após a mistura e tem como função alterar as propriedades do sistema água-ligante (Banfill, P.F.G, (2006)). Visto a presença da sílica de fumo na mistura provocar uma excessiva absorção de água e consequentemente uma perda de trabalhabilidade, o adjuvante utilizado foi um superplastificante (cujas características estão apresentadas na **Tabela 2.2**) que tinha como função aumentar a fluidez/plasticidade da mistura, evitando assim a necessidade de aumentar a quantidade de água. Os superplastificantes têm um efeito dispersor e desfloculante devido à absorção das moléculas do polímero (superplastificante) pelas partículas sólidas na mistura que as torna electricamente carregadas e assim repelentes entre si. Deste modo, aquando da execução da mistura, é visível um aumento da fluidez da mistura imediatamente após a colocação do superplastificante, consequência da redução do atrito existente entre as partículas sólidas e entre estas e a água.

Função	Reduzir a dosagem de água; promover fluidez
Nome do polímero	Policarboxilato
Massa volúmica aparente	1.05
(g/cm ³)	
рН	8
Carga	Aniónica
Teor de iões cloreto (%)	<0,10

Tabela 2.2 – Caracteristicas do superplastificante (fornecidas pelo fabricante)

2.6. Silicone

O silicone é um produto amplamente utilizado nos dias correntes, maioritariamente na resolução de problemas ao nível de infiltrações de água, pois actua como vedante e repelente à água. Devido à constituição dos silicones, uma parte orgânica (que é neutra) e uma parte mineral (que é polar), quando aplicados sobre um material a parte não polar (neutra) fica orientada para o exterior o que confere à nova superfície características de repelência à água. Neste estudo, o silicone vai dotar a sílica de fumo com uma capacidade que se espera ser benéfica, isto é, o facto de repelir a água, pode diminuir em parte a elevada necessidade de água que requerem as pastas com sílica de fumo. Prevêem-se também benefícios

ao nível do comportamento das pastas no estado endurecido sujeitas aos vários ensaios relacionados com a presença de partículas de água na sua microestrutura porosa. Essa repelência apresenta também um papel importante no combate a uma das principais anomalias em edifícios, as eflorescências e/ou criptoflorescências, isto é, o degradar dos revestimentos de edifícios devido à infiltração de águas com sais envolvidos, que após a sua penetração e acção sobre a microestrutura dos materiais, começa a denotar-se a sua desintegração.

De modo a conferir propriedade hidrofóbica à sílica de fumo, foi preparada uma solução à base de silicone, posteriormente misturada com a sílica de fumo. Esta sílica de fumo impregnada com a solução de silicone, quando introduzida na amassadura das pastas, permite que estas no estado endurecido, evidenciem hidrofobicidade no seu todo, não tendo o comportamento de repelência meramente superficial como no caso de uma aplicação por pincelagem.

O silicone utilizado neste trabalho apresenta um aspecto líquido pastoso, de cor branca. Tem um rendimento de 1.3 kg/m² e uma massa volúmica aparente de 1.3 g/ml e é resistente a temperaturas extremas entre os -20°C e os 80°C. Foi certificado como produto para impermeabilização de acordo com a ETAG 005 (2004).

3. Procedimento Experimental

3.1. Ensaios

Numa primeira instância, e tendo em conta quais eram as propriedades que se pretendiam estudar, foi elaborado um conjunto de ensaios a realizar, tendo sido organizados de acordo com o grau de intrusão/destruição no provete. Assim, seguiu-se a seguinte lista de ensaios durante a campanha experimental:

- Reologia
- Massa volúmica aparente
- Condutibilidade térmica
- Resistência à tracção por flexão
- Resistência à compressão
- Absorção de água por capilaridade
- Porosidade aberta
- Análise termogravimétrica
- Porosimetria de mercúrio
- Permeabilidade ao vapor de água

3.2. Materiais utilizados

Também, de acordo com o referido previamente e de forma mais resumida, apresenta-se a lista de materiais utilizados na campanha experimental:

- Água
- Cal Hidráulica Natural (NHL5)
- Sílica de fumo
- Silicone líquido de base aquosa
- Superplastificante

3.3. Preparação das amostras

Tal como foi explicado na introdução, a preparação das amostras foi dividida por percentagem de substituição, tanto a nível de SFN como a nível de SFH, conforme pode ser observado na **Tabela 3.1**.

Amostra	Cal NHL5 (%)	SF Normal (%)	SF Hidrofóbica (%)	Superplastificante (%)	a/l (-)
I	100	-	-		
II	90	10	-		
II	80	20	-	0,8	
IV	70	30	-		
V	60	40	-		0.5
VI	90	-	10		0,5
VII	80	-	20		
VIII	70	-	30		
IX	60	-	40		
X1	100	-	-		

Tabela 3.1 – Caracterização química da sílica de fumo

Para tal, numa primeira instância, foi preparada a solução para hidrofugar a sílica de fumo. Foram misturados 1120g de silicone com 7840g de água, num traço 1:7. É importante salientar que foi necessário assegurar uma constante homogeneização da solução pois o silicone, embora sendo de base aquosa, após entrar em contacto com a água e, se deixado em repouso alguns minutos, tem tendência depositar-se no fundo do recipiente, acabando por ocorrer uma separação da fase líquida (água) e da sólida (silicone). Neste processo foi utilizado um berbequim com uma haste misturadora, uma espátula e uma colher de pedreiro como está ilustrado na **Figura 3.1**.



Figura 3.1 – Material utilizado para preparar a solução de silicone

De seguida procedeu-se à hidrofugação da sílica de fumo. Colocou-se a solução de silicone na misturadora e de seguida a SFN (**Figura 3.2 a**)), deixando misturar durante 5 minutos. Após o fim da mistura, esta foi colocada em tabuleiros como ilustra a **Figura 3.2 b**), tendo sido espalhada por toda a área deste, de modo a secar convenientemente. Os tabuleiros foram colocados na estufa a uma temperatura constante de 60°C para que o solvente da solução evaporasse e permaneceram na estuda até se atingir massa constante.

¹ Na amostra X foi utilizada água com silicone.

Quando a mistura se apresentava seca, os torrões foram triturados e o material foi sendo progressivamente peneirado para se atingir a granulometria pretendida, como está representado na **Figura 3.2 c)**.





Figura 3.2 – a) SFN e solução hidrofuga; b) SFH em pasta; c) Moagem dos grãos e peneiração

Após a preparação da SFH, iniciou-se a preparação dos provetes. Respeitando as dosagens e a preparação definida, foram feitos 2 provetes cilíndricos (1 cm de altura e 9,5 cm de diâmetro), e 3 provetes paralelepipédicos (4x4x16 cm³) para cada amostra. Após a amassadura das pastas, estas foram colocadas nos respectivos moldes como está ilustrado na **Figura 3.3 a**). Os moldes foram pincelados com um óleo descofrante para facilitar o desmolde das amostras, que foi efectuado sete dias após a sua preparação. Os provetes permaneceram numa sala com ambiente condicionado, a 20°C de temperatura e 60% de humidade relativa, até cumprirem os 28 dias, altura em que se realizaram os ensaios (**Figura 3.3 b**)).



Figura 3.3 - a) Moldes com a mistura em pasta; b) Provetes após desmoldagem

É de referir que antes de qualquer ensaio, os provetes foram colocados dentro da estufa a 60°C, com três dias antecedência, para garantir que estavam secos.

3.4. Ensaios no estado fresco – parâmetros reológicos

O comportamento reológico de misturas cimentícias, pode ser avaliado através da caracterização de dois parâmetros: a viscosidade plástica e a tensão de cedência. A viscosidade plástica traduz as propriedades de escoamento do material, ou seja, o atrito interno que impõe resistência ao escoamento. Enquanto a tensão de cedência pode ser interpretada fisicamente como a tensão que é necessário ultrapassar para que se inicie o escoamento.

Para a determinação dos dois parâmetros reológicos referidos, utilizou-se um reómetro rotacional Bohlin Gemini HR ^{NANO} (Malvern Instruments), equipado com uma unidade de controlo de temperatura para funcionar a 20°C e uma geometria de pratos paralelos (Ø = 40 mm), com um afastamento entre pratos (gap) de 2 mm. As medições reológicas tiveram lugar 6 minutos após o início da hidratação da cal hidráulica.

A amostra foi primeiramente sujeita a uma pré-carga durante 30 segundos com uma taxa de corte ($\dot{\gamma}$) de 1 s⁻¹. Após os 30 segundos com $\dot{\gamma}$ = 1 s⁻¹ a amostra repousa 60 segundos. De seguida é aplicado um programa de taxa de corte constituído por uma rampa entre os 0 e os 100 s⁻¹ durante 5 minutos, mantendose de seguida 60 segundos à taxa de corte máxima (100 s⁻¹). O programa constituído pelas duas rampas vai dar origem a uma curva de escoamento conforme representa a **Figura 3.4**.



Figura 3.4 - Curva de escoamento típica de uma suspensão cimentícia

De acordo com Baltazar et al (2013) o modelo de Bingham modificado Erro! A origem da referência não foi encontrada. é um dos que melhor descreve este tipo de material.

$$\tau = \tau_0 + \eta_0 * \dot{\gamma} + c * \dot{\gamma}^2$$
 (Equação 3.1)

Onde:

 τ_0 -- tensão de cedência (Pa)

 η_{0} -viscosidade plástica (Pa.s)

 $\dot{\gamma}$ - taxa de corte (s⁻¹)

c - constante sem significado físico.

Através do ajustamento do modelo de Bingham modificado às curvas de fluxo foi possível determinar a viscosidade plástica que é representada pelo declive da curva de fluxo. No que diz respeito à tensão de cedência é caracterizada pelo ponto de intersecção do modelo com o eixo correspondente à tensão de corte.

3.5. Ensaios no estado endurecido

3.5.1. Massa volúmica aparente

Visto tratar-se de um ensaio não destrutivo, o primeiro ensaio realizado foi a determinação da massa volúmica aparente das amostras. Para tal utilizou-se uma craveira digital (**Figura 3.5 a**)), com uma precisão de 0,01 mm, para medir as duas larguras e o comprimento dos provetes. Foram feitas medições em 2 pontos e o valor utilizado para o cálculo do volume é obtido através da média das medições. Utilizou-se também uma balança digital (**Figura 3.5 b**)), com uma precisão de 0,001 g, para determinar a massa dos provetes.



Figura 3.5 – a) Craveira Digital; b) Balança digital

Após todas as medições, a massa volúmica aparente foi determinada através da seguinte equação:

$$M_{v} = \frac{m}{L*b* a_{média}} [kg/m^{3}]$$
 (Equação 3.2)

onde:

Mv – massa volúmica aparente [kg/m3];

L – comprimento do provete [m];

b – altura do provete [m];

amédia – média das larguras do provete [m].

3.5.2. Condutibilidade Térmica

A condutibilidade térmica (λ), pode ser definida como a quantidade de calor que atravessa a unidade de espessura de material, por unidade de área, por unidade de diferença de temperatura, (W/m.ºC) (Henriques, F., (2007)). λ é uma propriedade que traduz a maior ou menor facilidade com que o material transmite calor por condução e que por sua vez é função da porosidade do material.

O ensaio para aferir a condutibilidade térmica realizou-se com recurso a um aparelho próprio: ISOMET 2104 (Heat Transfer Analyser) (**Figura 3.6 a**)) equipado com uma sonda de superfície API 210412 (**Figura 3.6 b**)), com um intervalo de análise de 0,03-2 (W/m.ºC). Foi utilizada como base uma placa de poliestireno expandido (EPS), para evitar a transferência de calor através da face inferior do provete. É importante referir que o ensaio foi sempre realizado numa das 3 faces lisas do provete, para garantir um melhor

contacto entre essa face e a sonda, de modo a minimizar os erros de leitura. Foram efectuadas medições em pelo menos 3 provetes de cada mistura e o valor da condutibilidade térmica corresponde à média dos valores obtidos. É também importante referir que este ensaio é muito sensível as variações das condições ambiente, nomeadamente ligeiras correntes de ar podem mesmo deturpar os resultados. Assim é necessário que o ensaio seja feito num local fechado.



Figura 3.6 – a) ISOMET 2104; b) Sonda API 210412

3.5.3. Ensaios Mecânicos – Resistência à tracção por flexão

Após finalizar os ensaios não destrutivos, deu-se início aos ensaios mecânicos. O ensaio da resistência à tracção por flexão é realizado seguindo o procedimento baseado na norma EN 1015-11/A1:2006, com recurso a uma máquina universal denominada por Zwick/Rowell. Para este ensaio foi montada uma célula de carga de 2 KN com velocidade de aplicação de carga de 0,2mm/min.

O ensaio inicia-se com a colocação do provete sobre dois apoios distanciados de 100mm. É de referir que apenas as faces lisas devem contactar com os apoios e com o punção, para minimizar o erro provocado pela rugosidade na superfície do provete que não contactou com o molde. Estando o provete centrado entre a célula de carga e os apoios, procede-se à aplicação da carga (altura em que a extremidade do punção entra em contacto com o provete (aplicando uma força a meio vão do provete) como se pode observar na **Figura 3.7 a**). Considera-se que se atingiu o fim do ensaio quando a provete atingir a rotura (**Figura 3.7 b**)).



Figura 3.7 – a) Fase inicial do ensaio; b) Fase final do ensaio (após activação da célula de carga)

Os resultados são obtidos em tempo real, a partir de um gráfico fornecido pelo software do equipamento, que demonstra a força máxima (F_f) aplicada no instante anterior à rotura do provete. Após a força máxima ser registada, determina-se a resistência à tracção por flexão recorrendo à seguinte equação:

$$R_t = \frac{1.5 * F_t * l}{b^3} [MPa]$$
 (Equação 3.3)

onde:

Rt - resistência à tracção [MPa]

Ft – carga de rotura à tracção por flexão [kN]

I - distância entre apoios, em mm (100 mm)

b - lado da secção quadrada do provete, em mm (40 mm)

Após este ensaio, e visto as duas partes sobrantes do provete não serem exactamente da mesma medida, a mais pequena é utilizada para o ensaio mecânico de resistência à compressão e a maior será posteriormente utilizada no ensaio da absorção de água por capilaridade.

3.5.4. Ensaios Mecânicos – Resistência à compressão

Este ensaio segue também o procedimento baseado na norma EN 1015-11/A1:2006 [CEM,2006], utilizando a mesma máquina e software descritos na secção 3.3.3. Neste caso a célula de carga é alterada para uma com capacidade de 50 KN, utilizando duas peças que completam um mecanismo de compressão (**Figura 3.8 a**)) e que garante uma área de contacto entre a célula de carga e o provete de 40 x 40 mm².

Dentro deste mecanismo é colocado o pedaço do provete para tal destinado, como se pode observar na **Figura 3.8 b)**, com o cuidado deste ficar bem centrado.



Figura 3.8 - a) Fase inicial do ensaio; b) Mecanismo de compressão

Após o ensaio estar preparado, a célula de carga é activada (neste caso a uma velocidade de 0,7 mm/min), e como no ensaio anterior, retiram-se os valores em tempo real a partir do gráfico do software. De igual modo, interessa o valor imediatamente antes da ruptura do provete, sendo este representativo da força máxima de compressão aplicada no mesmo [N]. Assim, pode determinar-se o valor da resistência à compressão de cada provete através do registo do valor da força [KN], dividindo pela área de aplicação da carga (40x40 mm),

Após este ensaio, utilizam-se os pedaços partidos desta metade do provete para efectuar o ensaio de termogravimetria e de porosidade aberta.

3.5.5. Absorção de água por capilaridade

O ensaio de absorção de água por capilaridade tem como objectivo avaliar o comportamento das misturas na presença de sílica de fumo quando em contacto com a água no estado líquido.

Este ensaio foi realizado em meios provetes provenientes do ensaio de tracção e com base na norma EN 15801:2009. Na preparação deste ensaio os provetes foram colocados previamente em estufa a 60°C durante um período de tempo suficiente até se registar massa constante, ou seja, correspondente a uma variação de 0,1% de massa do provete num intervalo de 24h. Aquando do início do ensaio, foram retirados da estufa e deixados arrefecer até à temperatura ambiente. De seguida os provetes foram pesados (massa inicial de referencia m₀) e ordeiramente colocados dentro de um tabuleiro, por cima de um tapete de borracha, com base quadrada voltada para baixo e em contacto com uma lâmina de água de 2 mm, como se pode observar na **Figura 3.9 a**). O ensaio decorreu dentro de uma caixa estanque com água no fundo

de modo a criar condições de um ambiente saturado em humidade por forma a evitar a secagem dos provetes e consequente deturpação dos dados. Os provetes foram pesados numa balança digital (**Figura 3.9 b**)) com precisão de 0,001 g, aos 0 (antes de serem colocados no tabuleiro), 5, 10, 15, 30 minutos e depois ao fim de 1, 2, 3, 4, 5 horas no primeiro dia. A partir daí foram pesados de 24 em 24 horas até a curva de saturação estabilizar. Visto nas últimas pesagens (nos provetes que demoraram mais tempo a atingir o estado de saturação) os valores não variarem muito, optou-se por efectuar as pesagens de 48 em 48 horas. A cada operação de pesagem, o provete foi retirado da caixa e apoiado sobre um pano húmido, de forma a eliminar o excesso de água na sua superfície, colocando-o de seguida na balança para registo da sua massa (m_i) no instante t_i, voltando em seguida a ser colocado na caixa. Durante as pesagens teve-se o cuidado de garantir a altura constante da lâmina de água bem como não pingar água sobre os restantes provetes no tabuleiro e assegurar o fecho da tampa da caixa.



Figura 3.9 - a) Tabuleiro com tapete; b) Pesagem dos provetes

O resultado do ensaio de capilaridade é representado graficamente através da chamada curva de absorção capilar que expressa a quantidade de água absorvida por unidade de superfície (kg/m²) em ordenadas, em função da raiz quadrada do tempo decorrido (min^{0,5}) em abcissas. A quantidade de água absorvida (M) por unidade de superfície no instante i é obtida pelo quociente da diferença de massa do provete no instante i (m_i) e no estado seco (m₀) pela superfície do provete em contacto com a água (m²).

Para o cálculo do valor de absorção de água por capilaridade é necessária a determinação de dois parâmetros (**Figura 3.10**), o coeficiente de capilaridade (CC), que corresponde ao declive inicial da curva de absorção capilar e traduz a rapidez com que a água é absorvida no instante inicial, permitindo assim avaliar a durabilidade da pasta e a protecção dos respectivos suportes, e um valor assimptótico (VA), que corresponde ao valor máximo para que essa curva tende, representando o valor máximo de água que o provete pode absorver, valor esse proporcional à quantidade de poros capilares existentes.



Figura 3.10 - Coeficiente de capilaridade e Valor assimptótico

$$M = \frac{m_i - m_0}{s} \left[kg/m^2 \right]$$
 (Equação 3.4)

onde:

mi – massa do provete no instante ti [Kg];

m₀ – massa do provete seco [Kg];

S - área da superfície do provete em contacto com a água [0,04x0,04 m]

3.5.6. Porosidade aberta

O ensaio da porosidade aberta destina-se à avaliação da relação do volume de vazios do provete acessíveis à água e o volume aparente da amostra. Este ensaio segue as especificações da NP EN 1936 [IPQ, 2008]. Utilizando, como foi anteriormente referido, parte das metades dos provetes que sobraram do ensaio mecânico de resistência à compressão, estes foram colocados na estufa durante 24 horas a uma temperatura de 60°C até massa constante. Depois de retirados da estufa, arrefecem à temperatura ambiente e são pesados numa balança de precisão de 0,001 g (massa do provete seco – m1), sendo por fim colocados dentro de um exsicador. Fechou-se o exsicador e utilizando uma bomba de vácuo, por forma a remover o ar dos poros dos provetes, manteve-se assim por mais 24 horas. Passadas as 24 horas, foi aberta a torneira superior do exsicador, deixando penetrar a água a cerca de 17±3 °C lentamente (operação que deve levar pelo menos 15 minutos), até os provetes, outrora ocupados por ar). Nesta etapa os provetes devem ser mantidos submersos e sujeitos à actuação da bomba de vácuo por mais 24 horas. Após essas 24 horas (o que totaliza 48 horas desde o início do ensaio), a tampa do exsicador foi aberta (a bomba de vácuo foi também desligada) e os provetes ficaram mais 24 horas à pressão normal. Após este processo (72 horas após o inicio do ensaio), os provetes ainda em água, foram pesados

(pesagem do provete imerso $-m_2$). A pesagem hidrostática foi efectuada com o auxílio de um cesto pendurado na parte inferior da balança e mergulhado dentro de água. De seguida, efectuou-se a pesagem dos provetes saturados (pesagem do provete saturado $-m_3$). Esta terceira pesagem é feita fora de água, passando previamente os provetes sobre um pano húmido para remover a água superficial em excesso.

O valor da porosidade aberta (Pab) é calculado através da seguinte equação:

$$P_{ab} = \frac{m_3 - m_1}{m_3 - m_2} * 100 \,[\%]$$

(Equação 3.5)

onde:

 $\begin{array}{l} m_1-massa \; seca \; do \; provete \; [g];\\ m_2-massa \; hidrostática \; do \; provete \; [g];\\ m_3-massa \; saturada \; do \; provete \; [g]. \end{array}$



Figura 3.11 - Exsicador utilizado no ensaio de porosidade aberta

3.5.7. Análise Termogravimétrica

A termogravimetria (TG) é a técnica que permite medir a variação de massa de uma substância em função da temperatura, sujeitando essa amostra a um programa de controlo de temperatura. Neste ensaio é realizada a análise termogravimétrica (TGA) que corresponde à interpretação de dados obtidos pela TG. Com o aquecimento da amostra os compostos hidratados e carbonatados (decorrentes de processos hidráulicos, aéreos e pozolânicos) sofrem alterações de decomposição, permitindo assim a identificação de reacções de carbonatação e pozolânica. Sabendo que as ligações químicas que se formam, durante a presa, poderão ser decompostas em gamas de temperaturas bem definidas, levando à perda de massa da amostra, sendo assim possível a identificação e a quantificação dos compostos que as formam. Para facilmente identificar as reacções de decomposição das amostras recorre-se à derivada da curva TG

(dTG). Com a dTG é possível identificar picos e relacioná-los com as gamas de temperatura associadas a perdas de massa causados pela decomposição dos diferentes compostos.

Para a realização desta análise utilizou-se um equipamento composto por 4 elementos principais: (i) o equipamento de análise TG-DTA/DSC STA 449 F3 da Netzsch-Gerätebau GmbH; (ii) uma unidade de refrigeração regulada a 27°C; (iii) um computador com um software de análise termogravimétrica e (iv) um sistema de abastecimento de atmosfera inerte do TG-DTA constituída por azoto (conforme **Figura 3.12**). Para execução do ensaio foi definida uma taxa de aquecimento de 10 °C/min, desde a temperatura ambiente até aos 1000°C. Foi utilizada uma amostra inerte de azoto com um caudal de 40 ml/min e um cadinho de alumina.



Figura 3.12 - a) Equipamento de termogravimetria; b) Cadinho de alumina

De acordo com o procedimento definido para o ensaio, pretende-se que a amostra seja representativa do provete em estudo, pelo que as amostras foram obtidas por fractura de uma secção transversal do provete, tendo sido progressivamente reduzidas em partes mais pequenas. Em seguida, a amostra foi moída, utilizando um almofariz, até ficar em pó, e peneirada (peneiro malha 106 µm). Colocou-se a amostra em pó numa caixa de petri e de seguida, com a ajuda de uma espátula metálica, é colocada no cadinho TG. Após esta preparação, é iniciado o ensaio na máquina, sendo recolhidos os dados pelo software no computador.

Com recurso ao software de análise térmica é possível definir os patamares de perdas de massa (**Figura 3.13**). Com efeito, da temperatura ambiente até aos 200 °C dá-se sobretudo a desidratação dos compostos. No intervalo 450-550 °C dá-se a desidroxilação da portlandite livre nas amostras, cujo teor está associado às reacções pozolânicas. Em torno dos 900 °C corresponde a descarbonatação da calcite, permitindo estimar o grau de carbonatação das amostras.



Figura 3.13 – Curva dTG e principais perdas de massa detectadas

3.5.8. Porosimetria de mercúrio

Este ensaio foi feito com recurso a um porosímetro Autopore IV da Micrometrics (**Figura 3.14 a**)), que contem três portas, duas de baixa pressão e uma de alta pressão, e tem como procedimento a intrusão de mercúrio na amostra em estudo. O ensaio foi realizado no Laboratório de Análise de Microestruturas do DEC/FCT-UNL, em ambiente condicionado e com uma temperatura nunca superior a 23°C.

Inicialmente, aproveitando as partes sobrantes do ensaio de resistência à compressão, foi feito um desgaste da amostra até ter dimensão para ser inserida no penetrómetro com 5 cm³ de volume (Figura 3.14 b)). Após esta preparação as amostras foram colocadas na estufa ventilada, com uma temperatura de 40°C durante pelo menos 24 horas. As amostras foram retiradas da estufa e colocadas num exsicador até se encontrarem à temperatura ambiente, posteriormente pesadas e colocadas no penetrómetro de sólidos, tendo o bordo sido envolvido com um óleo de selagem. De seguida foi colocada a tampa no penetrómetro, lubrificou-se a haste e o conjunto foi pesado numa balança com precisão de 0,001g. O ensaio foi iniciado colocando o conjunto numa das portas de baixa pressão e, utilizando o programa de cálculo AutoPore 9500, foram introduzidas as massas para que fosse calculado o volume de mercúrio a introduzir em cada patamar. A amostra ficou condicionada pelo aparelho a uma pressão de 100 µmHg durante 5 minutos até se encontrar estabilizada. O mercúrio foi sendo colocado na amostra até preencher toda a envolvente do provete, iniciando-se assim o processo de intrusão, subindo a pressão em 15 patamares pré-definidos entre 0,0138 MPa e 0,2068 MPa (Rato, 2006). De seguida retirou-se o penetrómetro e pesou-se a massa do conjunto de novo. Após este processo deu-se início à fase da alta pressão, colocando o conjunto na porta de alta pressão, efectuando-se a subida de pressão em 67 patamares entre 0,2758 MPa e 206,8427 MPa. No final é necessário fazer a extrusão da pressão, neste caso em 27 patamares entre os 206,8427 MPa e 0,0134 MPa.



Figura 3.14 - a) Porosímetro de mercúrio; b) Penetrómetro

3.5.9. Permeabilidade ao vapor de água

O conhecimento da influência da sílica de fumo na quantidade de vapor de água que atravessa o material é quantificável através da permeabilidade ao vapor de água. Existem dois métodos para a determinação da permeabilidade ao vapor de água, designadamente: i) método da cápsula húmida e ii) método da cápsula seca. O método adoptado foi o método da cápsula húmida. O procedimento envolve a utilização de cápsulas metálicas (impermeáveis ao vapor de água) onde foi colocada uma lâmina de água destilada com 1 cm de altura e algodão hidrófilo (a presença de algodão serve para evitar que a água salpique o provete durante a movimentação da cápsula aquando das suas pesagens). Após este processo, os provetes cilíndricos foram colocados no topo de cada cápsula e a junta provete-cápsula foi selada com recurso a mástique. Em seguida, aplicou-se uma anilha/aro de plástico sobre o provete para se delimitar a área de influência por onde se processara a difusão do vapor de água (aplicando-se também mástique nos aros plásticos). Procedeu-se a uma pesagem inicial, numa balança digital com uma precisão de 0,001 g e, de seguida, as cápsulas foram então colocadas numa câmara climática à temperatura de 20ºC e humidade relativa de 50%, sendo registado o instante inicial de colocação dos provetes na câmara climática. Através da Figura 3.15 pode observar-se o processo realizado. A regularidade das pesagens foi diária, de forma a se conseguir determinar a quantidade de vapor de água que atravessa os provetes. O ensaio terminou quando a quantidade de vapor de água atingiu o regime estacionário, isto é, quando as variações das diferenças de pelo menos três pesagens sucessivas foram inferiores a 5%.



Figura 3.15 – a) Material utilizado no ensaio de permeabilidade ao vapor de água; b) Câmara climática; c) Pesagem do conjunto

Com os valores das pesagens diárias calculou-se as diferenças de massa entre as pesagens, sendo esta diferença a quantidade de vapor de água que se difundiu através dos provetes. Para cada composição foram realizados três provetes distintos para ser possível a obtenção de um valor médio. A permeabilidade ao vapor de água é dada pela seguinte equação:

$$\pi = \frac{G \cdot e}{A \cdot \Delta P}$$
 (Equação 3.6)

Onde:

- G fluxo de vapor de água por unidade de tempo [Kg/s]
- A área de ensaio do provete [m²]
- ΔP diferencial de pressão de água entre os dois lados do provete [Pa]
- e espessura do provete [m]

4. Apresentação e discussão de resultados

Após a campanha experimental e respectiva recolha de dados, procedeu-se à análise dos mesmos. Como foi previamente referido, existe pouca ou nenhuma informação relativa à utilização de SFH pelo que os dados foram maioritariamente analisados com base na comparação entre os resultados obtidos entre os vários ensaios.

4.1. Medições reológicas

Numa primeira análise, com o objectivo de analisar o comportamento e contribuição da SF na trabalhabilidade das pastas, faz-se a análise da reologia das amostras com diferentes dosagens tanto para a SFN como para a SFH. Na **Figura 4.1** ilustram-se as curvas de escoamento obtidas durante a medição reométrica, de onde se pode concluir que as amostras em estudo apresentam um comportamento reofluidificante, sendo também notória a diferença entre as curvas com SFN e SFH. Sendo que as amostras que contêm SFN apresentam um valor de tensão de corte superior às amostras com SFH. A partir das curvas de escoamento podem-se obter diferentes propriedades reológicas que caracterizam o material, tais como a tensão de cedência e a viscosidade plástica.



Figura 4.1 - Curvas de escoamento das pastas

Para a determinação da viscosidade plástica e da tensão de cedência foi ajustado às curvas de escoamento o modelo de Bingham modificado. Nas **Figuras 4.2** e **4.3**, apresenta-se a evolução da tensão de cedência e da viscosidade plástica em função do tipo e dosagem de SF.



Figura 4.2 – Reologia (Tensão de cedência)



Figura 4.3 – Reologia (Viscosidade plástica)

Como se pode observar através da **Figura 4.3**, existe um evidente decréscimo da trabalhabilidade com o aumento da dosagem de SFN, tal deve-se à elevada absorção de água por parte da SFN. Pode-se constatar que mesmo na dosagem de 10% a tensão de cedência e a viscosidade plástica aumentaram face à mistura de referência. Este comportamento está de acordo outros estudos consultados (Toumbakari, E.E. (2002)).

No entanto, com a utilização de SFH, apesar de se observar o mesmo comportamento, os valores dos parâmetros reológicos são significativamente inferiores face aos apresentados pela SFN. Tal, explica-se com a hidrofugação da SF. Assim, a água é repelida, havendo mais água disponível na mistura, sendo esta menos viscosa e assim apresentar valores de tensão de cedência e de viscosidade plástica mais reduzidos.

De notar, no caso da SFH, que embora apresente a mesma tendência crescente das propriedades reológicas, o crescimento é diminuto com o gradual aumento da quantidade utilizada. Sendo possível

verificar pela **Figura 4.2** e **Figura 4.3**, para a dosagem de 30% de SFH, que a tensão de cedência e a viscosidade plástica apresentam valores inferiores à amostra de referência. Uma teoria que pode ajudar a perceber este valores é a SFH funcionar como um agregado fino (com pouca ou nenhum absorção de água), cujas partículas de forma esférica vão preencher os espaços entre as partículas da cal hidráulica e, consequentemente, impondo um efeito de rolamento de esferas (**Figura 4.4**) o que reduz de forma significativa o atrito entre as partículas do ligante, conferindo à pasta uma maior fluidez.



Figura 4.4 - Ilustração do efeito de rolamento de esferas imposto pelas partículas de SFH (adaptado de Hermann et al (2016))

4.2. Resistência à compressão

No caso dos ensaios mecânicos de compressão pode observar-se na Figura 4.5 um aumento de resistência com o gradual incremento da dosagem de SFN. De acordo com vários autores, como por exemplo Huang C.Y., et al (1985) e Cong et al. (1992), a incorporação de SFN em pastas e argamassas permite o aumento da resistência à compressão destas. Existem três factores que influenciam a contribuição da SF para o aumento das características mecânicas, designadamente: i) o efeito de filler; ii) a aceleração do processo de hidratação (por ser mais fino tem uma elevada reactividade) e iii) a reacção pozolânica com o hidróxido de cálcio da cal hidráulica que conduz à formação de produtos de hidratação adicionais, designadamente o silicato de cálcio hidratado (C-S-H) (Shanang, M. J., (2000)). Com a utilização de superplastificantes esse aumento é mais notório, pois tal como foi mencionado no capítulo 2, alteram-se as propriedades do sistema água-ligante, ocorrendo o rearranjo matricial da pasta e consequentemente aumentando a resistência à compressão.

No entanto observa-se um comportamento diferente nas amostras que contêm SFH, isto é, nas duas primeiras amostras nota-se um acréscimo da resistência à compressão em comparação com a amostra de referência e nas amostras com maior dosagem de SFH (30% e 40%) pode observar-se uma redução. Assim, pode concluir-se que a presença de SFH tem o mesmo efeito que a SFN, tendo uma resistência à compressão inferior devido ao facto de a SFH não absorver a água de igual modo e, por conseguinte, não

as reacções pozolânicas não ocorrem na sua plenitude. Quanto ao facto da diminuição da resistência à compressão a partir dos 20% pode concluir-se que a substituição da cal por SFH pode passar a ser prejudicial, pois o menor teor de ligante (cal) associado às eventuais reacções pozolânicas diminutas, resulta numa matriz menos resistente.



Figura 4.5 – Resistência à compressão

4.3. Resistência à tracção por flexão

Pela **Figura 4.6** nota-se que sem o hidrófugo, o valor da resistência à flexão é sempre superior do que o do provete de referência. No caso dos provetes onde se utilizou SFH os resultados apresentam-se inconclusivos visto que não se faz notar uma tendência que possa ser suportada com a teoria. Tal facto, conforme se verificou durante os ensaios, deve-se ao facto da fragilidade dos provetes, muitos deles podendo apresentar microfissuração, cenário que deturpa a evolução e os resultados dos ensaios. Como se estudaram pastas de cal, era expectável, à priori, que os provetes apresentassem uma menor resistência (comparativamente a outros ligantes e visto não ter sido utilizado agregado de nenhum tipo), fenómeno ainda mais evidente nos provetes onde foi utilizada SFH, devido à presença de maior quantidade de água livre na mistura. Assim sendo, após o processo de secagem, a retracção a que os provetes estão sujeitos aumenta a probabilidade da ocorrência de microfissuração, razão pela qual este ensaio pode ser considerado inconclusivo.



Figura 4.6 – Resistência à tracção por flexão

4.4. Massa volúmica aparente

Como se pode observar na **Figura 4.7**, verificam-se dois comportamentos diferentes para os dois tipos de SF pela qual a cal foi substituída. Nos provetes com SFN, pode verificar-se um comportamento crescente, consoante uma maior dosagem substituída, mas nas amostras com SFH verifica-se um comportamento decrescente, à excepção da amostra de referência que é inferior às amostras de 10 e 20%. Tendo em conta que o volume foi o mesmo, conclui-se que a diferença se encontra na massa das amostras. Tal facto seria expectável, pois no caso da utilização de SFN, à medida que se aumenta a dosagem, a absorção de água é mais notória. Sendo que a água livre no interior da amostra está interligada e por conseguinte a sua evaporação origina uma porosidade com um bom grau de conexão e ligação ao exterior. Neste caso, a água de amassadura é constante para todas as amostras, mas a dosagem de SFN, pois a SFN tem maior superfície especifica do que a cal hidráulica. Ao haver um maior "consumo" de água, há uma menor quantidade de água de livre, logo o volume ocupado pela água é menor, dando origem a menor volume de poros dentro da estrutura da amostra. Assim sendo, pode-se verificar o aumento da massa volúmica aparente.

No entanto, no caso da SFH, devido à repulsão entre as partículas de SF e as de água, após a preparação da mistura e colocação nos moldes, resulta mais água livre que acaba por evaporar, aumentando a porosidade aberta e consequentemente reduzindo a massa volúmica aparente.



Figura 4.7 – Massa volúmica aparente

4.5. Análise comparativa (Resistência à compressão – Massa volúmica aparente)

Após a análise individual, pode ser feita uma análise comparativa entre os dados da resistência à compressão e da massa volúmica aparente.

Como era expectável, a evolução da massa volúmica aparente tem influência directa na evolução da resistência à compressão. Tal como foi observado nas secções anteriores, sempre que há um aumento/diminuição na massa volúmica aparente, observa-se também um aumento/diminuição na resistência à compressão

Nas amostras sem hidrofugação observa-se um aumento na massa volúmica aparente e com hidrofugação observa-se o comportamento contrário. Comparando com os valores da resistência à compressão, observa-se exactamente o mesmo comportamento. Como foi mencionado previamente, uma densificação da matriz da mistura (através da utilização da SFN) aumenta a compacidade desta, pelo que se verifica um aumento da resistência à compressão. Já no caso da utilização de SFH, a repulsão das partículas de água pelas partículas de SF (água que acaba por não se combinar e posteriormente evapora), consequentemente observa-se uma diminuição da densificação da matriz, logo apresentando uma menor resistência à compressão.

Na **Figura 4.8** pode ser observada a correlação entre a massa volúmica aparente e a resistência à compressão. É possível concluir que existe uma relação directamente proporcional entre ambas as propriedades, tal como seria espectável.



Figura 4.8 - Relação Resistência à compressão - Massa volúmica aparente

4.6. Condutibilidade térmica

Como pode ser observado na **Figura 4.9**, tanto nos provetes onde se utilizou SFN como nos provetes com SFH a evolução é crescente. Em ambos os casos o provete de referência é a que apresenta valor inferior e a amostra com 40% de substituição apresenta valor superior. Tal como era de prever, com a SF a actuar como filler, ocorre um aumento da compacidade dos provetes. Sendo que quanto maior a compacidade que um material apresenta, maior vai ser o seu valor de condutibilidade térmica. Assim, quanto maior a dosagem de substituição, maior é a quantidade dos C-S-H que preenche os vazios entre as partículas do ligante, maior a compacidade e consequentemente maior o valor de condutibilidade térmica.



Figura 4.9 – Condutibilidade Térmica

Apesar dos resultados corresponderem à primeira vista ao esperado, de acordo com a **Figura 4.9** pode observar-se que em praticamente todos os casos é apresentado um valor elevado ao nível do desvio padrão. Tal caso pode dever-se aos factores mencionados no procedimento experimental (diferença de forma entre sonda e provete ensaiado). Como foi comprovado neste ensaio ao nível da campanha

experimental, os valores ficaram um pouco aquém do esperado para pastas de cal hidráulica (na casa de 1 W/m.K), pelo que este ensaio pode ser um pouco inconclusivo sendo utilizado por si só, podendo ser bom a título comparativo.

4.7. Análise Comparativa (Condutibilidade térmica – Massa volúmica aparente)

No seguimento das análises comparativas, foi analisada a relação entre o coeficiente de condutibilidade térmica e a massa volúmica aparente dos provetes. Através da **Figura 4.10** (relação entre os valores das amostras sem hidrofugação) pode ser observado um comportamento directamente proporcional entre as duas grandezas. Tal como era expectável, os valores da condutibilidade térmica aumentam consoante o aumento dos valores da massa volúmica aparente. Como já foi antes mencionado, devido a uma maior densificação da matriz, ou seja, uma maior compacidade do provete, a componente sólida deste será maior e estará mais interligada, pelo que ao ser sujeita ao ensaio da condutibilidade térmica, o calor terá maior facilidade em atravessar o corpo, logo os valores apresentados também aumentam.



Figura 4.10 - Relação Coeficiente de condutibilidade térmica - Massa volúmica aparente

4.8. Porosidade aberta

Dos resultados do ensaio da porosidade aberta (**Figura 4.11**) pode observar-se que comparativamente aos provetes de referência, as amostras com 10% e 20% de substituição (para ambos os tipos de SF) apresentam valores de porosidade aberta inferiores, sendo que mantêm o mesmo padrão, embora, as amostras com SFH apresentem um valor mais baixo que as amostras com SFN. No entanto, nas amostras com 30% e 40% de substituição, ocorre precisamente o contrário, sendo que as amostras que contêm SFH apresentam um valor mais elevado de porosidade aberta do que as amostras com SFN. De salientar, no entanto, que para a SFN a porosidade aberta estabilizou para dosagens a partir do 30%.



Figura 4.11 – Porosidade Aberta

Neste caso seria expectável que ambos os tipos de provetes seguissem a mesma tendência, ou seja, consoante a maior quantidade de SF (tanto SFN como SFH), menor seria o valor de porosidade aberta pois como já foi mencionado, a SF actuaria como filler, diminuindo os espaços de ar existentes dentro do provete, e contribui para a produção de C-S-H adicional. No entanto, o facto de nas dosagens de 30 e 40% nos provetes que continham SFH isso não ocorrer deve-se à força de repulsão provocada pela hidrofugação destes. Com uma maior dosagem de SFH a força de repulsão consegue minimizar ou até mesmo anular a força de sucção capilar exercida pelos poros do provete, pelo que não foi possível saturar os provetes factor esse que deturpa em parte os resultados, com efeito não foi possível determinar o valor real de porosidade aberta através deste método.

É de salientar que durante este ensaio, aquando da entrada da água no exsicador, estes provetes começaram a flutuar, ao contrário dos restantes que se mantiveram no fundo.

4.9. Análise comparativa (Condutibilidade térmica – Porosidade aberta)

No caso da razão entre o coeficiente de condutibilidade térmica e a porosidade aberta dos provetes, como era expectável, assumem um comportamento inversamente proporcional. Conforme foi antes mencionado, quanto maior a percentagem de SF, maior é o efeito de filler, logo menores vão ser os espaços de ar existentes no provete, tornando o material mais compacto e menos poroso. Assim, quanto maior a compacidade do provete, a conexão entre os espaços de ar existentes dentro do provete e o exterior fica mais limitada, diminuindo os valores de porosidade aberta. Conforme foi visto antes, quanto maior for a compacidade do provete, maior o seu valor de condutibilidade térmica, daí se estabelecer esta relação inversamente proporcional entre os valores de condutibilidade térmica e os valores de porosidade aberta como pode ser verificado na **Figura 4.12**.



Figura 4.12 - Relação Coeficiente de condutibilidade térmica - Porosidade aberta

4.10. Permeabilidade ao vapor de água

Ao nível da permeabilidade ao vapor de água pode observar-se através da **Figura 4.13** que nas amostras onde foi utilizada a SFN, existe um gradual decréscimo de valores, sendo que todos são inferiores ao valor da amostra de referência. Tal facto era expectável visto que aquando da substituição da cal por SFN, esta, visto ter menores dimensões, funciona como filler, diminuindo a quantidade de vazios e, consequentemente, dificultando a difusão do vapor de água.



Figura 4.13 – Permeabilidade ao Vapor de Água

Nas amostras onde foi utilizada SFH, apesar de todos os valores também serem inferiores ao valor da amostra de referência, evidencia uma evolução atípica. Os dois valores iniciais para as dosagens de 10 e 20% mantêm-se relativamente iguais, enquanto que para a amostra com 30% o valor cresce um pouco, diminuindo de novo na amostra com 40%. Teoricamente, seria expectável pois, neste caso, a SFH também

actuaria como filler. No entanto, a partir de certo valor a tendência inverte, isto porque sendo um filler, a partir de uma certa dosagem a mistura pode atingir a capacidade máxima, sendo que o restante começa a criar espaços vazios entre as suas próprias partículas, aumentando assim a permeabilidade ao vapor de água. Adicionalmente, visto ser hidrofóbica (SFH), com uma maior dosagem, maior será a repulsão entre as partículas desta e de água, pelo que essa repulsão pode criar espaços vazios por si mesmo (maior teor de ar incorporado), facilitando também a permeabilidade ao vapor de água.

Outro aspecto que poderá, eventualmente, ter contribuído para o aumento da permeabilidade ao vapor de água nas dosagens mais elevadas de SFH, é a tortuosidade da estrutura porosa i.e. a forma dos poros e a sinuosidade da rede de ligação entre poros. A tortuosidade depende do formato da rede de poros capilares (Hall and Hoff (2002)). Com os valores de permeabilidade ao vapor de água superiores nos provetes que continham SFH conclui-se que o caminho percorrido pelo vapor de água é menos sinuoso. Neste sentido, é muito provável que a menor tortuosidade nos proveste com SFH seja consequência do comportamento hidrofóbico da SF face à água de amassadura, sendo que fica mais água livre. Assim, durante o processo de secagem, a água livre evapora, deixando maior porosidade e uma rede de poros capilares mais pronunciada.

4.11. Análise comparativa (Permeabilidade ao vapor de água – Porosidade aberta)

Numa análise comparativa entre estas duas grandezas, através da **Figura 4.14** pode ser observado um comportamento directamente proporcional. Conforme era expectável, uma maior porosidade aberta significa uma maior ligação entre os vazios do interior dos provetes e o exterior, isto é, uma maior conectividade entre poros. Nesse contexto, automaticamente é verificada a sua relação com a permeabilidade ao vapor de água, pois quanto maior o volume de poros com ligação exterior e poros com comunicação com outros poros, melhor é a difusão do vapor de água para dentro do provete e consequentemente de novo para fora, aumentando assim o valor da permeabilidade.



Figura 4.14 – Relação Permeabilidade ao vapor de água – Porosidade aberta

Neste caso também pode ser apontado o aspecto da tortuosidade. Com uma maior porosidade aberta e uma estrutura porosa menos sinuosa, automaticamente se pode concluir que os valores de permeabilidade ao vapor de água aumentam conforme está comprovado nesta relação.

4.12. Absorção de água por capilaridade

Ao nível do ensaio de capilaridade (**Figura 4.15**) pode ser observada uma diferença acentuada entre as amostras com SFN e as amostras com SFH. As amostras com SFN apresentam valores bastante semelhantes entre si, mas evidenciam uma tendência descendente com o aumento de SF, tendo no entanto todas um valor de coeficiente de capilaridade inferior ao valor de referência. A dimensão dos poros revela-se determinante para o coeficiente de absorção de água, uma vez que absorção inicial torna-se mais célere com o diminuição do diâmetro dos poros, pelo que é compreensível que amostras com poros de menor dimensão apresentem um maior coeficiente de capilaridade do que amostras com poros de maior dimensão.

No entanto, nas amostras em que foi utilizada SFH, pode observar-se um valor consideravelmente inferior, apesar de se poder observar uma tendência semelhante, excluindo o caso da amostra de referência, que também apresenta valores semelhantes.



Figura 4.15 – Coeficiente de capilaridade

A mesma tendência é apresentada ao nível do valor assimptótico das amostras (**Figura 4.16**). Pode observar-se que as amostras em que foi utilizada SFH continuam a apresentar valores inferiores aos das amostras em que foi utilizada SFN, denotando-se também um comportamento decrescente em ambos os casos.



Figura 4.16 – Valor assimptótico – ensaio absorção de água por capilaridade

Através da análise das figuras anteriores, e como era expectável, a sorptividade (velocidade de avanço da frente húmida na amostra) apresentada entre diferentes amostras difere bastante. No caso das amostras com SFN, como se pode observar na **Figura 4.17**, apresentam valores de sorptividade elevados. Mas, como era expectável, pode observar-se o cenário oposto nas amostras com SFH. Estas apresentam valores significativamente mais baixos, traduzido pela repelência da amostra às partículas de água (hidrofobicidade), dificultando a ascensão capilar da água. A ascensão capilar ocorre na maioria dos elementos construtivos em contacto com o solo. Regra geral, o solo possui sais solúveis que podem deteriorar o elemento poroso caso consigam migrar para a estrutura porosa do mesmo. Os mecanismos de transporte destes sais são condicionados pela resistência à penetração dos líquidos no meio poroso por forças de sucção capilar. Com efeito, quando menor for o valor do coeficiente de capilaridade menor será a exposição ao ataque de sais solúveis ou a quaisquer outros agentes agressores que migrem com a água. Neste contexto, e face aos resultados obtidos, é expectável que as amostras com SFH apresentem um excelente comportamento aos sais solúveis e por conseguinte uma boa durabilidade.



Figura 4.17 – Sorptividade - ensaio absorção de água por capilaridade

4.13. Ensaio Termogravimétrico

No ensaio termogravimétrico pode ser observado um comportamento gradual e coerente com a dosagem de SF aplicada. De acordo com a **Figura 4.18** onde estão representadas as curvas de perda de massa das várias amostras testadas, pode observar-se que o pico da descarbonatação do CaCO₃ (por volta dos 900 °C) diminui com o aumento de substituição de cal por fumo de sílica (ocorrendo para ambos os tipos de fumos de sílica). Como esperado, a quantidade de CaCO₃ diminui com a diminuição da quantidade de cal disponível para hidratar. Contudo, a principal diferença entre a SFN e a SFH pode ser detectada no pico por volta dos 500°C (isto é, na desidroxilação de hidróxido de cálcio (Ca(OH)₂)). As curvas de DTG (**Figura 4.19**) mostram que a SFN reduz o teor de Ca(OH)₂ de uma forma mais expressiva, tal como se pode constatar pela menor perda de massa (no pico dos 500°C) verificada com o aumento da dosagem da SFN. Tal como referido em na secção 4.1, a SFN apresentam reactividade com o Ca(OH)₂, ao reagir com este composto libertado nas reacções de hidratação da cal hidráulica, dá origem a C-S-H. As amostras evidenciam, desta forma, uma maior quantidade de C-S-H e menor teor de Ca(OH)₂, melhorando a sua compacidade e a sua resistência mecânica, tal como já constato nos capítulos anteriores.

Em contraste, as amostras com SFH, o teor de Ca(OH)₂ é maior, o que significa que a SFH tem uma reacção pozolânica diminuta, tal confirma os resultados da resistência mecânica da secção 4.1. Tendo em conta estes resultados, torna-se claro que o fumo de sílica hidrofóbica não pode ser visto como uma verdadeira pozolana uma vez que não reage na totalidade com o Ca(OH)₂ na presença de água para produzir produtos de hidratação adicionais.



Figura 4.18 - Resultados da termogravimetria para os dois tipos de SF



Figura 4.19 – Resultados da termogravimetria para as os dois tipos de SF – Foco na desidroxilação de hidróxido de cálcio

4.14. Análise comparativa (Termogravimetria – Resistência à compressão)

Analisando estas duas grandezas em conjunto é possível estabelecer uma ligação que permite fundamentar os resultados obtidos. Conforme foi demonstrado na secção anterior, devido ao factor da hidrofugação, os provetes com SFH apresentam menos produtos de hidratação, ou seja, ocorreu a diminuição das reacções entre o Ca(OH)₂ do ligante e a pozolana. Neste sentido a matriz de densidade do provete apresenta-se mais fraca, sendo por isso que ocorre um decréscimo dos valores correspondentes À resistência à compressão destes provetes conforme comprova a **Figura 4.5**.

4.15. Porometria

No caso dos ensaios relativos à porometria, foram apenas estudadas 3 dosagens diferentes, com substituição da cal pela SF (SFN na **Figura 4.20** e SFH na **Figura 4.21**). Como era expectável, nas amostras onde se utilizou a SFN verifica-se uma redução gradual do tamanho dos poros consoante o aumento da dosagem. A amostra de referência apresenta maioritariamente poros de média dimensão $(1\mu m)$, no entanto nas amostras com SFN pode ser observado um aumento dos poros de pequena e média dimensão $(0,5 - 0,09 \ \mu m)$ à medida que a dosagem de SFN aumenta. Tal deve-se ao facto da SF preencher os espaços vazios presentes entre as partículas do ligante e refina a estrutura porosa. Segundo Chindaprasirt et. al. (2005), que estudou o efeito do uso de cinzas volantes na porometria de pastas de cimento, verifica-se uma situação semelhante, onde as partículas (mais pequenas e esféricas), preenchem os vazios da mistura, aumentando a densidade e diminuindo a porometria.



Figura 4.20 – Porometria de Mercúrio (amostras com SFN)

No entanto, com a utilização de SFH, faz sentido que a porometria evidencie poucas variações, qualquer que seja a dosagem utilizada. Isto deve-se à reduzida pozolanicidade (ver secção 4.13) que a SFH evidencia pelo facto das suas partículas repelirem a água estas não vão reagir com o Ca(OH)₂ da cal hidráulica e por conseguinte não se forma C-S-H em quantidade suficiente que contribua para o refinamento da estrutura porosa do amostra. É de ressalvar, no entanto, que a amostra com 30% de SFH apresenta alguns poros superiores a 1 µm (mesoporos), podendo estar associado a algumas fissuras resultantes da retracção e à reduzida resistência mecânica desta amostra.



Figura 4.21 – Porometria de Mercúrio (amostras com SFH)

4.16. Análise comparativa (Porometria de mercúrio - Capilaridade)

Após a análise da porometria e da capilaridade pode ser estabelecida uma relação entre ambas as grandezas. Conforme foi previamente mencionado, a capilaridade era mais elevada nos provetes que continham SFN. Tal facto pode também ser explicado com recurso aos resultados obtidos no ensaio da porometria, ou seja, para poros de dimensões inferiores, o efeito de capilaridade é mais notável visto que a água consegue, de uma forma mais célere, atravessar o poro. Assim, no sentido inverso, poros de maiores dimensões levam a valores de capilaridade inferiores, situação essa que pode ser observada nos provetes onde se utilizou SFH. É importante referir, tal como foi mencionado previamente, que o facto de se tratar de SFH, a repulsão das partículas de SF às partículas de água dificulta também o efeito de capilaridade.

5. Conclusões e trabalhos futuros

5.1. Conclusões finais

Ao longo das últimas décadas, tem-se verificando um progressivo aumento na incorporação alguns subprodutos provenientes de outras indústrias na formulação de caldas, argamassas e betões, que permitem não só a poupança do ligante (materiais que apresentam por norma um preço mais elevado e maior dispêndio de energia na sua produção) como também melhoria das propriedades dessas misturas. A sílica de fumo apresenta-se como uma das pozolanas artificias mais usadas no fabrico de materiais de base cimentícia, podendo ser utilizada como aditivo que substitui parte do ligante. Contudo, apesar da sílica de fumo melhorar algumas propriedades, como por exemplo o aumento da sua resistência mecânica, o facto da sílica de fumo apresentar uma excessiva absorção de água de constituição da mistura, consequência da sua elevada superfície específica, esta acaba por contribuir para redução da trabalhabilidade. Neste contexto, foi desenvolvida no âmbito de uma outra investigação mais vasta, Baltazar et al (2014), uma técnica que permite converter a sílica de fumo convencional em sílica de fumo hidrofóbica de maneira a minorar esta perda de trabalhabilidade.

O estudo desenvolvido no nesta dissertação teve como objectivo principal avaliar o efeito da utilização de sílica de fumo hidrofóbica nas propriedades físicas e mecânicas de pastas à base de cal hidráulica natural. No âmbito da campanha experimental desenvolvida foi efectuado um estudo exaustivo de vários parâmetros, tais como: a trabalhabilidade (com recurso a medições reológicas); massa volúmica aparente; porosidade e porometria; condutibilidade térmica; permeabilidade ao vapor de água; capilaridade; resistência mecânica e termogravimetria. Através dos resultados obtidos e sua comparação, foi possível aferir num instante inicial a potencialidade da hidrofugação da sílica de fumo como também numa fase mais avançada a eficácia numa eventual aplicação real.

Terminada a dissertação, é possível concluir que os objectivos estabelecidos foram cumpridos. Com o presente estudo foi possível dar um contributo para um melhor conhecimento da potencialidade da sílica de fumo com propriedades hidrofóbicas e, simultaneamente, proporcionar linhas de orientação para a formulação de *grouts* e argamassas, dando algumas respostas para contornar uma das grandes desvantagens no uso da sílica de fumo em misturas cimentícias. O estudo foi dividido em duas fases, sendo que inicialmente foi possível avaliar a influência da sílica de fumo hidrofóbica no estado fresco das pastas, designadamente nas propriedades reológicas. Numa fase seguinte foi analisado o efeito da sílica de fumo hidrofóbica no comportamento das pastas no estado endurecido, após 28 dias de cura.

Ao nível dos ensaios reológicos, concluiu-se que a utilização da sílica de fumo hidrofóbica contribui para a redução das propriedades reológicas .i.e aumento da trabalhabilidade. Tendo-se registado os valores mais baixos para a tenção de cedência e viscosidade plástica na presença sílica de fumo hidrofóbica. A sílica de fumo hidrofóbica funciona como um fino agregado, cujas partículas de forma esférica e hidrofóbicas vão preencher os espaços entre as partículas da cal hidráulica e, consequentemente, impondo um efeito de rolamento de esferas (**Figura 4.4**) o que reduz de forma significativa o atrito entre as partículas do ligante, conferindo à pasta uma maior fluidez.

Ao nível dos ensaios no estado endurecido, pôde concluir-se que, nas condições de ensaio, a hidrofugação da sílica de fumo compromete a sua pozolanicidade (não permitindo uma reacção eficaz entre a sílica de fumo e o Ca(OH)₂ do ligante) e consequentemente os produtos de hidratação estão em menor quantidade, reduzindo consequentemente a resistência mecânica. No entanto, apesar desta redução da resistência mecânica, esta não se apresenta muito pronunciada.

No que diz respeito à porometria e à porosidade, verificou-se que o aumento da dosagem da SFN contribui para redução da porosidade e da dimensão dos poros, tal como era expectável. Por outro lado, a SFH evidenciou pouca contribuição para o refinamento da estrutura porosa. Não obstante, foi demonstrado pelos ensaios de capilaridade que quanto maior a percentagem de SFH, maior a repelência em relação à água, sendo um factor crucial nos materiais de construção, evitando a absorção de água e, consequentemente, o desenvolvimento de anomalias relacionadas com a migração de água.

Foi ainda possível estabelecer correlações entre as várias propriedades analisadas, sendo que através da análise comparativa em pares facilitou a percepção dos resultados. Relativamente à comparação dos resultados do ensaio de condutibilidade térmica com os do ensaio da porosidade aberta, verifica-se que se obteve a interdependência esperada, ou seja, conforme o aumento da dosagem de SF, aumenta o efeito de filler das partículas deste material, relativamente às partículas de cal hidráulica, aumentando assim a compacidade do provete e consequentemente a sua condutibilidade térmica.

Já ao nível da permeabilidade ao vapor de água, os valores das amostras com SFH são mais satisfatórios que os das amostras com SFN. Tendo-se verificado que para dosagens mais elevadas de SFH a permeabilidade ao vapor de água aumenta. A repelência das partículas de SF face à água de amassadura proporciona mais água livre, o que pode ter contribuído para uma menor tortuosidade da estrutura porosa e, consequentemente, maior difusão de vapor de água. Conforme as bases em que esta campanha foi elaborada, um dos grandes objectivos era verificar a capacidade de hidrofugação de uma pasta de cal hidráulica, não deixando no entanto que esta perdesse as suas propriedades tais como uma elevada permeabilidade ao vapor de água.

Em suma, e face os resultados obtidos, pode concluir-se que a SF, quando hidrofugada deixa de evidenciar um comportamento pozolanico, devido à repulsão da água e consequentemente pouca reacção com o ligante, e passa a ter o comportamento de um material inerte adicionado, maioritariamente com propriedades hidrorrepelente. Espera-se que a presente dissertação evidencie as potencialidades da utilização combinada da sílica de fumo hidrofugada com a cal hidráulica natural e que promova, no futuro, a sua utilização nas mais diversas situações, tanto em construção nova, como numa vertente cada vez mais importante, a reabilitação/conservação, não só devido à compatibilidade da cal hidráulica com a maioria dos materiais existentes no parque edificado, como também, conforme foi verificado, devido à melhoria de algumas propriedades, nomeadamente maior fluidez e também melhor comportamento na presença de água, tanto no estado líquido como gasoso.

5.2. Trabalhos futuros

Em todo o caso, após esta campanha experimental, há casos mais específicos que podem ser estudados para melhorar as características analisadas na presente dissertação. Como exemplo de futuros trabalhos, podem ser utilizados outros tipos de silicone, com o intuito de experimentar outros produtos e métodos de hidrofugação, além de se poder também alterar as dosagens. Também pode ser utilizada uma combinação de SFN com SFH. Devem ainda ser efectuados mais ensaios, com o intuito de analisar a influência da SFH noutras propriedades, como exemplo, a aderência das pastas a diferentes tipos de suporte ou a retracção destas. Sendo estes dois ensaios muito virados para o aspecto prático, isto é, situações de aplicação correntes em obra, um estudo exaustivo dos mesmos seria uma mais-valia para posterior aplicação e introdução em novos produtos.

Num aspecto mais teórico, pode ser feita uma variante da presente campanha no sentido de fazer a adição de SF à mistura ao invés de fazer a substituição da cal. Sendo que se pôde concluir que a SFH de certa forma deixa de funcionar como uma pozolana e passa a ter o comportamento de um material inerte, uma adição da SFH, em detrimento de uma substituição, poderia trazer outros resultados mais favoráveis. Desta maneira podem estudar-se maiores/menores valias relativamente à presente campanha, até mesmo de forma a completá-la.

Conforme foi efectuada a medição reológica, podem também ser feitos mais ensaios no estado fresco tais como o ensaio de estabilidade, permitindo estudar o fenómeno de segregação/exsudação da pasta mediante a utilização de diferentes dosagens de SFH. Também podem ser estudados a retenção de água (factor importante aquando do inicio da presa e retracção no processo de secagem, por ser mais ou menos moroso), assim como o teor em ar incorporado resultante da utilização da SFH.

6. Bibliografia

- Banfill, P.F.G. (2006) "Rheology of fresh cement and concrete." Rheology reviews. The British Society of Rheology.
- Ballantyne, A. (1996). "Stabilising the Substrate: Grouting the Options. Anne Ballantyne's Contribution on 28th October 1995." *Conservation News* 60:43–45.
- Baltazar, L.G., Henriques, F.M.A. and Jorne, F. (2012), "Optimisation of Flow Behaviour and Stability of Superplasticized Fresh Hydraulic Lime Grouts through Design of Experiments." *Constr Build Mater* 35:838–45.
- Baltazar, L.G., Henriques, F.M.A. Jorne, F. and Cidade, M.T. (2013), "The Use of Rheology in the Study of the Composition Effects on the Fresh Behaviour of Hydraulic Lime Grouts for Injection of Masonry Walls." *Rheol Acta* 52:127–38.
- Baltazar L.G., Henriques F.M.A., Cidade M.T. (2014) "Effect of hydrophobic silica fume on the rheological behaviour of injection grouts. Proceedings of the World Congress on Advances in Civil, Environmental, and Materials Research", Busan, Korea, 24th - 28th August 2014.
- Baltazar L.G., Henriques F.M.A., Jorne F., Cidade M.T. (2014a), "Combined effect of superplasticizer, silica fume and temperature in the performance of natural hydraulic lime grouts". *Constr Build Mater* 50: 584-597, Elsevier.
- Baltazar L.G., Henriques F.M.A., Cidade M.T. (2014b), "Contribution to the design of hydraulic lime-based grouts for masonry consolidation". Journal of Civil Engineering and Management, 21(6): 698-709, Taylor & Francis.
- Binda, L., Saisi, A. and Tedeschi, C. (2006), "Compatibility of Materials Used for Repair of Masonry Buildings: Research and Applications." *Fracture and Failure of Natural Building Stone* 167–82.
- Baronio G., Binda L. and Modena C. (1992), "Criteria and methods for the optimal choice of grouts according to the characteristics of masonries". *In: International workshop CNR- GNDT, effectiveness of injection techniques for retrofitting of stone and brick masonry walls in seismic areas*, Milan, March 30–31st 139-157.

- Cong, X., Gong, S., Darwin, D., McCabe, S.L. (1992) "Role of silica fume in compressive strength of cement paste, mortar, and concrete", ACI Mater. J. 89 (4) 375-387.
- Huang, C.Y., Feldman, R.F. (1985), "Characteristics of the Pore Structure of Blend Cement Pastes, Blended with Silica Fume", Guisuanayan Xeebao, 13, 301.
- Carette, G. G., Malhotra, V. M., (1982), "A pozzolan of new interest for use in some concretes" Department of Energy, Mines and Resources, Canada.
- Chindaprasirt P, et al. (2005). "Effect of fly ash fineness on compressive strength and pore size of blended cement paste". Cement & Concrete Composites 27: 425-28.
- Coutinho, S. (1997) "Fabrico e propriedades do betão" volume I LNEC.
- Coutinho, J. (2006) Materiais de Construção 2: 1ª Parte Ligantes e Caldas, Faculdade de Engenharia Universidade do Porto.
- E-E. Toumbakari (2002), "Lime-pozzolan-cement grouts and their structural effects on composite masonry walls". PhD Thesis, Katholieke University Leuven.
- EN 459-1:2010. (2010) "Building lime. Part 1: Definitions, specifications and conformity criteria". CEN, Brussels.
- EN 1015-11 1999 A1-12 (2006) "Methods of test for mortar for masonry Part 11: Determination of flexural and compressive strength of hardened mortar".
- EN 15801:2009 (2009) "Conservation of cultural property Test methods Determination of water absorption by capillarity". CEN, Brussels.
- ETAG 005 (2004) European Organization for Technical Approvals Guideline for European Technical Approval of liquid applied roof waterproofing kits.
- Faria, P. (2004) "Argamassas de revestimento para alvenarias antigas. Contribuição para o estudo da influência dos ligantes". Tese de doutoramento em Engenharia Civil na especialidade de

Reabilitação do Património Edificado, Universidade Nova de Lisboa – Faculdade de Ciências e Tecnologia.

- Hall, C.; Hoff, W. D. (2002). "Water transport in brick, stone and concrete". London: Taylor and Francis. 318 p.
- Henriques, F. (2007) "Comportamento Higrotérmico de Edifícios". Lisboa, UNL-FCT.
- Park, C.K., Noh, M.H. and Park, T.H. (2005), "Rheological Properties of Cementitious Materials Containing Mineral Admixtures." *Cem Concr Res* 35:842–49.
- Rato, V. (2006). "Influência da miscroestrutura morfológica no comportamento de argamassas". Tese de Doutoramento em Engenharia Civil, Caparica, FCT-UNL.
- Said-Mansour, et al. (2011). "Influence of calcined kaolin on mortar properties. Construction and Building Materials", 25(5), 2275-2282.
- Shannag, M.J. (2000), "High Strength Concrete Containing Natural Pozzolan and Silica Fume." Cem Concr Comp 22:399–406.
- Toumbakari, E-E. (2002), "Lime-Pozzolan-Cement Grouts and Their Structural Effects on Composite Masonry Walls." *PhD Thesis, Katholieke Universiteit Leuven*.
- Wei-Hsing, H. (1997). "Properties of Cement-Fly Ash Grout Admixed with Ben- Tonite, Silica Fume, or Organic Fiber." Cem Concr Res 27:395–406.

Sítios da Internet

http://www.fhwa.dot.gov/publications/research/infrastructure/pavements/pccp/04150/chapt11.cfm
consultado em 7 de Junho de 2016