



João Alberto Lazarim Cardoso

Licenciado em Ciências de Engenharia Civil

**Efeito conjunto da micro e nano sílica em *grouts*
de cal hidráulica natural**

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

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

Júri:

Presidente: Prof. Doutor Nuno M. C. Guerra

Arguente: Doutor Fernando Jorge Fernandes Jorne

Vogal: Prof. Doutor Luís Gonçalo Correia Baltazar



FACULDADE DE
CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
UNIVERSIDADE NOVA DE LISBOA

outubro 2018

“Copyright” João Alberto Lazarim Cardoso, 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 objetivos educacionais ou de investigação, não comerciais, desde que seja dado crédito ao autor e editor.

Agradecimentos

Quero começar esta lista de agradecimentos por demonstrar uma enorme gratidão ao orientador desta dissertação, o Professor Luís Baltazar, pelo incansável acompanhamento ao longo de todo este trabalho, benéfico quer pelas suas críticas, quer pelos conhecimentos e sugestões que destes advieram. É ainda digna de nota a sua disponibilidade e flexibilidade de horários, para me poder assistir da melhor forma.

Um agradecimento ao Engenheiro Vítor Silva, pelo apoio na realização dos ensaios laboratoriais, e aos departamentos onde estes decorreram, nomeadamente o DEC, o DCM, e o CENIMAT.

Em seguida, devo um agradecimento à minha família, pelo apoio incondicional, a motivação nas horas necessárias, e o acompanhamento constante neste curso e nesta dissertação.

À minha namorada, agradeço também pelo apoio e pela compreensão ao longo do trabalho aqui desenvolvido.

Em homenagem ao meu avô, apaixonado intensamente pela construção, uma inspiração ao longo de todo o curso, e um guia em todas as ocasiões.

Resumo

No presente, a maioria dos centros históricos e urbanos consistem num património de edificação antiga que, por consequente, precisa de cuidados de conservação, e ainda de reabilitação.

Apresenta-se como o problema fulcral, a típica construção em alvenaria de pedra, constituída por panos múltiplos, o que se justifica pelo facto da sua elevada heterogeneidade comportar inúmeros danos na estrutura intrínseca da parede, devido à fraca adesão entre os elementos que a compõe.

A injeção de *grouts*, também denominados de caldas, destaca-se como a técnica mais utilizada como ferramenta de intervenção nos casos previamente descritos, com objetivo último de incrementar a consolidação de alvenarias.

Assim, são promovidas as características mecânicas ao restabelecer a continuidade entre os diferentes planos, uniformizando, como consequência, as tensões aplicadas na parede em questão. Garantem-se, então, os parâmetros tantos de segurança, como de funcionalidade da estrutura.

Na presente dissertação, visa-se a avaliação do efeito conjunto da micro e nano-sílica em *grouts* de cal hidráulica natural, sendo este material escolhido tendo em conta a compatibilidade no que diz respeito às características inerentes no âmbito da física, mecânica e química com os materiais originais das alvenarias antigas, já mencionadas.

Assim, pretende-se obter um entendimento claro sobre a utilização conjunta da micro e nano sílica na presença dum superplastificante, discriminando os seus benefícios e desvantagens, em comparação com o seu uso em separado, destacando as diferenças de eficácia.

Aplica-se ao longo deste trabalho o método de Taguchi, que permite a agilização do processo de avaliação das três variáveis em estudo dos *grouts* em questão, mantendo-se constantes os restantes constituintes. Este método permite admitir na análise um grupo reduzido de composições selecionadas, o que elimina a necessidade utópica no prazo estabelecido para a realização deste estudo de realizar todas as combinações possíveis com as três variáveis como centro.

Foram realizados provetes prismáticos de reduzidas dimensões (20x20x80 mm³) em relação às dimensões standard, devido ao elevado custo de um dos constituintes das misturas, a nano-sílica.

Decorre um ciclo de ensaios no estado fresco, e outro no estado endurecido dos *grouts*.

Concluiu-se que adição de micro e nano-sílica prejudica os parâmetros avaliados no estado fresco, nomeadamente a tensão de cedência e a viscosidade plástica. No entanto, a adição de superplastificante permitiu a melhoria considerável destes parâmetros. Em relação ao estado endurecido, todos os parâmetros avaliados verificaram melhorias com o uso da micro e nano-sílica, exceto a resistência ao ataque por cloretos, na qual a nano-sílica tem um papel notório prejudicial.

Termos chave: *Grouts*, método de Taguchi, micro-sílica nano-sílica, reologia, sonicador, superplastificante em pó, termogravimetria.

Abstract

In the present time, most of the urban and historic centers are made of old edifications and, as a consequence, there is a pressing need to act as far as rehabilitation and conservation concerns.

The main issue is the typical masonry construction composed by multiple leaf structure, that is justified by the fact that its high heterogeneity bears numerous damages in the intrinsic structure of the wall, due to the poor adherence between the elements that form the wall in question.

The injection of *grouts* stands out as the most used technique as an intervention tool for the previously described cases, with the ultimate goal of increasing the stone consolidation.

Thus, the mechanical characteristics of said wall are promoted by restoring the continuity amongst the different leaves of the core, leveling off the tensions applied on the wall. Therefore, the parameters of both security and functionality of the structure are ensured.

The present dissertation aims for the evaluation of the combined effect of the silica's micro and nanoparticles based on natural hydraulic lime, that was chosen based on its compatibility to the materials of the old masonry stone construction, preciously mentioned, physically, mechanically and chemically.

Thus, it's intended to obtain a clear understanding about the combined utilization of both micro and nanoparticles of silica in the presence of a superplasticizer, breaking down its benefits and disadvantages, in comparison to its separated use, highlighting the differences of efficacy.

Along the course of this work, it's applied the Taguchi method, that allows the streamlining of the evaluation process of the three variables under consideration regarding the grouts, keeping constant all the remaining constituents. This method allows the admission of a reduced group of selected compositions in the analysis, which eliminates the utopic necessity of performing this study, on the established time, doing all the possible combinations having the mentioned three variables as center

Samples of reduced dimensions (20x20x80 mm³) with regard to the standard dimensions were made, due to the high cost of one of the components of the blends, the silica nanoparticles.

A cycle of fresh samples trials, and then a cycle of hardened samples trials took place.

It was concluded that the addition of the silica micro and nanoparticles harms the parameters evaluated in the fresh state, namely, the shear stress and the plastic viscosity. However, the addition of superplasticizer allowed the noticeable improvement of this parameters. About the hardened state, all the evaluated parameters ensured improvements with the use of the silica's micro and nanoparticles, except the resistance to the chloride's attacks in which the nanoparticles of silica have a noticeable harmful effect.

Keywords: Grouts, micro-silica nano-silica, rheology, sonicator, superplasticizer dust, Taguchi method, thermogravimetry.

Índice

1	Introdução	1
1.1	Enquadramento.....	1
1.2	Objetivos	1
1.3	Organização da Dissertação.....	2
2	Consolidação de alvenarias antigas e a nanotecnologia.....	3
2.1	Alvenaria de Pedra.....	3
2.1.1	Caracterização e Tipologias.....	4
2.1.2	Comportamento Estrutural	6
2.1.3	Principais Causas de Anomalias.....	6
2.1.4	Materiais Constituintes.....	7
2.1.5	Conservação de Parede de Alvenaria de Pedra.....	12
2.2	<i>Grouts</i> de Injeção para Alvenarias.....	12
2.2.1	Requisitos dos <i>Grouts</i> de Injeção	13
2.2.2	Preparação dos <i>Grouts</i> de Injeção	14
2.2.3	Técnica de Injeção	17
2.3	Reologia	18
2.3.1	Propriedades Reológicas	19
2.3.2	Propriedades Mecânicas do Fluido.....	20
2.3.3	Comportamento de Alguns Fluidos.....	21
2.4	Nanotecnologia	21
2.4.1	Nanopartículas	22
2.4.2	Nano-sílica aplicada à construção	23
3	Métodos e Procedimentos Experimentais.....	25
3.1	Planificação da Campanha Experimental	26
3.2	Materiais.....	26
3.3	Procedimento de Amassadura.....	30
3.3.1	Composição das misturas – Método de Taguchi.....	30
3.3.2	Dispersão da nano-sílica.....	32
3.3.3	Execução das misturas	32
3.3.4	Provetes Prismáticos	35
3.3.5	Condições de Cura	36
3.3.6	Nomenclatura	36
3.4	Ensaio Realizados.....	37
3.4.1	Estado Fresco	37
3.4.1.1	Ensaio de Reologia	37

3.4.2 Estado Endurecido	39
3.4.2.1 Resistência à compressão	39
3.4.2.2 Absorção de água por capilaridade	41
3.4.2.3 Secagem	43
3.4.2.4 Massa Volúmica e porosidade aberta.....	44
3.4.2.6 Resistência ao ataque por cloretos.....	46
3.4.2.7 Termogravimetria	48
4 Apresentação e Discussão dos Resultados Obtidos	51
4.1 Estado Fresco	51
4.2 Estado Endurecido	60
4.2.1 Resistência à Compressão	60
4.2.2 Absorção de água por capilaridade	63
4.2.3 Secagem	65
4.2.4 Massa Volúmica e Porosidade Aberta	68
4.2.5 Resistência aos Cloretos.....	71
4.2.6 Termogravimetria	75
5 Conclusão e Desenvolvimentos Futuros.....	77
5.1 Conclusões Gerais	77
5.2 Desenvolvimentos Futuros.....	79

Índice de Figuras

Figura 2.1 – Secção de parede de alvenaria de pedra (Cardoso, 2015).....	3
Figura 2.2 - Tipos de juntas existentes em paredes (Oliveira, 2010)	4
Figura 2.3 - Tipos de assentamentos em paredes (Oliveira,2010).....	5
Figura 2.4 - Tipos de secção em paredes (Oliveira, 2010).....	5
Figura 2.5 - Origem dos diferentes tipos de ligantes (Gouveia, 2017)	9
Figura 2.6 - Ciclo da Cal Hidráulica (Gouveia, 2017)	10
Figura 2.7 - Repulsão eletroestática (Leaflet, 2008).....	16
Figura 2.8 - Repulsão estérica (Leaflet, 2008).....	17
Figura 2.9 - Repulsão eletro-estérica (Leaflet, 2008)	17
Figura 2.10 – Colocação da tubagem de injeção	18
Figura 2.11 – Execução da injeção do grout	18
Figura 2.12 – Modelo de Placas Paralelas (Piotrowski & Cierniewski, 1982)	20
Figura 2.13 - Modelos “ <i>top-down</i> ” e “ <i>bottom-up</i> ” (Drexler <i>et al.</i> ,1991)	22
Figura 3.1 - Planeamento da campanha experimental.....	26
Figura 3.2 - Cal Hidráulica Natural (NHL 5)	27
Figura 3.3 - Nano-sílica (nanoSiO ₂).	28
Figura 3.4 – Micro-sílica	29
Figura 3.5 - Superplastificante em pó	29
Figura 3.6 – Sonicador.....	32
Figura 3.7 - Balança A (à esquerda) e Balança B (à direita).	33
Figura 3.8 - Mistura em seco	33
Figura 3.9 – Misturadora	34
Figura 3.10 - Realização da mistura	34
Figura 3.11 - Produção do Molde de MDF Hidrófugo.	35
Figura 3.12 – Molde de MDF Hidrófugo.....	35
Figura 3.13 – Descofrante.....	36
Figura 3.14 - Colocação das misturas nos moldes.....	36
Figura 3.15 - Reómetro	38
Figura 3.16 - Provete antes de introduzida a força.....	40
Figura 3.17 - Provete após introduzida a força	40
Figura 3.18 - Provetes após atingirem a rotura	40
Figura 3.19 - Absorção de água por capilaridade.....	42
Figura 3.20 - Pesagem de um provete após absorção de água.....	42
Figura 3.21 - Ensaio de secagem	44

Figura 3.22 - Provetes no exsiccador	45
Figura 3.23 - Introdução de água no exsiccador	46
Figura 3.24 - Pesagem da massa saturada e hidrostática	46
Figura 3.25 – Provetes Submersos em solução de cloreto de sódio	47
Figura 3.26 - Provetes introduzidos na estufa a 100°C	48
Figura 3.27 - Equipamento termogravimétrico NETZSCH 449 F3 Jupiter	48
Figura 3.28 - Trituração manual do provete.....	49
Figura 3.29 - Introdução da amostra no cadinho do equipamento termogravimétrico	49
Figura 4.1 - Curvas de fluxo obtidas para de cada mistura.	51
Figura 4.2 - Ajustamento entre os valores experimentais e o modelo de Bingham.	52
Figura 4.3 - Comportamento reofluidificante do grout: viscosidade aparente vs a taxa de corte	52
Figura 4.4 - Evolução da tensão de cedência com o aumento do nível da dosagem de Nano-sílica.....	53
Figura 4.5 - Evolução da tensão de cedência com o aumento do nível da dosagem de Micro-sílica.....	54
Figura 4.6 - Evolução da tensão de cedência com o aumento do nível da dosagem de superplastificante	54
Figura 4.7 - Peso das variáveis em estudo nos valores da tensão de cedência.....	55
Figura 4.8 - Evolução da viscosidade plastica com o aumento do nível da dosagem de Nano-sílica	56
Figura 4.9 - Evolução da viscosidade plástica com o aumento do nível da dosagem de Micro-sílica	56
Figura 4.10 - Evolução da viscosidade plástica com o aumento do nível da dosagem de Superplastificante.....	57
Figura 4.11 - Peso de cada variável no valores de viscosidade plástica.	57
Figura 4.12 - Evolução da consistência com o aumento do nível da dosagem de Nano-sílica	59
Figura 4.13 - Evolução da consistência com o aumento do nível da dosagem de Micro-sílica	59
Figura 4.14 - Evolução da consistência com o aumento do nível da dosagem de Superplastificante....	60
Figura 4.15 - Evolução da resistência à compressão com o aumento do nível da dosagem de Nano-sílica	61
Figura 4.16 - Evolução da resistência à compressão com o aumento do nível da dosagem de Micro-sílica	61
Figura 4.17 - Evolução da resistência à compressão com o aumento do nível da dosagem de Superplastificante.....	62
Figura 4.18 - Peso das variáveis em estudo nos valores de resistência à compressão.....	62
Figura 4.19 - Absorção de água por capilaridade de cada uma das misturas testadas.....	63
Figura 4.20 - Evolução do coeficiente de capilaridade com o aumento do nível da dosagem de Nano-sílica	64
Figura 4.21 - Evolução do coeficiente de capilaridade com o aumento do nível da dosagem de Micro-sílica	64
Figura 4.22 - Evolução do coeficiente de capilaridade com o aumento do nível da dosagem de Superplastificante.....	65
Figura 4.23 - Peso de cada variável nos valores do coeficiente de capilaridade	65

Figura 4.24 - Evolução do teor de água de cada uma das misturas testadas ao longo do tempo de secagem.....	66
Figura 4.25 - Evolução da taxa de secagem com o aumento do nível da dosagem de Nano-sílica.....	67
Figura 4.26 - Evolução da taxa de secagem com o aumento do nível da dosagem de Micro-sílica	67
Figura 4.27 - Evolução da taxa de secagem com o aumento do nível da dosagem de Superplastificante	68
Figura 4.28 - Evolução da massa volúmica com o aumento do nível da dosagem de Nano-sílica	69
Figura 4.29 - Evolução da porosidade aberta com o aumento do nível da dosagem de Nano-sílica	70
Figura 4.30 - Evolução da massa volúmica com o aumento do nível da dosagem de Sílica.....	70
Figura 4.31 - Evolução da porosidade aberta com o aumento do nível da dosagem de Sílica	70
Figura 4.32 - Evolução da massa volúmica com o aumento do nível da dosagem de Superplastificante	71
Figura 4.33 - Evolução da porosidade aberta com o aumento do nível da dosagem de Superplastificante.....	71
Figura 4.34 - Evolução do nível de degradação com a dosagem de Nano-sílica	73
Figura 4.35 - Evolução do nível de degradação com a dosagem de Micro-sílica	73
Figura 4.36 – Influência de cada variável na resistência aos cloretos	74
Figura 4.37 – Evolução do nível de degradação com a dosagem de Superplastificante	74
Figura 4.38 – Curvas dTG de todas as misturas consideradas.....	75
Figura 4.39 – Evolução da perda de massa com a dosagem de Nano-sílica	76
Figura 4.40 – Evolução da perda de massa com a dosagem de Micro-sílica	76

Índice de Tabelas

Tabela 2.1 Dimensões de partículas.....	23
Tabela 3.1 - Características da Cal Hidráulica Natural (NHL 5) (Sequeira et al, 2007)	27
Tabela 3.2 - Características da nano-sílica	28
Tabela 3.3 - Elementos constituintes da nano-sílica	28
Tabela 3.4 - Características da micro-sílica.....	29
Tabela 3.5 - Características do superplastificante em pó utilizado	30
Tabela 3.6 - Níveis de dosagem dos três componentes utilizados.	30
Tabela 3.7 - Matriz L9 do Método de Taguchi.	31
Tabela 3.8 - Dosagens de misturas ensaiadas.....	31
Tabela 3.9 - Quantidades dos constituintes das misturas.	31
Tabela 3.10 - Nomenclaturas utilizadas no estudo realizado	37
Tabela 4.1 - Quantificação da degradação das misturas	72
Tabela 5.1 – Síntese dos resultados dos ensaios realizados.....	78

Lista de abreviaturas, siglas e símbolos

A- Unidade de área
Ap – Área de aplicação
CENIMAT - Centro de Investigação de Materiais
CSH – Silicatos de cálcio hidratados
DCM- Departamento de Ciências dos Materiais
DEC- Departamento de Engenharia Civil
DTG –Termogravimetria Derivada
EN- Norma Europeia
F- Força Tangencial
FCT- Faculdade de Ciências e Tecnologias
Fp- Força aplicada
h- Altura
IS- Índice de Secagem
LS – Lignosulfonado
M₀- Massa no instante inicial
M_i– Massa num determinado instante
M₁- Massa seca
M₂-Massa Húmida
M₃-Massa Saturada
MDF –Placa de fibra de média densidade
NHL -Cal Hidráulica natural
NP- Norma Portuguesa
PCE- Policarboxilato
S- Área de contacto
SMF- Condensado de melamina-formaldeído sulfonado
SNF- Condensado de naftaleno-formaldeído sulfonado
SP- Superplastificante
TG- Termogravimetria
TS- Taxa de secagem
UNL- Universidade Nova de Lisboa

V- Velocidade

V_{\max} - Velocidade máxima

τ – Tensão de corte

τ_0 – Tensão de cedência

$\dot{\gamma}$ – Taxa de corte

η – Viscosidade plástica

σ – Tensão

t_i - Instante Inicial

t_f - Instante Final

w_i – Teor de água no instante inicial

w_{\max} – Teor de água máximo

1 Introdução

1.1 Enquadramento

“A conservação do património em geral e do património histórico edificado em particular tem merecido uma crescente atenção em Portugal nos últimos anos” (Henriques, 2005). Com isto, surge uma maior exigência no que diz respeito à intervenção nestes edifícios, quer seja em contexto de conservação, quer no âmbito da reabilitação.

A desocupação dos edifícios antigos para posterior ocupação de novas construções tem sido constante no contexto português como tal, com falta de construção nova devido à conjuntura económica vivida recentemente, surge cada vez maior necessidade de recuperar os edifícios antigos e de os tornar funcionais. A execução de obras de recuperação acarreta uma série de regras que devem ser normalmente respeitadas, de forma a manter a autenticidade dos edifícios antigos recuperados.

Existe, portanto, uma atenção redobrada nas técnicas prescritas e no impacto que destas pode surgir no edifício intervencionado bem como naqueles ao seu redor. Os materiais empregues representam muitas vezes a autenticidade da intervenção, contudo, isto não se traduz numa aversão ao estudo de novas simbioses entre materiais que possam ter uma melhor performance conferindo melhor comportamento aos elementos edificados, tendo sempre em mente o respeito pela base utilizada na construção original

A micro-sílica é uma adição utilizada em inúmeros trabalhos, inseridos no contexto dos betões, argamassas e, também, da injeção de grouts. Por outro lado, a nano-sílica só agora começa a ser estudada e utilizada na construção e recuperação de edifícios. O trabalho de Gouveia (2017), elaborado na FCT, é um dos pioneiros nesta temática, incorporando nano-sílica em *grouts* de cal hidráulica natural. O presente trabalho surge na sequência da dissertação referida, incorporando ambas as sílicas, à escala micro e nano, caracterizando o seu efeito no estado fresco e endurecido de grouts de cal hidráulica natural.

1.2 Objetivos

Este estudo pretende contribuir para o desenvolvimento do conhecimento relativo à injeção de grouts em paredes de alvenaria de pedra. Como tal, avalia-se o comportamento e propriedades das misturas realizadas relativamente ao seu estado fresco e endurecido. Estas misturas têm a particularidade de incluir micro-sílica e nano-sílica na sua composição pretendendo-se avaliar o seu efeito conjunto face a todos os parâmetros relevantes na injeção e consolidação de *grouts*.

Os objetivos concretos deste estudo são:

- Avaliação do efeito conjunto da adição de micro e nano sílica nas propriedades no estado fresco e endurecido dos grouts.
- Clarificar a forma contribuição do superplastificante em pó em relação a estudos prévios com superplastificante líquido.
- Avaliar a influência desse superplastificante no estado fresco e de que forma condiciona os parâmetros avaliados no estado endurecido.
- Utilizar o método de Taguchi na agilização do trabalho experimental e consequentemente no tempo estabelecido para o estudo.

1.3 Organização da Dissertação

A presente dissertação encontra-se dividida em cinco partes.

Inicialmente, no capítulo primário, realiza-se um enquadramento geral do tema a abordar, bem como, a descrição dos objetivos do estudo e a estruturação do mesmo.

No segundo capítulo, descreve-se todo o conhecimento sobre o tema a desenvolver, referenciando outros estudos relacionados. Desde a caracterização e tipologia das paredes de alvenaria, descrevem-se os modelos de comportamento dos fluidos, a utilização das nanopartículas noutras áreas e do Método de Taguchi, são alguns dos temas sintetizados.

No terceiro capítulo, apresenta-se a campanha experimental, descrevendo detalhadamente todos os ensaios realizados, bem como, os procedimentos efetuados, materiais e equipamentos utilizados.

O quarto capítulo refere-se à discussão e apresentação de resultados obtidos nos ensaios durante a campanha experimental. Comparam-se também esses resultados com outros obtidos por outros autores.

Por último, o quinto capítulo reserva-se à conclusão obtida no estudo, sugerindo-se estudos futuros.

2 Consolidação de alvenarias antigas e a nanotecnologia

2.1 Alvenaria de Pedra

Alvenaria é um conceito que define a sobreposição de elementos pequenos, unidos ou não entre si, que formam algo maior, ou seja, um determinado elemento sólido.

Durante muitos séculos, durante o desenvolvimento das maiores potências mundiais da antiguidade, a construção foi baseada em elementos de alvenaria de pedra. As grandes civilizações como os Egípcios, os Gregos e os Romanos ergueram grandiosos monumentos de alvenaria de pedra que se perpetuaram até aos dias de hoje. Também os edifícios correntes construídos por este método se encontram em abundância nos centros de grandes cidades antigas. Assim, este tipo de património edificado pode ser facilmente encontrado, por vezes degradado, transportando para os dias de hoje todo o seu valor histórico, económico e cultural.

A grande utilização de alvenaria de pedra nos tempos antigos, já mencionada, é facilmente explicada pela durabilidade e solidez que conferiam às edificações, bem como pelo baixo custo e ainda pela facilidade de acesso a este material. Para além disso, esta era a forma mais simples que se conhecia para construir: sobrepor peças sólidas umas sobre as outras, ligando com argamassa ou não, de forma a criar uma parede vertical. Contudo, as vantagens que outrora tornavam este método expedito e rápido, hoje em dia já não se verificam, pelo menos em parte. Isto é, nos dias que correm, existe um peso económico associado ao uso de alvenaria de pedra essencialmente devido ao custo de transporte deste material, contrariamente ao que acontecia nos tempos antigos (em que o material local era o único utilizado nas construções). Porém, é digno de nota que este aproveitamento dos recursos locais ainda hoje é bem visível, como uma visita ao norte do país comprova com a notória abundância de construções de alvenaria de pedra granítica, alvenaria tipicamente encontrada na Natureza em estado bruto na região.



Figura 2.1 – Secção de parede de alvenaria de pedra (Cardoso, 2015)

2.1.1 Caracterização e Tipologias

As paredes de alvenaria de pedra são extremamente heterogêneas, devido à utilização de diferentes materiais na sua constituição. O material abundante é claramente a pedra, mas no preenchimento do núcleo das paredes são introduzidos entulhos, terra e outros recursos que existissem ao redor da construção. Esta diversificada constituição é uma característica típica desta solução construtiva. As pedras utilizadas, também elas, podem ter diferentes características, tais como, forma e tamanho, regularidade ou irregularidade e até a natureza originária.

As paredes de alvenaria de pedra podem ter diferentes funções numa edificação, mas têm geralmente função resistente. Estas podem ser classificadas de acordo com quatro parâmetros:

- Secção das pedras constituintes;
- Tipo de pedra;
- Forma de assentamento;
- Existência e tipo de argamassa de ligação.

Aquando da observação de uma parede de alvenaria de pedra distinguem-se formas de aparelho diferentes, isto é:

- Parede com juntas desalinhadas (Fig. 2.1a);
- Parede com juntas irregulares alinhadas (Fig. 2.1b);
- Parede com juntas regulares alinhadas (Fig.2.1c).

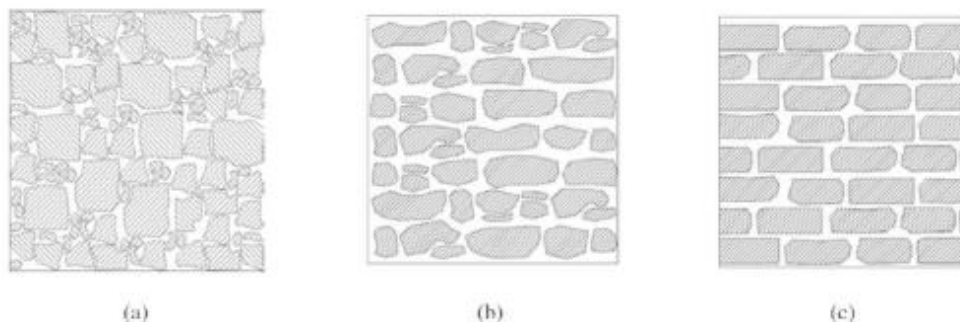


Figura 2.2 - Tipos de juntas existentes em paredes (Oliveira, 2010)

Relativamente ao tipo de pedra utilizada nestas paredes, distinguem-se dois tipos:

- Pedra aparelhada
- Pedra em bruto

Quanto ao tipo de assentamento e das pedras, distinguem-se:

- Assentamento horizontal (Fig.2.2a);

- Assentamento horizontal e vertical (Fig.2.2b);
- Assentamento aleatório (Fig.2.2c);
- Assentamento com fiadas de regularização (Fig.2.2d);
- Assentamento em espinha (Fig.2.2e);
- Assentamento calçado ou cunhado (Fig.2.2f).

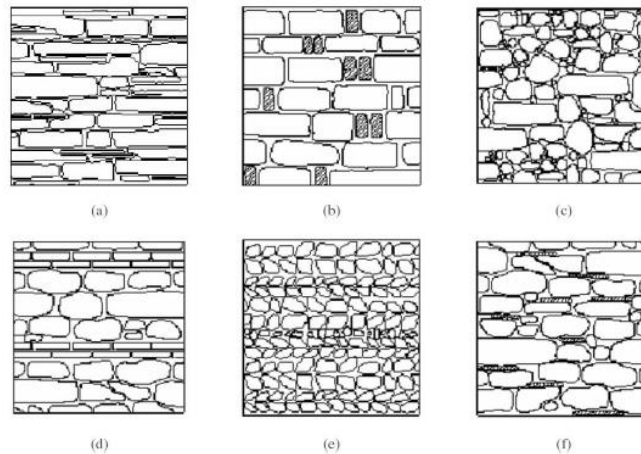


Figura 2.3 - Tipos de assentamentos em paredes (Oliveira,2010)

Para além disso, e no âmbito de uma intervenção com *grouts*, é bastante importante classificar a parede quanto ao tipo de secção. Esta classificação é a que afeta de forma mais substancial a qualidade interventiva da injeção de *grouts*, sendo importante a sua identificação previamente à aplicação da técnica.

- Pano simples (Fig 2.3a);
- Pano duplo sem ligação (Fig 2.3b);
- Pano duplo com ligação (Fig 2.3c);
- Pano triplo (neste, caso o núcleo tem fraca qualidade, muitas vezes encontram-se panos totalmente soltos do que fora outrora uma parede, em (Fig 2.3d).

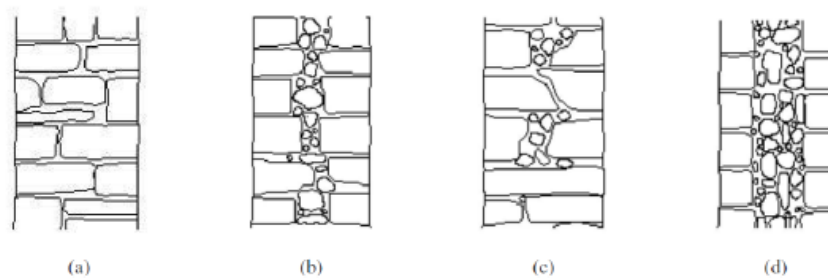


Figura 2.4 - Tipos de secção em paredes (Oliveira, 2010)

As ligações de argamassas, quando existentes, podem ser:

- Argamassa de ligação entre os elementos
- Argamassa de preenchimento de juntas
- Argamassa de acabamento

2.1.2 Comportamento Estrutural

As paredes de alvenaria de pedra são, na sua grande maioria, paredes resistentes dos edifícios que integram. O facto de serem constituídas por pedra confere a este tipo de paredes um elevado peso próprio, conferindo fraca deformabilidade e fraca capacidade resistente face aos esforços horizontais, mas elevada resistência às forças compressivas, podendo esta última ser comprometida devido à sua heterogeneidade, ao envelhecimento dos materiais e exposição a vários agentes prejudiciais, como será abordado adiante. Para além disso, estas apresentam uma grande espessura que permite aguentar grandes cargas verticais que são facilmente distribuídas e transferidas para o solo. Desta forma, podemos atribuir a este tipo de paredes uma boa resistência aos esforços de compressão, uma menor resistência ao corte e uma fraca resistência à flexão e tração. Devendo-se esta última à heterogeneidade referida no título anterior.

2.1.3 Principais Causas de Anomalias

As paredes de alvenarias são correntemente típicas de edificações antigas, como tal, o envelhecimento dos materiais que as constituem e as fragilidades próprias desta solução construtiva são as principais razões do aparecimento de anomalias nas mesmas, segundo Appleton (2003).

As anomalias mais frequentes são a fendilhação, a desagregação dos materiais e o esmagamento. Estas podem ter inúmeras causas, pois estão expostas a vários agentes capazes de gerar essas patologias. De entre eles, o mais comum é a presença de água, seja por infiltrações da chuva, seja por ascensão de água capilar proveniente do terreno. É possível organizar as principais anomalias em paredes de alvenaria antiga em dois grupos, isto é, podem resultar do comportamento estrutural que origina patologias em elementos ou na própria estrutura, ou podem resultar do comportamento do material, que originam patologias localizadas no elemento (Gelmi *et al.*, 1993).

Em relação às anomalias resultantes do comportamento estrutural destacam-se (Valluzzi, 2007):

- A presença do pano interno, em paredes de pano triplo, promove uma fraca ou nula ligação entre os panos externos, desenvolvendo mecanismo de rotura que originam o colapso parcial ou total dos panos externos. Esta anomalia pode ocorrer devido a ações verticais ou horizontais.
- As paredes de alvenaria de pedra apresentam um comportamento pouco dúctil, sendo isto sinónimo de rotura frágil.
- As ligações entre paredes resistentes e pavimentos/cobertura são fracas ou inexistentes. Também as ligações entre paredes resistentes perpendiculares são fracas. Existe, portanto, correntemente uma falta de travamento destas construções.

- Os assentamentos diferenciais são movimentos de fundações comuns em construções com paredes de alvenaria de pedra.
- A ação dos sismos representa um perigo não previsto para este tipo de construção.
- É comum serem encontrados erros de construção devido à antiguidade que estes edifícios sugerem, sendo a falta de normalização ou de necessidade de cumprir a mesma, em tempos, a principal razão para estes erros.
- As faltas de atenção a alguns pormenores técnicos podem gerar anomalias graves, como por exemplo variações dimensionais.

No que diz respeito a anomalias associadas aos materiais destacam-se (Roque,2002):

- A argamassa de juntas é utilizada com o intuito de preencher esses espaços, como tal promove uma fraca ligação e, conseqüentemente, uma fraca resistência à tração e a esforços transversos.
- Como a argamassa tem uma fraca resistência à tração ocorrem mecanismos de tração diagonal quando as paredes são sujeitas a cargas horizontais.
- Em paredes de pano triplo, o pano interno é constituído por materiais de fraca resistência mecânica, como terra e entulho. Como tal, existe uma distribuição de tensões não uniforme. O pano interno deforma empurrando os panos externo, levando ao colapso dos mesmos. Para além deste ponto fraco, no que diz respeito à resistência mecânica, o pano interno é constituído por uma distribuição aleatória de vazios que impulsiona o comportamento complexo e heterogéneo deste tipo de paredes.

2.1.4 Materiais Constituintes

A heterogeneidade das paredes de alvenaria de pedra, como referido anteriormente, é uma das principais características físicas em edificações que empenham esta metodologia. Este facto deve-se, principalmente, à sua constituição baseada em diversos materiais com diferentes resistências e características.

A solução construtiva, isto é, o número de panos que formam a parede, como referido anteriormente, pode ser definida como parede de pano simples, duplo ou triplo. A pedra, que pode ser regular ou irregular, e a argamassa são os dois elos principais da constituição de paredes de alvenaria de pedra, assegurando a resistência e fluidez que as caracteriza. A argamassa desempenha o papel fundamental de ligação entre as pedras sobrepostas, papel esse, mais importante quando são sobrepostos elementos irregulares, garantindo melhor acomodamento e estabilidade na verticalização das pedras. Como se entende, as pedras regulares muitas vezes dispensam argamassa de ligação, pois a sua geometria permite que a

sobreposição seja eficiente no que diz respeito à verticalização e transferência de cargas até ao solo.

- **Argamassa**

Embora a argamassa, em teoria, desempenhe uma função importante em paredes de alvenaria de pedra, na realidade isto não se verifica, pois existe apenas uma parcial existência deste material como elo de ligação. A sua função está, muitas vezes, restrita à colmatação dos espaços entre as pedras, e nem sempre isso acontece.

A mistura da argamassa inclui água, ligante, agregados e, por vezes, adições. Embora nem sempre as suas funções sejam exercidas, as argamassas são aplicadas com um intuito muito claro e discriminado, isto é, existem argamassas de assentamento, argamassas de preenchimento de juntas e argamassas de ligação, quer entre elementos exteriores, quer entre elementos do núcleo e elementos exteriores.

Nas construções de alvenaria de pedra originais, eram, tipicamente, utilizadas argamassas de cal aérea e cal hidráulica. No entanto, com a evolução da indústria cimentícia, o cimento começou a ser utilizado nas argamassas utilizadas em intervenções de reabilitação e conservação de edifícios, o que pode explicar o surgimento de algumas anomalias, devido a uma menor compatibilidade com a pedra que este ligante oferece, segundo Martinez *et al.* (2013).

Embora a fraca utilização nos dias de hoje, a cal aérea apresenta grande compatibilidade com alvenarias antigas, sendo a sua fraqueza a utilização nos cernes das alvenarias, onde o contacto com o dióxido de carbono é fraco, diminuindo a resistência mecânica que a argamassa poderia oferecer. No entanto, o cimento comum apresenta um baixo grau de compatibilidade em relação à alvenaria que se vem a referir, o que leva a cal hidráulica natural (NHL) a ser o ligante contemporâneo mais adequado ao contexto de conservação de paredes de alvenaria de pedra nos dias que correm. Este ligante apresenta propriedades físicas e químicas próximas dos materiais existentes originalmente em alvenarias antigas e, por outro lado, tem melhor resistência mecânica que a cal aérea.

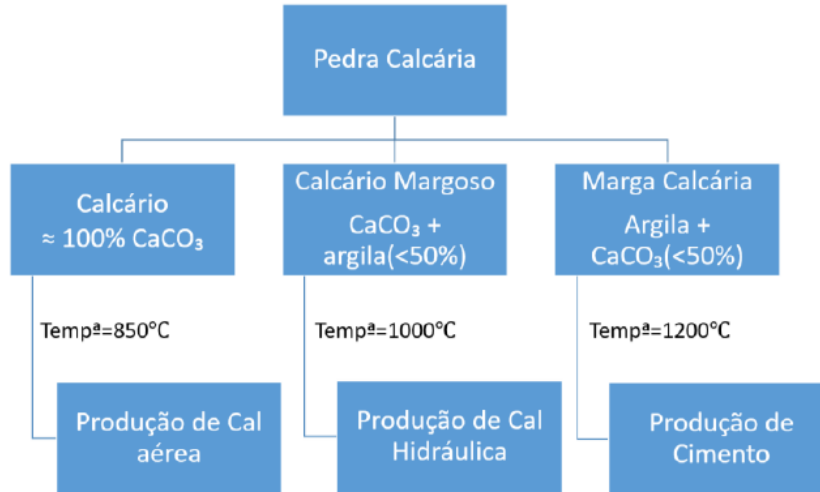


Figura 2.5 - Origem dos diferentes tipos de ligantes (Gouveia, 2017)

Como já abordado, a cal aérea é um ligante pouco utilizado na atualidade, tendo este sido ultrapassado por ligantes com melhores propriedades mecânicas, como é o caso da cal hidráulica.

A cal aérea distingue-se em grupos consoante a sua constituição. Cais gordas são as que maior percentagem de carbonatos contêm (acima dos 99%), enquanto que as cais denominadas magras contêm entre 1% a 5% de argila ou outro constituinte considerado uma impureza. Para além destas, ainda se distinguem cais magnesianas, com um teor de óxido de magnésio superior a 20%. (Veiga & Faria, 1990)

A obtenção de NHL faz-se através de sucessivos processos e transformações que constituem um ciclo em que a pedra calcária é o ponto de partida do mesmo. A pedra calcária ou, quimicamente contextualizando, carbonato de cálcio (CaCO_3) é sujeito a temperaturas entre os 800°C a 900°C , denominando-se este processo por cozedura (2.1), obtendo-se cal viva, ou óxido de cálcio (CaO). Devido à existência de percentagens pequenas de argila na pedra calcária, ocorre a formação de silicatos e aluminatos, que, conseqüentemente, reagem com o óxido de cálcio, originando silicatos de cálcio ($\text{SiO}_2 \cdot 2\text{CaO}$) e aluminatos ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{CaO}$) (2.2 e 2.3). O restante ciclo passa pela extinção da cal viva, mergulhando esta dentro de água (H_2O) obtendo-se cal apagada ou Hidróxido de Cálcio (Ca(OH)_2) (2.4). Esta, após ser utilizada, vai carbonatar, reagindo com o dióxido de carbono, libertando água, e voltando ao ponto de partida, a pedra calcária.

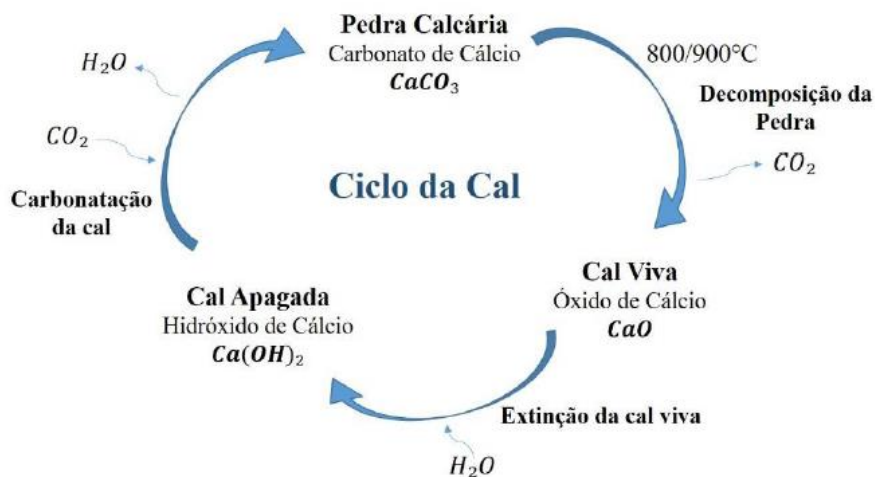
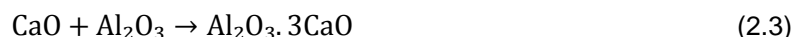


Figura 2.6 - Ciclo da Cal Hidráulica (Gouveia, 2017)

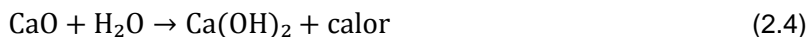
- Cozedura da pedra calcária



- Reação do óxido de cálcio com os silicatos/aluminatos

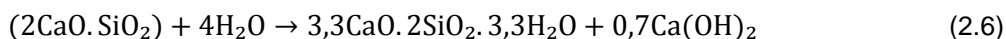


- Extinção da cal viva em água

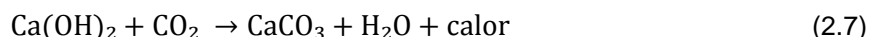


Quando se hidrata a cal hidráulica começam a desenvolver-se reações de presa na mistura de ligante com água. A presa deste ligante percorre inicialmente uma fase hidráulica (2.5 e 2.6) e, de seguida, uma fase de carbonatação (2.7). A primeira fase corresponde à hidratação dos silicatos e aluminatos, enquanto que a segunda fase corresponde à carbonatação devido à presença de dióxido de carbono no ar (presa aérea).

- Fase Hidráulica



- Fase de carbonatação



- **Pedra**

A pedra é o material que confere a solidez e resistência às paredes de alvenaria antigas. As vantagens de utilizar este material, para além da sua natureza extremamente resistente, são a

sua autenticidade e beleza estética, daí a dispensa, por vezes, de qualquer tipo de reboco nestas soluções construtivas. Para além disso, é possível a reutilização da pedra noutras construções.

Existem inúmeros fatores visuais que distinguem a pedra utilizada, como a cor, a textura, e mais evidentemente, a forma e o tamanho. Estes últimos fatores referidos não são apenas visuais, pois têm importância do ponto de vista estrutural, isto é, é facilmente perceptível que uma pedra de grandes dimensões e com contornos retos serve perfeitamente para a definição dos vãos de passagem. Por outro lado, a textura e cor, são fatores característicos do tipo de pedra em questão, que variam consoante a localização e, como tal, para facilitar a mobilização deste material, utilizavam-se nas construções pedras de origem local. Com isto, facilmente distinguimos construções de granito na zona do Minho e Douro, de xisto em Trás-os-Montes e de calcário na zona Centro e Alentejo.

Embora muito resistente, a pedra apresenta degradação ao longo dos anos devido ao ataque dos fatores ambientais, isto é, fatores de erosão natural, como a chuva, devendo-se ainda a características intrínsecas, da própria utilização da construção.

- **Pozolanas**

De acordo com a norma (NP 4220: 2010), as pozolanas são “materiais que, apesar de não terem por si só propriedades aglomerantes hidráulicas, são capazes de se combinar com o hidróxido de cálcio à temperatura ambiente, e, na presença de água, formar compostos semelhantes aos originados na hidratação de constituintes do cimento Portland”. No fundo, as pozolanas surgem com a necessidade de melhorar e desenvolver argamassas de forma a serem mais capazes e mais eficazes. Se existe alguma fraqueza numa determinada argamassa, procura-se adicionar um componente pozolânico que colmate essa fraqueza.

Geralmente, são constituídas por alumínio (Al_2O_3), ferro (Fe_2O_3), silício (SiO_2) e cálcio (CaO) e podem ser divididas em dois grupos, naturais e artificiais. As pozolanas naturais resultam de materiais de origem vulcânica e rochas sedimentares com composição química apropriada, sendo utilizadas há milhares de anos na produção de argamassas. As pozolanas artificiais são produzidas a partir de materiais naturais, como pedras caulinas ou outras argilas, ativados por tratamento térmico, resultantes de subprodutos industriais das centrais termoelétricas, como é o caso das cinzas volantes (Gouveia, 2017).

Com isto, o uso de pozolanas, nas proporções adequadas, contribui para o aumento das propriedades mecânicas e para a melhoria da durabilidade, apresentando um melhor comportamento em relação às argamassas só de cal (Faria et al., 2011). Adiante neste estudo será utilizada micro-sílica que é uma pozolana pouco reativa, promovendo uma hidratação lenta.

2.1.5 Conservação de Parede de Alvenaria de Pedra

A preservação do património cultural e técnico é, inequivocamente, dependente das ações de conservação, quer de edifícios, quer de monumentos. Para além disto, ter como objeto de estudo obras já edificadas permite o surgimento de novas técnicas, bem como o aperfeiçoamento do método previamente existente, tendo por base os conceitos estabelecidos nas cartas de Atenas (1931) e Veneza (1964), nomeadamente os referentes a durabilidade, reversibilidade e compatibilidade. Das mencionadas técnicas novas de procedimento, apresentam-se como exemplos: a consolidação de paredes com a injeção de *grout*, a remoção e seguida reposição dos materiais deteriorados, a reconstrução parcial ou total e a inclusão de armaduras metálicas aplicando pregagens ou pré-esforço.

São as características da parede de alvenaria, mais concretamente dos materiais que a compõe, ditadas pela realização de ensaios e estudos, que determinam o curso de ação a seguir, escolhendo uma técnica em detrimento de outras, tradicionais ou melhoradas.

Ao longo da presente dissertação será aprofundado e desenvolvido o estudo da consolidação de alvenarias através da injeção de *grouts* à base de NHL incorporando micro e nanopartículas de sílica, sendo esta uma técnica cada vez mais corrente e eficaz, após a realização do estudo adequado de caracterização de alvenaria.

A injeção de *grouts* no núcleo de alvenarias de panos múltiplos, tem como último objetivo a melhor consolidação do material de cariz granuloso presente neste mesmo núcleo, permitindo também a formação de novas ligações entre panos, garantindo um incremento da compacidade, homogeneização e resistência mecânica, adotando assim uma estrutura denominada de monolítica.

É imperativa uma análise prévia do aumento da resistência do núcleo interno da parede de alvenaria, para garantir que a sua rigidez é inferior dos planos mais exteriores, para impedir o abrupto colapso devido a uma falha compressiva do enchimento. Assim, anteriormente à injeção do material em questão, a contribuição da resistência do núcleo interno para o somatório final da totalidade da parede de alvenaria terá de ser insignificante, da mesma forma, o incremento da capacidade de resistência após a dita injeção dever-se-á, maioritariamente, à já mencionada consolidação do preenchimento, desta feita, podendo ser a contribuição das camadas externas considerada nula.

2.2 Grouts de Injeção para Alvenarias

A presença ou não de descontinuidades, a largura das mesmas, a porosidade, a capacidade de absorção, todas estas são características inerentes a uma parede de alvenaria, o que torna a

técnica de injeção muito particular e adaptada à parede que no momento se tem como objeto de estudo.

Os *grouts* têm como definição suspensões concentradas de partículas sólidas dispersas num meio envolvente líquido de cariz contínuo. Contudo, tudo o que acrescenta informação a esta definição não é completamente consensual entre autores, pelo que estes abordam esta temática de formas distintas, fazendo variar a sua função antes e depois de aplicados (Baltazar *et al.*, 2013).

Este tipo de injeções como solução cada vez mais eleita preenchem espaços vazios de diferentes tamanhos no núcleo interno, não alternando a morfologia original da parede e dando origem a um elemento monolítico previamente mencionado, consideravelmente mais resistente às cargas aplicadas.

É digno de atenção a particularidade desta técnica de injeção de *grout* de ser irreversível, sendo danosa quando aplicada de forma inadequada. Como tal, é de extrema importância a correta formulação dos *grouts*, sendo o objetivo primário deste estudo testar várias dessas formulações e entender qual a melhor forma para integrar a micro e nano sílica nos *grouts* de cal hidráulica natural.

2.2.1 Requisitos dos *Grouts* de Injeção

A injetibilidade e fluidez dos *grouts* são fatores importantes na aplicação desta técnica, embora representem também uma dificuldade, no que diz respeito ao controlo das suas propriedades de fluxo no decorrer da intervenção. É importante atingir uma fluidez constante que permita decorrer o tempo de injeção sem dificuldades, mas que decresça rapidamente, logo após esse período.

As propriedades reológicas, referidas anteriormente, dependem e variam de acordo com vários fatores para além da própria composição da calda, nomeadamente o rácio água/ligante (a/l), o tipo de superplastificante utilizado, a temperatura ambiente, o tempo de mistura, o tipo de misturador e a sequência de mistura (Baltazar *et al.*, 2012). Dos fatores enumerados é a dosagem de superplastificante e a relação água/ligante que são mais críticos, na medida que pequenas alterações geram resultados bastante distintos na performance do *grout*. A alteração nas dosagens destes dois parâmetros pode levar ao sucesso ou insucesso da injeção, determinando a viscosidade e o fluxo ideal. É ambicionada uma relação água/ligante que permita baixas segregação, viscosidade e tensão de cedência, de forma a obter-se um *grout* ótimo (Baltazar *et al.*, 2013).

Ainda no âmbito das propriedades no estado fresco dos *grouts*, a temperatura é um parâmetro a ter especial cuidado, isto porque pode ocorrer floculação entre partículas, se a temperatura for demasiado alta, mas pode ainda ocorrer uma fraca agitação molecular entre essas, se a temperatura for demasiado baixa, levando, também, à ocorrência de floculação. Com isto,

conclui-se que é absolutamente necessário manter a temperatura dentro de valores em que a floculação não seja extrema, o que impossibilitaria a boa prática de injeção (Bras, et al., 2010).

Note-se ainda, que não é só neste contexto da injeção de *grout* que se deve prender a atenção, pois as propriedades da parede de alvenaria de pedra, na qual se pretende intervir, são também elas impactantes na eficiência desta técnica. Segundo Jorne *et al.*, (2015) e (2016), o tipo de material constituinte do meio poroso e as suas características, tais como a porosidade, as partículas finas e a capacidade de absorção de água por parte destas, pode definir o modo como decorrerá o processo de injeção.

2.2.2 Preparação dos Grouts de Injeção

Até ao decorrer da injeção propriamente dita, existem uma série de procedimentos a respeitar para se obter um *grout* com viscosidade e fluidez certa. Estes procedimentos atendem aos parâmetros que têm forte impacto tanto na formulação dos *grouts*, bem como, nas suas propriedades, quer em estado fresco ou endurecido.

Segundo Baltazar *et al.* (2014), as propriedades reológicas dos *grouts* são fortemente influenciadas pelo tempo de repouso, onde o aumento da viscosidade é linear originando tensões de cedência maiores.

O tempo de repouso é o período anterior à aplicação do *grout*, desde a produção da mistura, que condiciona então a facilidade, ou falta dela, no que diz respeito à injetabilidade do *grout*.

O objetivo principal dos *grouts* é colmatar espaços vazios e descontinuidades existentes em paredes de alvenaria de pedra, promovendo uma melhor coesão e ligação interna, e entre os panos exteriores. Como tal, é imperativa a uniformidade de injeção para que essas falhas de material possam ser todas preenchidas, privilegiando a compacidade do núcleo e permitindo melhor ligação entre os panos exterior e a zona interna. A técnica permite devolver uma certa compacidade e homogeneidade em falta nas paredes intervencionadas, reduzindo a probabilidade e surgimento de patologias, como fissurações, fendilhações, desligamento de material parcial ou total. No fundo a técnica permite devolver o monolitismo estrutural que estaria comprometido.

É estritamente necessário ter em conta a intrusão e irreversibilidade da injeção de *grouts*, e com isto, estudar exaustivamente a constituição das paredes, bem como a dimensão dos vazios, promovendo a aplicação de um *grout* compatível e eficiente. Existem, portanto, procedimentos a seguir sob uma determinada ordem, que segundo Binda *et al.* (1997) são os seguintes: levantamento da secção da parede, recorrendo a técnicas de amostragem, de seguida a caracterização dos tipos de argamassa e natureza dos materiais, preparação de modelos físicos que representem o interior da parede, injeção e inspeção da qualidade dessa injeção

experimental, a elaboração de testes nesse modelos intervencionados, escolha do tipo de ligante , executar testes nos pontos de injeção na parede e, finalizando, com a injeção.

A adição de estabilizadores e superplastificastes surgiu com o desenvolvimento da indústria dedicada à arte de construir, área essa, que a cada dia pede mais desenvolvimentos, principalmente nos materiais de aplicação. Estes constituintes tornaram-se imprescindíveis no contexto da injeção de *grouts*, pois possuem um forte poder anticoagulante e anti segregante, que permite a fluidez constante aquando da injeção, fluidez essa que decresce após esse processo.

- **Micro-sílica**

Das várias adições existentes, a micro-sílica é, de longe, a mais utilizada, por ser extremamente eficaz. A micro-sílica permite a retenção de água durante injeção, facilitando a injetibilidade e a sua estabilidade durante o processo. Segundo Gouveia (2017), as adições permitem aumentar a resistência mecânica dos *grouts* no estado endurecido, bem como melhorar as propriedades reológicas. No entanto, a introdução de adições apenas é benéfica em conjunto com a adição de superplastificante, devido ao aumento da superfície específica que precisa de ser compensado pela anti coagulação deste produto.

- **Rácio Água Ligante**

Na preparação dos *grouts*, o rácio água/ligante influencia diretamente a injetibilidade e viscosidade do grout. Quanto maior for este fator, mais fluida e aquosa é a mistura para injetar e, conseqüentemente, menor é a resistência mecânica no estado endurecido. (Gouveia, 2017). Xu *et al.*(2015) abordam, no seu trabalho, a influência deste fator no tempo de carbonatação, concluindo que a carbonatação demora tanto mais tempo quanto menor for o rácio água/ligante.

- **Superplastificante**

Os superplastificantes (SP) são adições que permitem aumentar a fluidez das argamassas, betões ou *grouts* sem necessidade de se reforçar a dosagem de água. O comportamento dos *grouts* é melhorado, beneficiando também a trabalhabilidade do mesmo. Este produto é geralmente adicionado na fase de amassadura em quantidades bastantes pequenas, mas que tem um efeito notório no aumento de água livre disponível, influenciando prontamente o estado fresco da mistura, e mais tarde influenciando o estado endurecido.

Segundo Vikan (2005), os plastificantes classificam-se de acordo com a sua principal composição e propriedades nos grupos que se seguem.

- Lignosulfonado (LS)
- Condensado de melamina-formaldeído sulfonado (SMF)
- Condensado de naftaleno-formaldeído sulfonado (SNF)
- Policarboxilato (PCE)

O adjuvante referido em primeiro lugar é classificado como plastificante, enquanto que os três que se seguem são superplastificantes.

Os plastificantes são compostos obtido da indústria do papel, apresentando um reduzido custo de produção em relação aos que serão abordados de seguida. Estes produtos permitem uma redução de água entre os 5% e os 10% e a sua composição, em parte de açúcares, privilegiam um efeito retardador de presa.. Por outro lado, os superplastificante oferecem um reduzido efeito de retardador de presa, permitindo a sua utilização em maiores quantidades. Para além disso, permite a redução de água entre os 10% e os 20%, apresentando um efeito fluidificante muito intenso que, contudo, desaparece ao fim de aproximadamente 30 minutos. Destacam-se os produtos policarboxilatos que oferecem uma maior duração do efeito dispersante.

A bipolaridade da água, quando misturada com o ligante, desencadeia, naturalmente, floculação das partículas. Este efeito natural representa uma dificuldade na injeção de *grouts* devido à formação de grumos e misturas pastosas difíceis ou impossíveis de injetar.

Os superplastificante permitem, como referido acima, contrariar este efeito de floculação através de mecanismos de repulsão eletrostática ou estérica (Hommer,2009).

Na repulsão eletrostática, a superfície molecular dos superplastificantes apresenta carga negativa, carga essa que é induzida às partículas de ligante após absorção do adjuvante em questão. Como tal, ocorre uma repulsão eletrostática entre partículas vizinhas, não ocorrendo a formação de grumos com tanta facilidade. Este mecanismo é característico dos superplastificantes à base de naftaleno e melamina.

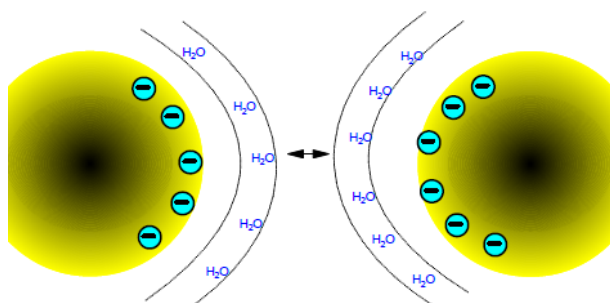


Figura 2.7 - Repulsão eletrostática (Leaflet, 2008)

Os superplastificantes à base de policarboxilato, além do mecanismo anterior, promovem repulsão estérica, na qual uma barreira física é formada por uma estrutura lateral conectada ao cerne do polímero. Neste mecanismo é induzido um forte efeito dispersante devido ao entrelaçar de estruturas entre moléculas vizinhas do polímero, negando a aproximação das partículas de ligante. A dosagem deste tem de ser bem planeada, em conjunto com o rácio água/ligante, pois pode ter um efeito contrário e provocar fenómenos de instabilidade na mistura, bem como segregação estática ou dinâmica, quando mal aplicada (Baltazar *et al.*, 2013).

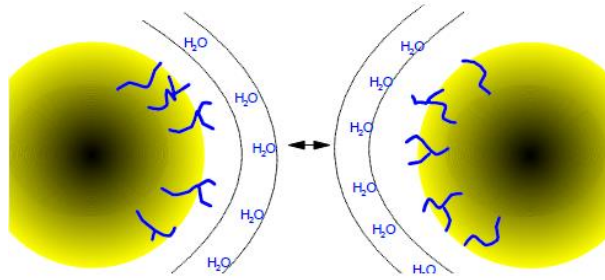


Figura 2.8 - Repulsão estérica (Leaflet, 2008)

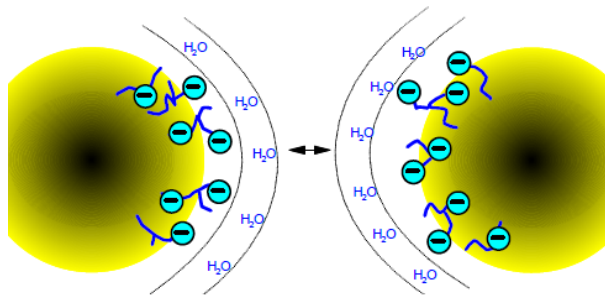


Figura 2.9 - Repulsão eletro-estérica (Leaflet, 2008)

2.2.3 Técnica de Injeção

A injeção de *grouts* pode ser feita com base na força da gravidade, ou sobre pressão com recurso a bombas, dependendo isto das características e do estado da parede de alvenaria a intervir. Os procedimentos que se seguem têm uma ordem específica, com o intuito de otimizar o processo e obter bons resultados.

O primeiro procedimento em executar antes de qualquer produção de *grout* é a avaliação do elemento a intervir no que diz respeito à sua compactidade e ao volume de vazios que o constituem, recorrendo, por exemplo, a ensaios sónicos. Desta forma, é possível prever a quantidade de *grout* necessário, e realizar uma boa formulação do mesmo, o que é extremamente importante, como abordado anteriormente.

Inicialmente, são feitos furos nas juntas de argamassa, onde se introduzem as mangueiras de injeção, que conduzirão o *grout* até ao inteiro da parede (Figura 2.10). Note-se que a injeção é sempre realizada de baixo para cima, e só dessa forma se garante a qualidade da técnica em causa. Estes orifícios são realizados apenas no pano exterior da parede, exceto quando a parede tem espessura muito elevada e existe a necessidade de realizar a injeção nas duas faces, geometricamente realizados em forma de triângulos equiláteros, espaçados em 30 cm e que permitam a introdução das mangueiras, que têm 9 mm de diâmetro interno, de forma pouco folgada. Aquando da injeção, há orifícios que não são utilizados e que servem para acompanhar

a difusão do *grout*, permitindo assim recolher informação sobre a eficácia da intervenção e, também, corrigir caso não esteja a decorrer como previsto (Figura 2.11).



Figura 2.10 – Colocação da tubagem de injeção



Figura 2.11 – Execução da injeção do grout

2.3 Reologia

A ciência que estuda as propriedades físicas de líquidos e sólidos durante o escoamento ou sob deformação tem o nome de reologia. Este termo foi usado pela primeira vez por Reiner e Bingham em 1929 que fundaram uma sociedade americana dedicada a este tipo de estudos.

É importante caracterizar os *grouts* no estado fresco, de forma a conhecer as suas propriedades reológicas, quantificando no geral conceitos como a trabalhabilidade, fluidez e injetibilidade.

Como noções gerais deste conceito, devem-se compreender dois princípios base, o corpo elástico ideal (Hookeano) e o corpo viscoso ideal (Newtoniano).

Um corpo elástico ideal experimenta deformação elástica se sujeito a aplicação de forças externas sem direção definida ou anisotrópica. Assim que as forças exteriores deixarem de ser exercidas, ocorre reposição total da forma inicial, devido à acumulação da energia de deformação.

O modelo mecânico, do corpo referido anteriormente, é representado por uma mola (Barnes, 2000). No corpo viscoso ideal a deformação devida à aplicação de forças externas anisotrópicas é irreversível, pois a energia não é acumulada, mas sim transformada. O modelo mecânico, do corpo referido anteriormente, é representado por um amortecedor (Barnes, 2000).

Relativamente ao tipo de escoamento, é conhecido que ocorrem movimentos intrínsecos entre pontos adjacentes do corpo. Como tal, distinguem-se dois tipos de escoamento, o escoamento extensional e o escoamento por corte. No escoamento extensional os elementos adjacentes do fluido aproximam-se ou afastam-se uns dos outros. Por outro lado, no escoamento por corte os elementos do líquido escoam sobre ou através uns dos outros.

2.3.1 Propriedades Reológicas

O modelo de placas paralelas é um modelo que permite demonstrar as propriedades reológicas dos fluidos de forma menos complexa, comparativamente a muitos outros modelos existentes. Neste, consideram-se duas placas com determinadas superfícies de área A (m^2) e espaço entre elas h (m). Esse espaço é ocupado por um fluido (l) do qual se ambiciona conhecer as propriedades reológicas. A placa superior move-se por uma força F ($N = kg/s^2$) com determinada velocidade V (m/s), enquanto que a placa inferior fica imobilizada. Após ser aplicado o movimento na placa superior, começam-se a formar camadas finas do fluido em altura, que acompanham o movimento da placa. Este escoamento denominado laminar, é importante nos estudos reológicos, isto porque, um escoamento turbulento iria aumentar a resistência ao escoamento, resultando em falsas propriedades reológicas (Piotrowski & Cierniewski, 1982).

Para se compreender, de forma clara, o que ocorre entre placas, pode imaginar-se o derramamento de óleo sobre uma superfície inclinada. A primeira camada adere à superfície, enquanto as seguintes, deslizam sobre ela em camadas estratificadas. A facilidade com que o fazem depende da resistência ao movimento na interface das várias camadas, onde ocorrem tensões de corte. Em função do gradiente de velocidade, é possível quantificar essa tensão de corte. Para além disto, a velocidade de cada camada aumenta de forma linear em relação à camada anterior, constatando-se que as camadas afastadas a uma distância duas vezes superior se movimentam com duas vezes a velocidade da camada imediatamente acima. O gradiente de velocidades na direção perpendicular ao plano de escoamento é a chamada taxa de corte; e a força por unidade de área, a criar ou a produzir escoamento, é a chamada tensão de corte (Barnes, 2000).

2.3.2 Propriedades Mecânicas do Fluido

- **Tensão de corte**

Uma dada força F a atuar sobre uma superfície A , faz com que o fluido, entre duas placas (Figura 2.12), seja afetado de um movimento controlado pelas forças internas do material, como descrito na equação 2.8 (Piotrowski & Cierniewski, 1982).

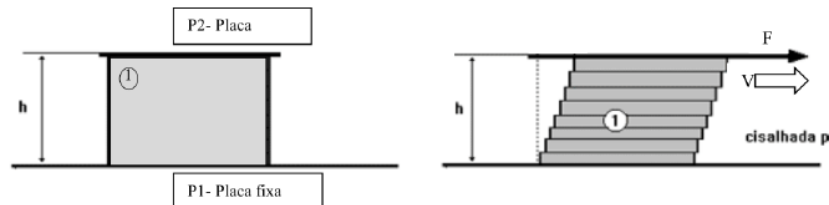


Figura 2.12 – Modelo de Placas Paralelas (Piotrowski & Cierniewski, 1982)

$$\tau = \frac{\text{Força } (F)}{\text{Área } (A)} \text{ [Pa]} \quad (2.8)$$

- **Taxa de corte**

Ao ser aplicada uma força idêntica à do ponto anterior, com uma intensidade suficiente para que se gere um escoamento de corte laminar entre duas placas, a lâmina de fluido mover-se-á à velocidade máxima, $V_{\text{máx}}$ (2.9). Devido ao repouso da placa inferior, também a primeira camada de fluido se mantém estática. O gradiente criado faz com que o diferencial de velocidade entre camadas adjacentes, de igual espessura, seja constante (Piotrowski & Cierniewski, 1982).

$$\dot{\gamma} = \frac{\text{Velocidade } (V)}{\text{Distância } (h)} \text{ [s}^{-1}\text{]} \quad (2.9)$$

- **Viscosidade aparente**

É uma propriedade reológica que permite medir a resistência dos corpos ao escoamento. Deve-se ao atrito interno, entre partículas (Barnes, 2000).

$$\eta = \frac{\text{Tensão de Corte } (\tau)}{\text{Taxa de Corte } (\dot{\gamma})} \text{ [Pa.s]} \quad (2.10)$$

- **Tensão de cedência**

É uma tensão limite de escoamento (T_0) que representa a tensão necessária a exercer para que o escoamento se inicie.

2.3.3 Comportamento de Alguns Fluidos

Apresentam-se agora a denominação de alguns fluidos, as suas características e o comportamento que os caracterizam. Na Figura 2.9, encontra-se esquematizada a classificação de tipos de fluidos.

Fluidos Newtonianos são aqueles que apresentam um comportamento linear com uma proporcionalidade direta entre deformação e tensão. Comparativamente aos sólidos onde Hooke apresenta o conceito de comportamento elástico, Newton apresenta para líquidos o comportamento viscoso. A análise a um gráfico taxa de corte/ tensão de corte, deste tipo de fluidos idealmente viscosos (ex: água), mostra uma reta que passa na origem, em que existe a já referida proporcionalidade entre os dois conceitos, demonstrando-se pela equação 2.11.

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} [Pa.s] \quad (2.11)$$

No entanto, a maioria dos fluidos apresentam um comportamento reológico não linear, designando-se estes por fluidos não-Newtonianos. Nestes casos, ainda se podem distinguir aqueles em que a viscosidade decresce quando se introduz um gradiente de velocidades, como fluidos com comportamento reofluidificante (pseudoplástico) de outros em que a viscosidade aumenta com o incremento de uma dada tensão de corte aplicada, como fluidos reoessantes (dilatantes).

Quando um fluido apresenta o comportamento reofluidificante ou reoessante juntamente com uma tensão de cedência, designa-se por viscoplástico. Sendo assim, o comportamento reológico pode ser avaliado através do conceito tensão de cedência e do conceito viscosidade.

Ainda no âmbito de fluidos não-Newtonianos, é comum distinguir os fluidos em que as propriedades de escoamento dependem da taxa de corte e o tempo durante o qual a tensão de corte é aplicada. Os fluidos tixotrópicos são caracterizados pelo decréscimo da viscosidade sobre uma taxa de corte e a recuperação da sua estrutura inicial, quando a tensão é removida, embora a recuperação mencionada não ser instantânea, existindo o fenómeno denominado histerese. É neste grupo que normalmente se associam os *grouts*.

2.4 Nanotecnologia

A nanotecnologia baseia-se na manipulação de matéria a uma escala extremamente pequena, permitindo intervir a um nível molecular e atómico (Sanchez & Sobolev, 2010).

Este ramo da tecnologia foi introduzido pelo prêmio nobel Richard Feynman em 1959, e desde então, surgiram importantes desenvolvimentos tecnológicos em diferentes áreas, incluindo na área da construção, que se resume à utilização de nano materiais ou nanopartículas.

A nanotecnologia pode ser abordada de duas formas: “*top-down*” e “*bottom-up*” (Fig 2.13). A primeira defende que ocorre uma redução em estruturas de uma escala maior para a nano escala, mantendo as propriedades originais do material. Na segunda abordagem, também denominada nanotecnologia molecular, os materiais são obtidos de átomos e componentes moleculares (Drexler *et al.*,1991).

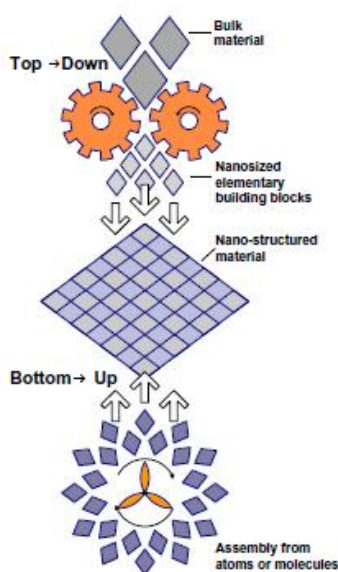


Figura 2.13 - Modelos “*top-down*” e “*bottom-up*” (Drexler *et al.*,1991)

2.4.1 Nanopartículas

Como referido anteriormente, as nanopartículas têm enorme potencial na área da construção, principalmente no que diz respeito à otimização das propriedades físicas e químicas dos materiais utilizados em técnicas de construção nova e de conservação. Para além do seu impacto na eficácia de aplicação de determinados materiais, melhorando a sua durabilidade e resistência, a utilização de nanopartículas acarreta uma potencial redução da pegada energética e poluição ambiental (Santos & Madhavi, 2015). O betão é um exemplo de um material vastamente utilizado na área da construção, e adição de nano-sílica no mesmo tem provado ser um bom estímulo no que diz respeito ao controlo do seu envelhecimento.

As nanopartículas têm uma dimensão entre 1-150 nm ($1 \text{ nm} = 10^{-9} \text{ m}$) e, como tal, podem apresentar propriedades físicas muito diferentes dos materiais micro (10^{-6} m) ou macro (10^{-3}), sendo necessário recorrer a técnicas avançadas de imagem para o estudo do comportamento do material (Gouveia, 2017). Para além disto, Ofori (2007) definiu uma escala capaz de comparar

a dimensão das partículas em relação a elementos de escala, para permitir uma melhor percepção na abordagem de nano materiais.

Tabela 2.1 Dimensões de partículas

Escala (m)	Tópicos
10^{-12}	Mecânica Quântica
10^{-9}	Dinâmica Molecular Nano-mecânica Biologia Molecular Biofísica
10^{-5}	Elasticidade Plasticidade
10^{-3}	Mecânica dos Materiais
10^0	Análise Estrutural

2.4.2 Nano-sílica aplicada à construção

A nano-sílica (nanoSiO_2) é, entre muitos outros utilizados, o material que demonstrou maior potencial na otimização das propriedades das misturas de argamassas, betões e *grouts*.

O efeito de retração de uma mistura de cimento é reduzido porque a nano-sílica absorve ou reage com iões de cálcio que dissolve para formar locais de nucleação CSH, que, por sua vez, originam o processo de hidratação, acelerando a hidratação do cimento. A nano-sílica permite também um preenchimento melhor dos vazios entre as partículas do ligante (cimento ou cal), e os poros capilares no estado endurecido.

Concluindo esta análise de vantagens, o uso de nano-sílica permite uma densificação da estrutura dos materiais devida à reação pozolânica com hidróxido de cálcio que origina a produção de CSH que reduz o tamanho e quantidade deste hidróxido (Gouveia, 2017).

Em relação a estudos com utilização de nano-sílica aplicada a misturas de NHL, a informação é escassa, sendo o trabalho de Gouveia (2017) um dos pioneiros nessa área. Para além disto, a utilização desta tecnologia na área da construção demorou mais tempo até ser implementada do que noutras indústrias e Olar (2011) aponta como causas para este facto a falta de conhecimento do comportamento deste material, a pouca oferta de nano produtos para investigação, a falta de informação técnica e detalhada sobre a sua composição e o elevado custo envolvido na produção. De seguida apresentam-se algumas utilizações possíveis para vários tipos de nanopartículas, muitas delas aplicadas à construção.

- Nanotubos de carbono: utilizados em tratamento de superfícies devido às propriedades elétricas únicas. (Gouveia,2017)
- Nanopartículas de Dióxido de Titânio (nanoTiO_2): utilizadas como adições em argamassas, betões, tintas, plásticos e cerâmica. É um material hidrófilo com capacidade fotocatalítica. (Gouveia, 2017)

- Nanopartículas de Óxido de Zinco (nanoZnO): têm um vasto leque de utilização, nomeadamente, plásticos, cerâmica, vidro, cimento, borracha, tintas, adesivos, selantes, pigmentos e retardadores de fogo. (Olar, 2011)
- Nanopartículas de Prata (nanoAg): utilizadas para o revestimento de superfícies. Permitem a inibição do crescimento de fungos e bactérias, bem como alguns tipos de vírus. (Gouveia, 2017)
- Nanopartículas de Óxido de Alumínio (nano Al₂O₃): permitem a substituição de cimento na produção de betões. Quanto maior área superficial, maior a taxa de reação pozolânica. (Nazari *et al.*2010)

No seu trabalho, Gouveia (2017) apresenta argumentos válidos acerca da influência da nano-sílica nas propriedades frescas e endurecidas em *grouts* de cal hidráulica natural. Segundo o seu estudo, a adição de nanopartículas de sílica promove a alteração da viscosidade e tensão de cedência de forma, por vezes, negativa. No entanto, uma boa formulação da mistura com aplicação de superplastificante origina *grouts* eficientes e fáceis de aplicar. Em relação ao estado endurecido, a introdução de nano-sílica nas misturas de *grouts* de cal hidráulica natural promove uma menor porosidade aberta e, conseqüentemente, maior resistência ao ataque de cloretos. Esta promove também resistências mecânicas maiores devido à cristalização adicional que este nano-material oferece.

3 Métodos e Procedimentos Experimentais

Neste capítulo descreve-se, de forma detalhada, todos os procedimentos executados durante a campanha prática e caracterizam-se todos os materiais e equipamentos utilizados com o devido rigor exigido neste tipo de estudos.

A campanha prática experimental do estudo realizado desenvolveu-se, grande parte do tempo, nos laboratórios do Departamento de Engenharia Civil (DEC), excluindo os ensaios de reologia e uma das etapas da mistura denominada sonicação, realizados no Departamento de Ciências dos Materiais (DCM) e no CENIMAT, tudo isto na Faculdade de Ciências e Tecnologias da Universidade Nova de Lisboa (FCT-UNL).

Os ensaios em laboratório revelam neste estudo toda a sua importância no que diz respeito à caracterização das propriedades físicas dos *grouts* no estado fresco e no estado endurecido. Para além de existirem inúmeros ensaios normalizados relacionados com a injeção de *grouts*, nesta dissertação foram selecionados aqueles em que o efeito conjunto da micro e nano sílica teriam impacto direto e notório, baseado em estudos prévios. Como tal, realizaram-se ensaios de caracterização reológica aquando da elaboração das misturas, antes da colocação em moldes prismáticos. Decorridos 21 dias, iniciaram-se testes mecânicos, físicos e de durabilidade, determinando a capacidade resistente das misturas, a sua capacidade de absorção e secagem de água e a resistência ao ataque por cloretos, entre outros.

Em suma, a campanha experimental decorreu sob duas abordagens, inicialmente avaliaram-se propriedades do estado fresco com os testes reológicos, e mais adiante caracterizou-se o estado endurecido com os seguintes ensaios: ensaio de compressão; absorção de água por capilaridade; ensaio de secagem; porosidade aberta; massa volúmica; resistência ao ataque por cloretos e, por último, ensaio termogravimétrico.

No processo de formulação das misturas, recorreu-se ao método matemático e probabilístico de Taguchi com o intuito de otimizar este processo, reduzindo a quantidade de misturas para um número de misturas selecionadas pelo método mencionado, que estão entre as misturas denominadas otimizadas. Esta ferramenta foi utilizada para cumprir o tempo previsto de realização da dissertação, mantendo, contudo, a qualidade científica da mesma, não pondo de parte qualquer hipótese de mistura que fosse melhor do que as que foram realizadas. A necessidade de utilização deste método surge pelo facto de o estudo envolver 5 constituintes de mistura: a NHL; a água; superplastificante em pó; micro-sílica e nano-sílica, em que os dois primeiros são fatores fixos e os restantes variáveis. A realização de todas as misturas possíveis impossibilitaria a realização deste estudo dentro do prazo previsto.

Com isto, foram selecionadas, através do método, 9 misturas, desde concentrações nulas de micro e nano sílica até concentrações elevadas, realizando 7 provetes prismáticos com 20x20x80 mm³ para cada uma delas. As misturas serão descritas mais adiante neste trabalho.

3.1 Planificação da Campanha Experimental

Os ensaios em laboratório que serão descritos e analisados neste estudo, decorreram entre março e julho de 2018. Em março, aquando da realização das 9 misturas diferentes, foram realizados os ensaios reológicos, imediatamente antes da colocação das pastas em moldes prismáticos.

Passados 7 dias de cura, os moldes foram desmontados, removidos os provetes prismáticos e colocados numa sala acondicionada com as condições de cura apropriadas, neste caso, temperatura a 20 ± 2 °C e humidade relativa de $65 \pm 5\%$. Ao fim de 21 dias de cura foram então realizados os ensaios mecânicos, físicos e de durabilidade. O último ensaio a ser realizado foi o ensaio gravimétrico os fragmentos dos provetes destruídos no ensaio de compressão, em julho.

É importante referir que o ensaio de flexão não foi realizado pelo facto dos provetes de 2 das 9 misturas se apresentarem divididos em 2 metades, devido ao fenómeno de retração, impossibilitando a realização do mesmo. Não se realizou o ensaio nas restantes 7 misturas com o intuito de preservar, neste estudo, a capacidade de comparar resultados entre todas as 9 misturas.

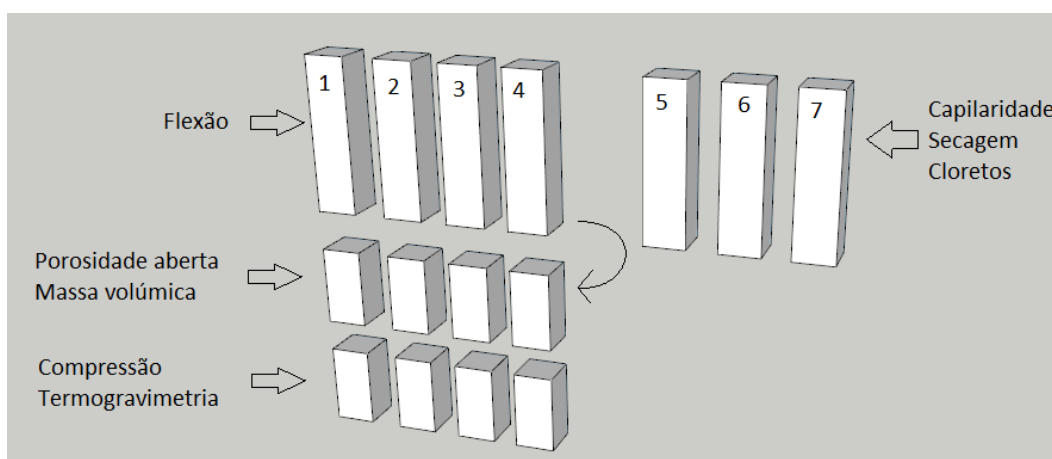


Figura 3.1 - Planeamento da campanha experimental

3.2 Materiais

- **Cal Hidráulica Natural**

O ligante utilizado no estudo do comportamento dos *grouts* com micro e nano sílica, na presente dissertação de mestrado, foi a cal hidráulica natural (NHL 5), dos lotes de produção da Secil (Figura 3.2). Este ligante cumpre os requisitos da Norma Europeia EN 459-1 2011 e encontram-se descritas na Tabela 3.1 as suas características, de acordo com o fornecedor em questão.



Figura 3.2 - Cal Hidráulica Natural (NHL 5)

Tabela 3.1 - Características da Cal Hidráulica Natural (NHL 5) (Sequeira et al, 2007)

Requisitos		Valores	
Químicos	Cal Livre	$\geq 3\%$	
	Sulfatos	$\leq 3\%$	
Resistências Mecânicas	Compressão 7 dias	$\geq 2 \text{ MPa}$	
	Compressão 28 dias	$\geq 5 \text{ MPa e } \leq 15 \text{ MPa}$	
Físicos	Finura (%)	900	$\leq 15 \mu\text{m}$
		200	$\leq 5 \mu\text{m}$
	Água Livre	$\leq 2\%$	
	Expansibilidade	$\leq 2 \text{ mm}$	
	Penetração	$\leq 30 \text{ mm}$	
	Teor água	$\leq 4\%$	
	Tempo de Presa	Início	$> 1 \text{ h}$
		Fim	$< 15 \text{ h}$
	Superfície Específica de Blaine		$9400 \text{ cm}^2/\text{g}$

- **Nano-sílica**

A nano-sílica (nanoSiO_2) utilizada neste estudo (Figura 3.3) foi produzida pela instituição *US Research Nanomaterials, Inc.*

Na Tabela 3.2 são apresentadas as características deste nano material, de acordo com o fornecedor. Apresenta-se também uma segunda tabela, Tabela 3.3, na qual se descrevem os elementos constituintes da nano-sílica.

Tabela 3.2 - Características da nano-sílica

Características	Valores
Cor	Branco
Dimensão	20-30 nm
Volume	130-600 m ² /g
Densidade aparente	<0,10 g/cm ³
Densidade	2,4 g/cm ³

Tabela 3.3 - Elementos constituintes da nano-sílica

Elementos	Valores
SiO ₂	96,3 wt%
KH550	3-4wt%
Ti	<120ppm
Ca	<20ppm
Na	<50ppm
Fe	<200ppm

Com o intuito de esclarecimento, o KH550 representa um revestimento exterior das nanopartículas que tem capacidade hidrofugante, contribuindo para a dispersão do nano material, e assim evitando a formação de aglomerados de partículas.



Figura 3.3 - Nano-sílica (nanoSiO₂).

- **Micro-sílica**

Neste trabalho utilizou-se micro-sílica produzida pela Mapei, que denomina este material como Mapeplast SF (Figura 3.4). Na Tabela 3.4 apresentam-se alguns dados técnicos de acordo com o fornecedor.

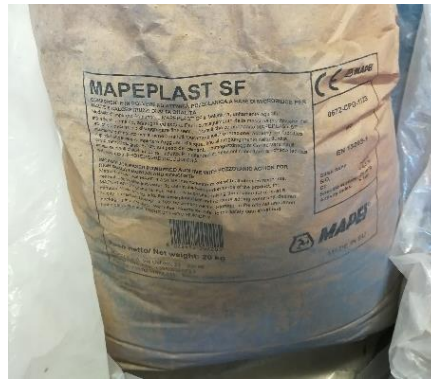


Figura 3.4 – Micro-sílica

Tabela 3.4 - Características da micro-sílica

Características	Valores
Cor	Cinzento
Consistência	Pó
Massa Volúmica	600 Kg/m ³
Ação principal	Pozolânica
Ação secundária	Filler
Sólidos secos	100%

- **Superplastificante**

O superplastificante utilizado neste estudo foi o ViscoCrete-225 produzido pela Sika, tem por base o policarboxilato, tendo a particularidade de ser em pó (Figura 3.5). O facto de ser em pó altera ligeiramente o processo de mistura desenvolvido no âmbito de outros trabalhos com grouts de injeção (Baltazar et al. 2012), sendo introduzido na fase seca da mistura e não na fase húmida. Na Tabela 3.5 apresentam-se algumas características de acordo com o fornecedor.



Figura 3.5 - Superplastificante em pó

Tabela 3.5 - Características do superplastificante em pó utilizado

Características	Valores
Cor	Branco
Consistência	Pó
Massa Volúmica	0.1 g/cm ³
Dosagem	0.05%- 0.5 %

3.3 Procedimento de Amassadura

3.3.1 Composição das misturas – Método de Taguchi

Na realização deste estudo, as composições das misturas dos *grouts* foram definidas tendo por base o método de Taguchi. Como explicado anteriormente, este método permitiu a realização do estudo sem colocar em risco o cumprimento do prazo estipulado para o mesmo, reduzindo o número de misturas a serem estudadas, para uma gama menor em que só são incluídas as misturas denominadas misturas selecionadas. Para além disso, o método, através do software QT4, permite uma análise avançada e rigorosa do comportamento dos *grouts* considerando a variação de 3 constituintes da mistura ao mesmo tempo.

Os constituintes das misturas de *grouts* estudados foram: a NHL5, a água, a nano-sílica (nanoSiO₂), a micro-sílica (SiO₂) e superplastificante em pó. A dosagem de ligante, isto é, da cal hidráulica natural, foi mantida em todas as misturas, bem como o rácio água/ligante (a/l), que foi mantido a 0,5, tendo por base estudos prévios sobre este assunto. Em relação às três componentes variáveis foram definidos três níveis de dosagem, com base em testes laboratoriais prévios à campanha experimental que se apresentam na Tabela 3.6. A definição dos fatores e os níveis que se pretendem é o primeiro passo a tomar segundo a abordagem de Taguchi.

Tabela 3.6 - Níveis de dosagem dos três componentes utilizados.

Fator	Nível		
	1	2	3
Nano-sílica (%)	0	0,5	1
Micro-sílica (%)	0	5	10
Superplastificante (%)	0,1	0,25	0,35

Estes três componentes variaram seguindo uma matriz L9 (Tabela 3.7), ficando assim definidas as dosagens variáveis dos constituintes de cada uma das nove misturas, como se pode perceber pela Tabela 3.8 (Roy,2001).

Tabela 3.7 - Matriz L9 do Método de Taguchi.

Matriz L9 - Níveis			
Mistura I	1	1	1
Mistura II	1	2	2
Mistura III	1	3	3
Mistura IV	2	1	2
Mistura V	2	2	3
Mistura VI	2	3	1
Mistura VII	3	1	3
Mistura VIII	3	2	1
Mistura IX	3	3	2

Tabela 3.8 - Dosagens de misturas ensaiadas.

	Nano-sílica (%)	Micro-sílica (%)	Superplastificante (%)
Mistura I	0	0	0,1
Mistura II	0	5	0,25
Mistura III	0	10	0,35
Mistura IV	0,5	0	0,25
Mistura V	0,5	5	0,35
Mistura VI	0,5	10	0,1
Mistura VII	1	0	0,35
Mistura VIII	1	5	0,1
Mistura IX	1	10	0,25

Assim sendo, as dosagens de cada mistura ficam totalmente definidas, relacionando as percentagens obtidas anteriormente com a quantidade estipulada de ligante, para ser possível produzir sete provetes de cada mistura, cumprindo a planificação da campanha experimental. As quantidades em questão podem ser consultadas Tabela 3.9 (Roy,2001).

Tabela 3.9 - Quantidades dos constituintes das misturas.

	NHL (g)	Água		Nano-SiO ₂		SiO ₂		Superplastificante	
		%	g	%	g	%	g	%	g
Mistura I	541,00	50%	270,5	0%	0	0%	0	0,10%	0,54
Mistura II	541,00	50%	270,5	0%	0	5%	27,05	0,25%	1,35
Mistura III	541,00	50%	270,5	0%	0	10%	54,10	0,35%	1,89
Mistura IV	541,00	50%	270,5	0,5%	2,71	0%	0	0,25%	1,35
Mistura V	541,00	50%	270,5	0,5%	2,71	5%	27,05	0,35%	1,89
Mistura VI	541,00	50%	270,5	0,5%	2,71	10%	54,10	0,10%	0,54
Mistura VII	541,00	50%	270,5	1%	5,41	0%	0	0,35%	1,89
Mistura VIII	541,00	50%	270,5	1%	5,41	5%	27,05	0,10%	0,54
Mistura IX	541,00	50%	270,5	1%	5,41	10%	54,10	0,25%	1,35

3.3.2 Dispersão da nano-sílica

A atração molecular elevada e a fácil aglomeração de partículas são comportamentos evidentes das nanopartículas de sílica em fluidos que originam soluções heterogéneas. Como tal, recorreu-se a um equipamento de mistura ultrassónica (figura 3.6) com o objetivo de dispersar a nano-sílica de forma eficaz. Este processo decorreu no Departamento de Materiais da Faculdade de Ciências e Tecnologias da Universidade Nova de Lisboa, onde se pode encontrar este equipamento.

A nano-sílica foi transportada dentro de um recipiente com água onde era introduzida uma agulha de vibração constituinte do aparelho. É de referir que todos os cuidados foram mantidos para evitar o sobreaquecimento do recipiente, utilizando uma base de cortiça e um segundo recipiente com água. Após ligar o aparelho, aguardaram-se 10 minutos enquanto a sonicação decorria, transportando, de seguida, a nano-sílica já dispersa para os laboratórios do DEC, onde decorreu o restante processo de mistura.



Figura 3.6 – Sonicador

3.3.3 Execução das misturas

As misturas selecionadas passaram por um processo de amassadura extremamente semelhante, garantindo que não se introduziam mais variáveis no estudo. Como referido anteriormente, o tempo de mistura, a temperatura e humidade do ambiente e, até mesmo, a forma utilizada neste processo, entre outras, são variáveis que alteram as propriedades físicas do *grout*, bem como a eficácia da intervenção.

A pesagem da cal hidráulica e da totalidade da água foram as primeiras tarefas cumpridas com o auxílio da “balança A” (Figura 3.7), que permite pesagens até à decígrama, e de uma proveta no caso da água. De seguida, utilizou-se a “balança B” (Figura 3.7) devido à necessidade de

maior precisão na pesagem, tendo em conta que esta permite a pesagem de miligramas, de pequenas dosagens de micro-sílica, mas principalmente, de nano-sílica e de superplastificante.

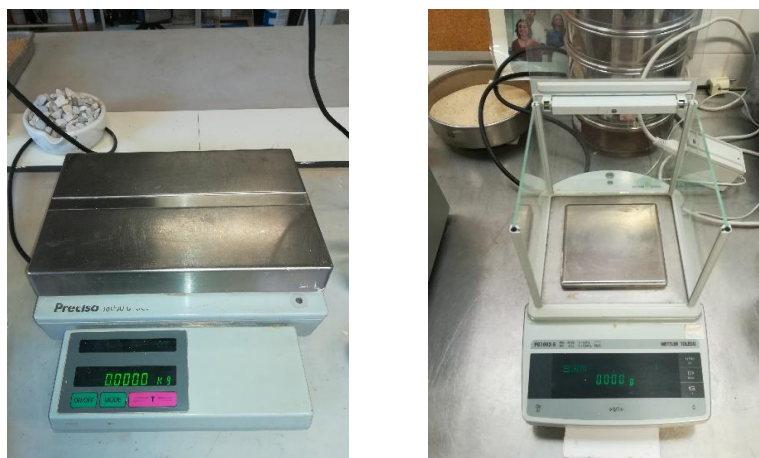


Figura 3.7 - Balança A (à esquerda) e Balança B (à direita).

Nesta fase, com tudo pesado com o máximo rigor possível, existiam condições para iniciar a mistura. No entanto, foi necessário utilizar um método de dispersão alternativo para a nano-sílica devido ao seu reduzido tamanho e elevada atração molecular, como explicado anteriormente. Sendo assim, retirou-se 50% de água do provete para um recipiente menor onde se juntaram as nanopartículas a serem dispersas. Após este processo, descrito com detalhe anteriormente, iniciou-se a mistura da NHL, da micro-sílica e do superplastificante em seco em tabuleiros metálicos (Figura 3.8).



Figura 3.8 - Mistura em seco

Os 50% de água “limpa” foram colocados dentro do recipiente de mistura, onde se juntou imediatamente a mistura seca e de seguida os 50% de água com o nano material disperso. A misturadora (Figura 3.9) foi ligada nesta altura, descrevendo movimentos circulares, para além da rotação própria, durante 2 minutos, interrompendo este processo durante 1 minuto para verificação de formação de grumos ou aglomerados no fundo do recipiente, com auxílio de uma

espátula. Fechado este procedimento de verificação, iniciou-se novamente a misturadora por mais 2 minutos, homogeneizando a mistura (Figura 3.10). Terminado este processo, colocou-se o *grout* dentro dos sete moldes prismáticos e de um pequeno recipiente levado para a execução de ensaios de reologia no CENIMAT.



Figura 3.9 – Misturadora



Figura 3.10 - Realização da mistura

O procedimento descrito acima representa o mais completo na execução das misturas, isto porque há misturas que dispensam alguns destes passos, nomeadamente a dispersão da nano-sílica, dado que não são constituídas pela mesma. No entanto, o ato de mistura e as condições na qual foram realizadas foram mantidas constantes. Para além disto, manteve-se a representatividade de cada mistura, sendo que a mesma mistura utilizada nos ensaios reológicos foi a mesma a ficar 28 dias sob determinadas condições de cura, após terem sido submetidas a ensaio mecânicos, físicos e de durabilidade.

3.3.4 Provetes Prismáticos

Os moldes dos provetes prismáticos utilizados para ensaios no estado endurecido, foram produzidos em fábrica, onde as peças foram cortadas e os entalhes executados em máquinas industriais, que garantem o rigor de medição e planeza dos moldes (Figura 3.11).

O material utilizado foi MDF hidrófugo para garantir a estanquidade dos moldes e impedir absorção de água por parte dos mesmos. Em relação às dimensões dos provetes, com o objetivo de minimizar os custos da campanha experimental, dado o elevado valor de compra do nano material utilizado, foram 20x20x80 mm³ (Figura 3.12).



Figura 3.11 - Produção do Molde de MDF Hidrófugo.



Figura 3.12 – Molde de MDF Hidrófugo.

Após a execução das misturas, estas foram vertidas para estes moldes, previamente pincelados com óleo descofrante (Figura 3.13) para facilitar o processo de desmoldar, e com uma vareta procurou-se garantir a preenchimento total do *grout* (Figura 3.14). Após este processo, efetuou-se a descofragem dos provetes passados 7 dias, sendo, posteriormente transferidos para uma sala de ambiente controlado, onde permaneceram até aos 28 dias.



Figura 3.13 – Descofrante.



Figura 3.14 - Colocação das misturas nos moldes.

3.3.5 Condições de Cura

A sala condicionada do DEC permitiu o repouso dos provetes 28 dias sob condições de cura controladas. Neste caso, a temperatura foi predefinida a $20 \pm 2^\circ\text{C}$ e a humidade relativa de $65 \pm 5\%$.

3.3.6 Nomenclatura

A nomenclatura dos provetes num estudo desta importância é fundamental, evitando trocas de provetes e erros desnecessários. Como tal, os provetes foram identificados de forma simples e perceptível, identificando a mistura com a letra M e com numeração romana desde do 1 até ao 9; e os provetes de cada mistura com numeração standard do 1 até ao 7, sendo assim, a título de exemplo, o provete M IX 2 é facilmente identificado como o segundo provete da mistura nove. Na Tabela 3.10 apresentam-se todas as nomenclaturas utilizadas.

Tabela 3.10 - Nomenclaturas utilizadas no estudo realizado

	Provete 1	Provete 2	Provete 3	Provete 4	Provete 5	Provete 6	Provete 7
Mistura I	M I 1	M I 2	M I 3	M I 4	M I 5	M I 6	M I 7
Mistura II	M II 1	M II 2	M II 3	M II 4	M II 5	M II 6	M II 7
Mistura III	M III 1	M III 2	M III 3	M III 4	M III 5	M III 6	M III 7
Mistura IV	M IV 1	M IV 2	M IV 3	M IV 4	M IV 5	M IV 6	M IV 7
Mistura V	M V 1	M V 2	M V 3	M V 4	M V 5	M V 6	M V 7
Mistura VI	M VI 1	M VI 2	M VI 3	M VI 4	M VI 5	M VI 6	M VI 7
Mistura VII	M VII 1	M VII 2	M VII 3	M VII 4	M VII 5	M VII 6	M VII 7
Mistura VIII	M VIII 1	M VIII 2	M VIII 3	M VIII 4	M VIII 5	M VIII 6	M VIII 7
Mistura IX	M IX 1	M IX 2	M IX 3	M IX 4	M IX 5	M IX 6	M IX 7

3.4 Ensaios Realizados

3.4.1 Estado Fresco

A fluidez é um fator extremamente importante no que diz respeito à injeção de *grouts* e é preciso que se mantenha adequada e constante durante este processo e, após esse, é necessário que decresça rapidamente.

O ensaio fundamental a realizar nesta fase é o de caracterização das propriedades do *grout* como a viscosidade e a tensão de cedência e adquirir conhecimento que permitam uma previsão do comportamento do *grout* durante a injeção e no preenchimento de vazios das paredes de alvenaria antiga. Como tal, recorreu-se a um reómetro, localizado no CENIMAT, que está ligado a um computador equipado com um determinado *software* que permite uma análise rigorosa e detalhada das propriedades da amostra de *grout* colocada no reómetro.

3.4.1.1 Ensaio de Reologia

O reómetro utilizado, da gama Bohlin Gemini HR^{nano}, da Malvern Instruments (Figura 3.15), está associado ao software Bohlin CVO102 no qual se regista os dados experimentais e produz gráficos que permite uma análise simples e direta.

A caracterização do comportamento de suspensões durante o escoamento interpreta-se com base em alguns modelos matemáticos que permitem, para além de descrever o escoamento, melhorar as chamadas curvas de fluxo. Os modelos de Herschel & Bulkley, o modelo de Power Law e o modelo de Bingham modificado oferecem um vasto conhecimento nesta matéria,

combinado com a simplicidade que os descreve, sendo, por isso, utilizados frequentemente neste tipo de estudos.

No capítulo 3.3.3 onde se descreveu o processo de mistura, refere-se que após terminado este processo, e antes de se verter a mistura para os moldes, é colocado algum produto de parte, num recipiente, para realização de ensaios reológicos. Esse recipiente era transportado do DEC até ao CENIMAT, que como já foi referido, é o local onde se desenvolveu esta fase do estudo.

Inicialmente, preparou-se o equipamento instalando a geometria de pratos paralelos com 40mm de diâmetro, com um afastamento (gap) entre pratos de 2mm e verificando a temperatura do peltier, definida a 20°C,. Foi recortando um círculo de lixa (Gr 500) e fixado no prato superior de forma a minimizar os fenómenos de escorregamento da amostra durante as medições. Ainda nesta fase, definiu-se o programa de ensaio com uma pré-carga com o objetivo de homogeneizar a amostra, utilizando uma taxa de corte de 0.5 s^{-1} durante 60s seguido de um período de repouso de 60s e definiu-se, também, a gama de taxas corte a aplicar na caracterização reológica dos grouts, tendo sido aplicada uma variação crescente da taxa de corte entre os 1 aos 300 s^{-1} e que reduz inversamente dos 300 ao 1 s^{-1} .

Ao recolher a amostra do recipiente, mexeu-se a mistura dez vezes descrevendo movimentos circulares, de forma a manter a fluidez da mesma, visto que há um intervalo de tempo de, aproximadamente, 5 minutos entre a execução da mistura no DEC e a sua colocação no reómetro no CENIMAT. Colocou-se a mistura no prato inferior, garantindo que não se ultrapassou o diâmetro do prato superior, e a ratoeira de solvente que, tal como diz o nome, impede a perda de água por evaporação.

Ao iniciar a medição reológica, decorrem os primeiros 60 s de pré-corte seguidos de outros 60 s de repouso, à taxa de corte mencionada anteriormente. Inicia-se o ensaio, propriamente dito, com o aumento da taxa de corte mencionada anteriormente.



Figura 3.15 - Reómetro

3.4.2 Estado Endurecido

Como planeado no capítulo 3.1, após os 28 dias de cura dos provetes numa sala condicionada, cujos parâmetros temperatura e humidade foram controlados, segundo os valores referidos anteriormente, iniciaram-se os ensaios dos *grouts* no estado endurecido.

Recorreu-se à máquina universal de tração, da gama Zwick Z050, para fraturar os provetes, dividindo-os em dois, sem se registarem quaisquer resultados. Os ensaios decorridos seguiram a seguinte ordem:

- Resistência à compressão
- Absorção de água por capilaridade
- Perda de água por secagem
- Porosidade aberta
- Massa volúmica
- Resistência ao ataque por cloretos
- Termogravimetria

3.4.2.1 Resistência à compressão

Na figura 3.1, é possível entender que este ensaio foi realizado com 4 metades de provete de cada uma das misturas, seguindo a norma correspondente, neste caso a EN 1015-11:1999 (CEN, 1999). O equipamento utilizado foi o mesmo previamente útil para dividir esses provetes em 2 metades, a máquina universal de tração ZWICK Z050.

O provete foi colocado entre dois acessórios metálicos totalmente lisos, com 60 mm de largura, e este conjunto foi colocado entre os pratos da prensa, como se pode ver nas Figuras 3.16 e 3.17. A máquina é ligada aumentando a força aplicada de forma constante, a uma taxa de 0,7 mm/min, como está ligada a um computador, os valores de carregamento são registados. Este registo dá-se através da produção de um gráfico força/deslocamento no qual os valores de força aplicada vão subindo até à rotura do provete (Figura 3.18), que após este fenómeno desce bruscamente. O pico de força registado no gráfico representa a força máxima para a qual o provete teve capacidade de resistir. Através deste valor é possível obter a resistência à compressão de cada provete, dividindo-o pela área de contacto entre o acessório e o provete, através da equação 3.1.

$$\sigma = \frac{F}{A_p} [MPa] \quad (3.1)$$

onde:

σ – Tensão de cedência (MPa)

F – Força de aplicação (N)

A_p – Área de aplicação (m²)

3.4.2.2 Absorção de água por capilaridade.

Em preparação para este ensaio, 3 provetes inteiros de cada mistura colocados em estufa a uma temperatura de $60 \pm 5^\circ\text{C}$ até massa constante, com o objetivo de ficarem totalmente secos antes de serem colocados em contacto com a lâmina de água.

Entretanto, preparou-se uma caixa estanque colocada numa sala condicionada, em que a humidade relativa rondava os 65% e a temperatura os 20°C , onde se colocaram 5 litros de água para garantir um ambiente saturado no interior da caixa.

Dentro de água colocaram-se dois suportes de forma a elevar um tabuleiro onde seriam colocados posteriormente os provetes. Procedeu-se ao nivelamento do tabuleiro, com auxílio de um nível de bolha de ar e colocou-se uma rede de borracha dentro do mesmo, para permitir a ascensão de água pela base dos provetes. Estabeleceu-se uma lâmina de água no interior do tabuleiro com 2 mm, altura essa que foi compensada ao longo do ensaio, através da medição com uma régua.

Passadas 24 horas, o ambiente húmido encontrava-se preparado e os provetes, totalmente secos, foram pesados, definindo a sua massa seca (M_0), antes de serem colocados dentro do tabuleiro (Figura 3.19), iniciando o procedimento de ensaio segundo a norma EN 1015-18:2002 (CEN, 2002). Devido a um planeamento previamente executado, os provetes foram divididos em 2 grupos, de forma a garantir que as pesagens da massa M_i dos mesmos não ocorriam em simultâneo. Esta divisão decorre do facto dos tempos normalizados de pesagem neste ensaio serem bastante próximos, isto é, o ensaio exige pesagens dos provetes aos 5, 10, 15, 30 e 60 minutos. A partir destes, são executadas pesagens em cada hora durante 6 horas e, ao fim dessas, as pesagens passaram a ser efetuadas com um espaçamento temporal de 24 horas entre si, até existir uma variação de massa inferior a 2% entre pesagens consecutivas.

O segundo grupo de ensaio foi introduzindo na caixa estanque ao fim de 35 minutos de ensaio do primeiro grupo, garantindo que todos os provetes eram pesados no instante certo e, não estando nem mais nem menos tempo em contacto com a lâmina de água. É de referir que a representatividade do ensaio foi mantida, dado que os 2 grupos continham provetes de todas as misturas.

Em relação ao processo de pesagem, foi feito de forma rápida, para não permitir a evaporação de água visto que os níveis de humidade no exterior da caixa são inferiores. A caixa estanque foi mantida fechada nos movimentos de provetes para a balança e teve-se especial cuidado à queda de gotículas sobre outros provetes. No final de todas as pesagens, e sabendo a massa seca (M_0), pesada previamente (Figura 3.20), determina-se a capacidade de absorção de cada provete segundo a equação 3.2.

$$M = \frac{m_i - m_0}{s} [Kg/m^2] \quad (3.2)$$

Onde,

m_i – massa do provete no instante i (Kg);

m_0 – massa do provete no instante inicial (Kg);

S – área da secção do provete em contacto com a água.

Na elaboração deste ensaio não foi utilizada cera a envolver os provetes para efeitos de impermeabilização das faces, por existir a necessidade de utilizar os mesmos em outros ensaios, nomeadamente avaliar a resistências dos *grouts* ao ataque por cloretos. Como tal, o cuidado em manter a caixa estanque com níveis de humidade relativa elevados foi fundamental, para evitar evaporação lateral à medida que a água ascendia, o que alteraria certamente os valores das pesagens, levando à retirada de ilações erróneas.

Após a determinação da quantidade de água absorvida por cada um dos provetes ao longo do tempo é possível determinar o coeficiente de capilaridade respetivamente a cada provete. Uma forma expedita de o fazer é através do declive da reta inicial de um gráfico da quantidade de água por área ao longo do tempo, retirando diretamente o valor do coeficiente de capilaridade.



Figura 3.19 - Absorção de água por capilaridade



Figura 3.20 - Pesagem de um provete após absorção de água

3.4.2.3 Secagem

O ensaio de secagem realizou-se imediatamente após o término do ensaio de absorção de água por capilaridade, seguindo a norma EN 16322:2013 (CEN, 2013). Este ensaio teve lugar na sala condicionada do DEC, a uma temperatura de $20 \pm 3^\circ\text{C}$ e humidade relativa de $65 \pm 5\%$.

O comportamento dos *grouts* é fortemente condicionado pela perda de água ao longo do tempo, assim, este ensaio permite quantificar esta perda de água por evaporação desde o estado saturado. O ensaio em questão decorre no seguimento do ensaio de absorção de água, sendo que a última pesagem do ensaio de capilaridade representa a massa inicial (M_0) do ensaio de secagem.

Como preparação para este ensaio, é importante isolar as laterais dos provetes e a base absorvente no ensaio de capilaridade, utilizando película aderente e elásticos, garantindo que o fluxo de evaporação seja unidirecional (Figura 3.21).

Neste estudo foram colocados sobre uma bancada metálica na sala condicionada. As pesagens dos provetes seguem-se segundo um intervalo de 24 horas até as consecutivas pesagens apresentarem massa constante, segundo a equação 3.3. Não existe necessidade de serem feitas pesagens mais frequentemente, e dentro de pouco tempo após iniciar o mesmo, devido à lentidão que caracteriza o processo de secagem. No final do ensaio elaborou-se a curva de secagem, relacionado a massa de água retida (kg/m^2) em função do tempo (h), através da equação 3.4.

$$1,0 \geq \frac{M_0 - M_{i-1}}{M_0 - M_i} \geq 0,9 \quad (3.3)$$

$$M = \frac{M_0 - M_i}{S} [\text{Kg}/\text{m}^2] \quad (3.4)$$

Onde,

M_0 – massa do provete no instante inicial (Kg)

M_i - massa do provete no instante i (Kg)

S – área de evaporação do provete

O declive inicial da curva de secagem corresponde à taxa de secagem (TS) que representa a velocidade inicial de secagem inicial de cada provete. Com isto, é possível calcular o índice de secagem (IS) que demonstra a evolução global do processo de secagem, segundo a equação 3.5.

$$IS = \frac{\sum_{i=1}^n \left[(t_i - t_{i-1}) \times \left(\frac{w_{i-1} - w_i}{2} \right) \right]}{w_{max} \times t_f} \quad (3.5)$$

Onde,

t_i - tempo de ensaio i (h)

t_f - tempo de ensaio final (h)

w_i - teor de água do provete do instante i (%)

w_{max} - teor de água máximo, no início do ensaio (%)



Figura 3.21 - Ensaio de secagem

3.4.2.4 Massa Volúmica e porosidade aberta

O comportamento e durabilidade dos *grouts* é condicionado e determinado pela porosidade, cujo valor tem influência sobre o nível de permeabilidade, a capacidade de absorção de água, bem como sobre a suscetibilidade às resistências mecânicas e degradações (Jorne, et al.,2012).

O ensaio afim de determinar a massa volúmica e porosidade aberta, foi realizado após 28 dias de cura dos provetes e foi alicerçado na norma NP EN 1936:2008 do IPQ (IPQ,2008), e organizado temporalmente em três fases distintas e executando três pesagens em cada provete, determinando a massa seca (M_1), a massa húmida (M_2) e a massa hidrostática (M_3).

A primeira fase do ensaio em questão consistiu na colocação dos provetes, durante o período de 24 horas, numa estufa a $60 \pm 5C^\circ$. Finda esta fase, foi realizada a pesagem da massa seca M_1 .

Seguidamente, os provetes foram transferidos para o interior de um exsiccador (Figura 3.22). Uma das válvulas encontra-se ligada a uma bomba visando controlar a pressão no interior da câmara já mencionada; enquanto a outra válvula permite a introdução de água nesta.

Após a sua introdução no equipamento agora descrito, é ativada a bomba que permite a remoção de ar do interior da câmara, num processo que decorre durante 24 horas. Após este período de

tempo, e mantendo a bomba ativa para garantir a manutenção das condições de pressão no interior da mesma, é introduzida água lentamente, até à submersão dos provetes (Figura 3.23). Os provetes ficam nestas condições por novas 24 horas.

Por fim, desativa-se a bomba inicialmente ligada, e abre-se a câmara, expondo os provetes às condições atmosféricas, e mantendo o nível de submersão.

Finalmente, foram realizadas as pesagens de massa hidrostática e, imediatamente a seguir, a de massa húmida (Figura 3.24). As pesagens foram realizadas através do seguinte procedimento: os provetes foram retirados do exsicador e transferidos para uma rede submersa em água ligada a uma balança, registando-se a M_3 ; a pesagem da M_2 , após remoção de água em excesso nas superfícies, utilizando um pano humedecido, foi realizada na parte superior da balança já referida.

A porosidade aberta é possível de determinar devido à remoção do ar nos poros, submetendo os provetes à primeira fase do ensaio. Como os poros abertos são preenchidos com água na segunda fase do ensaio determina-se a porosidade através de pesagens segundo a equação 3.6 e a massa volúmica segundo a equação 3.7.

$$\text{Porosidade aberta} = \frac{M_3 - M_1}{M_3 - M_2} \times 100 [\%] \quad (3.6)$$

$$\text{Massa Volúmica} = \frac{M_1}{M_3 - M_2} [Kg/m^3] \quad (3.7)$$



Figura 3.22 - Provetes no exsicador



Figura 3.23 - Introdução de água no exsiccador



Figura 3.24 - Pesagem da massa saturada e hidrostática

3.4.2.6 Resistência ao ataque por cloretos

Alicerçado na norma NP EN 12370:2001, o ensaio foi realizado com algumas modificações que permitiram uma maior facilidade na realização do mesmo, dentro das condições oferecidas no laboratório de construção do DEC. De entre estas modificações, destaca-se a alteração da solução de sulfato de sódio decahidratado para uma solução de cloreto de sódio, que se encontrava em *stock* no laboratório. A concentração de cloreto de sódio adicionada ao solvente correspondeu à concentração prescrita na norma, conseguindo-se ultrapassar facilmente este obstáculo, mantendo a credibilidade do ensaio.

Os provetes utilizados nesse ensaio provinham de utilização prévia no ensaio de secagem, como tal, exigiu-se a remoção da película aderente e elásticos colocados, bem como a sua secagem total em estufa à temperatura de $60 \pm 5^\circ\text{C}$. A prévia secagem em estufa, durante 24 horas, é fundamental neste ensaio, que consiste em submeter os provetes a ciclos sucessivos de humidade elevada e de secagem, avaliando a evolução das suas massas e qualificando a degradação apresentada.

Inicialmente preparou-se a solução de cloreto de sódio com uma concentração de 6,17 %, equivalente à concentração de 14 % de sulfato de sódio prescrita na norma, dissolvendo o cloreto de sódio em 20 litros de água colocadas dentro de uma caixa estanque.

Após a pesagem da massa de referência dos provetes secos saídos da estufa e do registo fotográfico do aspeto dos mesmos, foram imersos na solução durante 2 horas, correspondendo esta fase ao ciclo húmido do ensaio (Figura 3.25). A caixa foi mantida fechada para impedir a evaporação de água, e os provetes colocados a 2 cm entre eles, no mínimo, e a 2 cm das paredes da caixa para terem condições de absorção semelhantes. Passadas as 2 horas, e terminado o primeiro ciclo húmido, iniciou-se o ciclo de secagem, transferindo os provetes da imersão para uma estufa a $100 \pm 5^\circ\text{C}$, repousando nesta durante 2 horas (Figura 3.26). Finda esta fase, os provetes foram retirados da estufa e deixados em repouso durante 2 horas e, de seguida, pesados e fotografados.

O procedimento descrito foi repetido até se atingirem 10 ciclos, retirando-se do ensaio os provetes que se apresentavam destruídos não conseguindo manter a posição vertical.

Segundo Duran *et al.* (2014), a resistência das amostras após os ciclos de exposição aos cloretos, pode ser medida qualitativamente e visualmente através de uma escala de degradação enunciada de seguida.

Grau 1 – Provetes com ligeiro grau de degradação (fissuras pouco profundas);

Grau 2 – Provetes com ligeiro grau de degradação;

Grau 3 – Provetes com fissuras profundas e volume alterado;

Grau 4 – Provetes com geometria alterada, com fendas e perda parcial de material;

Grau 5 – Provetes bastante destruídos com perdas notórias de material.

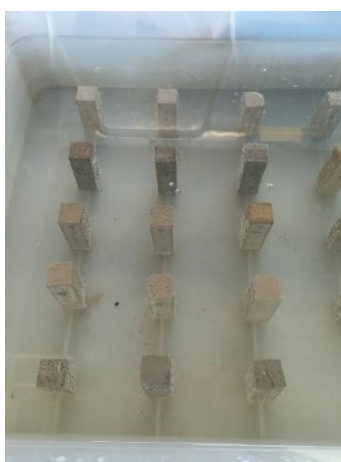


Figura 3.25 – Provetes Submersos em solução de cloreto de sódio



Figura 3.26 - Provets introduzidos na estufa a 100°C

3.4.2.7 Termogravimetria

O aumento da temperatura dos provetes de *grout* promove alterações significativas na composição e, conseqüentemente, no comportamento dos mesmos. O ensaio de termogravimetria submete os provetes a sucessivos aumentos de temperatura desencadeando reações químicas e perda de massa nas amostras destacando-se três fases distintas.

Entre os 100 e 180°C ocorrem reações de desidratação (etringite, etc.) e conseqüente perda de massa; atingidas temperaturas entre os 450 e 580°C ocorre a maior perda de massa neste ensaio devido à desidroxilação de Ca(OH)_2 ; por fim, entre os 850 e os 1000°C ocorre o processo de descarbonatação de CaCO_3 .

Neste ensaio, pretendeu-se avaliar o efeito da temperatura nos processos de hidratação dos *grouts*, através da termogravimetria (TG) e da termogravimetria derivada (DTG) utilizando um equipamento termogravimétrico NETZSCH 449 F3 Jupiter (Figura 3.27).



Figura 3.27 - Equipamento termogravimétrico NETZSCH 449 F3 Jupiter

O primeiro processo antes de iniciar o equipamento, passou por retirar as amostras do núcleo dos provetes, imediatamente antes do ensaio, para evitar reações de carbonatação em exposição com o ambiente. As amostras foram moídas com recurso a um almofariz (Figura 3.28) e introduzidas 20 mg, em média, dentro de um cadinho de alumina no interior do forno de do equipamento (Figura 3.29). O forno vai estar preenchido com uma atmosfera dinâmica de gás inerte N_2 (40 ml/min) e a temperatura vai aumentando a uma taxa de $15^\circ C/min$ entre os 26 e o $1200^\circ C$, no decorrer dos 50 min de ensaio. Após esse período, decorre o arrefecimento lento do forno (120 min) e só depois é colocado em contacto com o ambiente exterior.

Finda a participação do equipamento, foram analisados os resultados apresentados graficamente por um software num computador ligado ao equipamento. A quantificação do hidróxido de cálcio foi estimada medindo a perda de massa na curva termogravimétrica pela diferença ente a temperatura inicial e a temperatura final do pico de termogravimetria derivada correspondente.

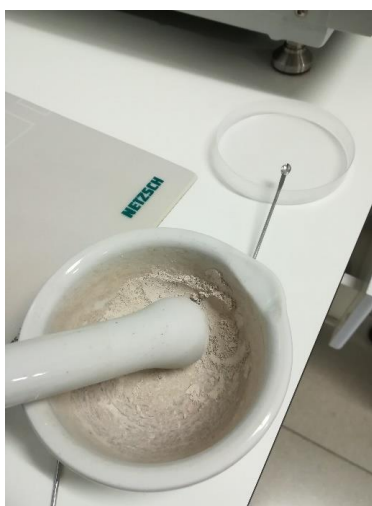


Figura 3.28 - Trituração manual do provete



Figura 3.29 - Introdução da amostra no cadinho do equipamento termogravimétrico

4 Apresentação e Discussão dos Resultados Obtidos

Neste capítulo, serão apresentados e discutidos os resultados obtidos em todos os ensaios realizados durante a campanha experimental, ensaios esses que foram descritos detalhadamente no capítulo anterior.

Para além disto, no presente capítulo comparam-se e validam-se os resultados obtidos com resultados obtidos em outros estudos envolvidos no mesmo contexto, com o objetivo de clarificar o efeito conjunto da micro e nano-sílica na injeção de *grouts* e avaliar o seu desempenho. A apresentação dos resultados refere-se às 9 misturas efetuadas, com 7 provetes cada uma, sendo que se utilizaram 4 ou 3 deles, dependendo do ensaio em questão. Recordar-se a nomenclatura dos provetes em que as misturas de 1 a 9 são representadas em numeração romana e, de seguida, os provetes são quantificados de 1 a 7 com a numeração árabe. Exemplificando, o provete M IV 5 corresponde ao provete número 5 da mistura 4.

4.1 Estado Fresco

Na fase de produção das misturas foi imediatamente possível observar o comportamento dos grouts no estado fresco e, no geral, as misturas revelavam o aspeto expectável de uma calda, apresentando fluidez e boa trabalhabilidade, promovendo o fácil enchimento dos moldes. As misturas 6,8 e 9 foram as que revelaram esses requisitos no limite do aceitável, facilmente associado à sua fraca dosagem de superplastificante e forte dosagem de micro e nano sílica. A partir desta análise expedita verifica-se o poder de dispersão do agente dispersante, como referido por Abreu *et al.* (2017).

Os parâmetros reológicos foram obtidos através das curvas de fluxo ilustradas na Figura 4.1, onde se destacam as misturas 6,8 e 9 pela tensão de corte mais elevadas comparativamente às restantes, comprovando o que foi mencionado anteriormente.

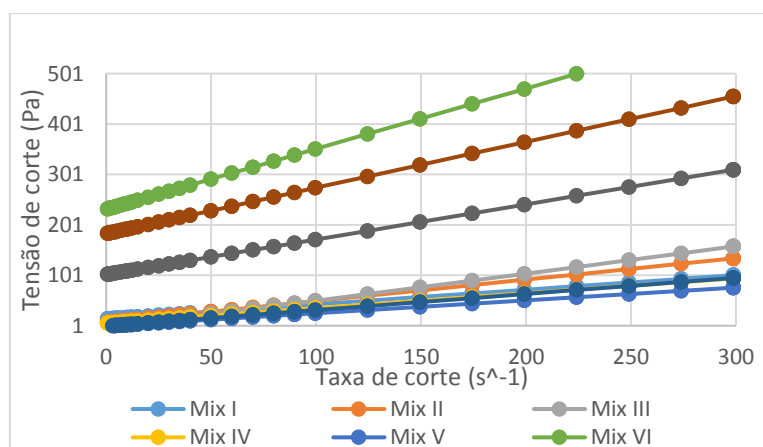


Figura 4.1 - Curvas de fluxo obtidas para de cada mistura.

No ensaio reológico, foram obtidos os valores experimentais aos quais se ajustaram dois modelos de estudo, nomeadamente, o modelo de Herschel Bulkley e Bingham, por forma a serem determinados certos parâmetros reológicos, tais como a tensão de cedência, a viscosidade plástica e a consistência de cada uma das misturas. Dos modelos analisados verificou-se uma maior coerência nos resultados obtidos pelo modelo de Bingham, tal como se apresenta na Figura 4.2.

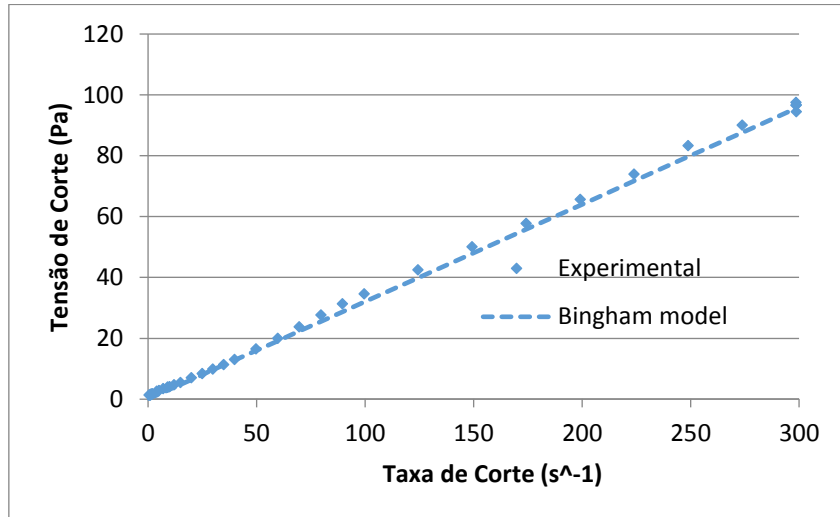


Figura 4.2 - Ajustamento entre os valores experimentais e o modelo de Bingham.

O comportamento reofluidificante no qual a taxa de corte induzida aumenta, ocorrendo um decréscimo da viscosidade nos *grouts*, comportando-se como um sólido até alcançar a tensão de cedência e como um fluido passa essa fase, verificou-se tal como ilustrado na Figura 4.2 e na Figura 4.3.

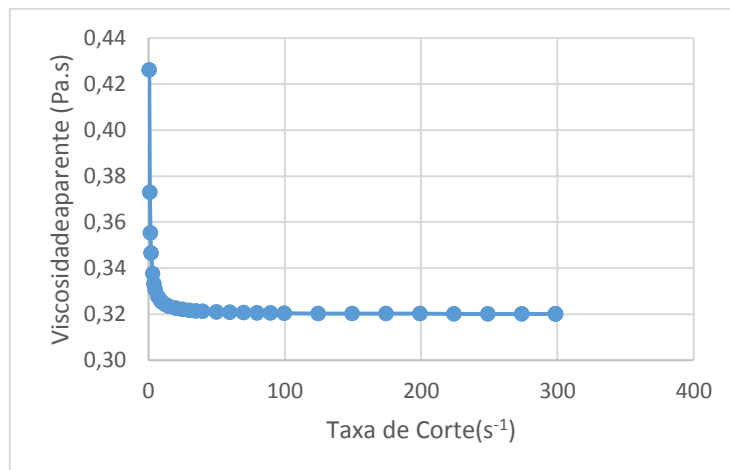


Figura 4.3 - Comportamento reofluidificante do grout: viscosidade aparente vs a taxa de corte

As Figuras 4.2 e 4.3, utilizadas para ilustrar os argumentos anteriores correspondem à mistura 7. Registou-se um comportamento semelhante em todas as restantes misturas.

Com isto, submetem-se os valores obtidos no ensaio ao método de Taguchi, com o objetivo de analisar a evolução de cada parâmetro, tendo em conta as dosagens de cada fator e de entender a influência de cada fator no estudo.

- **Tensão de Cedência**

Nas Figuras 4.4 a 4.6 apresenta-se a tendência evolução da tensão de cedência com os 3 níveis de dosagem utilizados na campanha experimental.

O aumento de dosagem de adições promove, também, o aumento da tensão de cedência, como ilustrado nas Figuras 4.4 e 4.5. A nano-sílica induz um incremento 10 vezes superior de tensão de cedência quando aumentamos a dosagem de 0 % (nível 1) para 0,5% (nível 2), sendo semelhante este efeito em relação à micro-sílica. Desta análise, confirma-se a necessidade e importância da adição de um produto dispersante, como é o caso do superplastificante. Na Figura 4.6, verifica-se o poder dispersante deste produto, visto que o aumento das dosagens deste de 0,1% (nível 1) para 0,25% (nível 2) e deste para 0,35% (nível 3) reduzem drasticamente a tensão de cedência das misturas. A redução mencionada entre a adição de 0,1% e 0,35 de superplastificante em pó é de aproximadamente 1000 vezes.

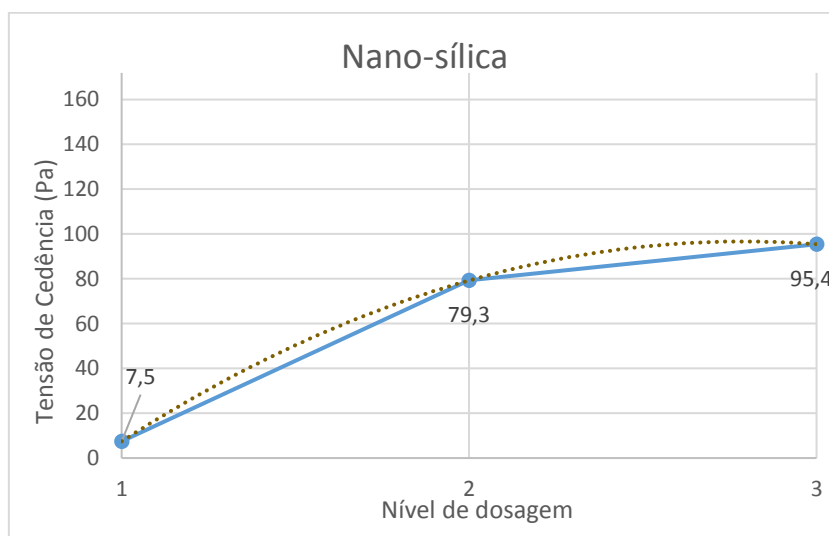


Figura 4.4 - Evolução da tensão de cedência com o aumento do nível da dosagem de Nano-sílica

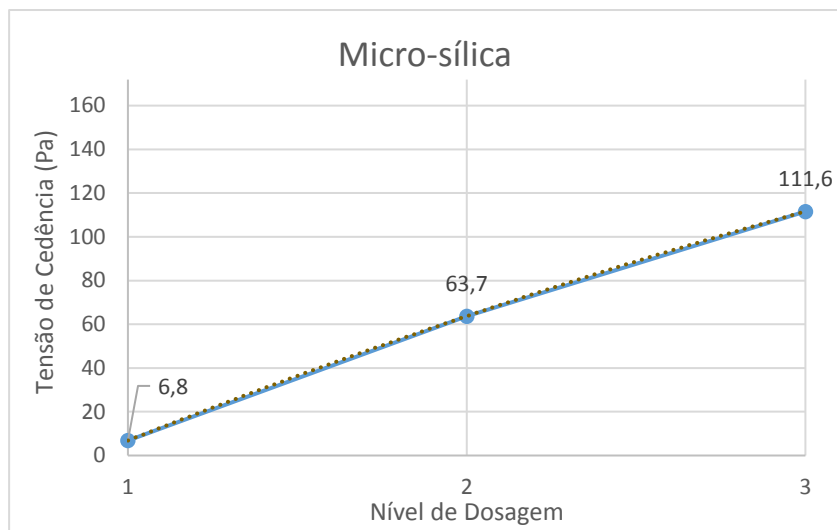


Figura 4.5 - Evolução da tensão de cedência com o aumento do nível da dosagem de Micro-sílica

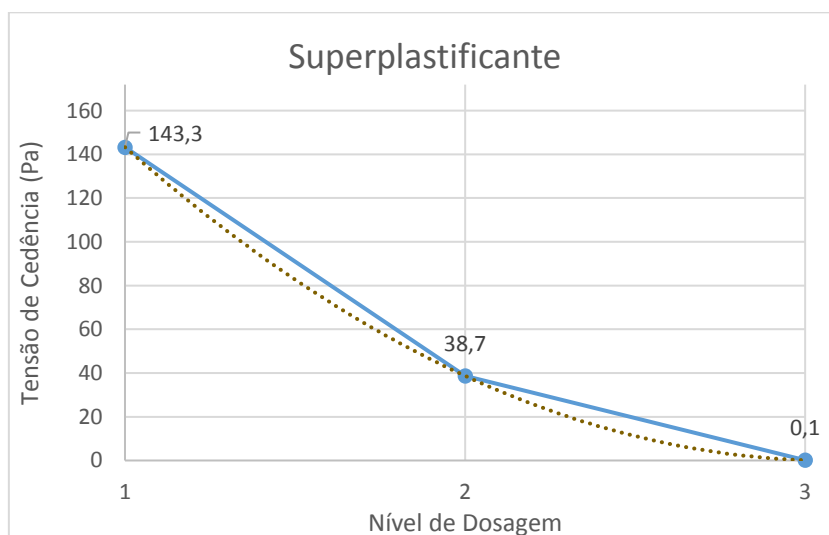


Figura 4.6 - Evolução da tensão de cedência com o aumento do nível da dosagem de superplastificante

Dada a análise anterior, atribui-se uma grande influência nos resultados à ação do superplastificante no que diz respeito à tensão de cedência. Um dos gráficos obtidos através do método de Taguchi apresenta o peso de cada variável no ensaio em questão e o peso de outras variáveis que não foram tidas em consideração. Esta informação pode ser consultada através do gráfico circular que se segue (Figura 4.7), no qual a maior fatia é relativa ao superplastificante. Neste gráfico apresenta-se uma percentagem de 15% para todas as outras variáveis que não foram contabilizadas no ensaio.

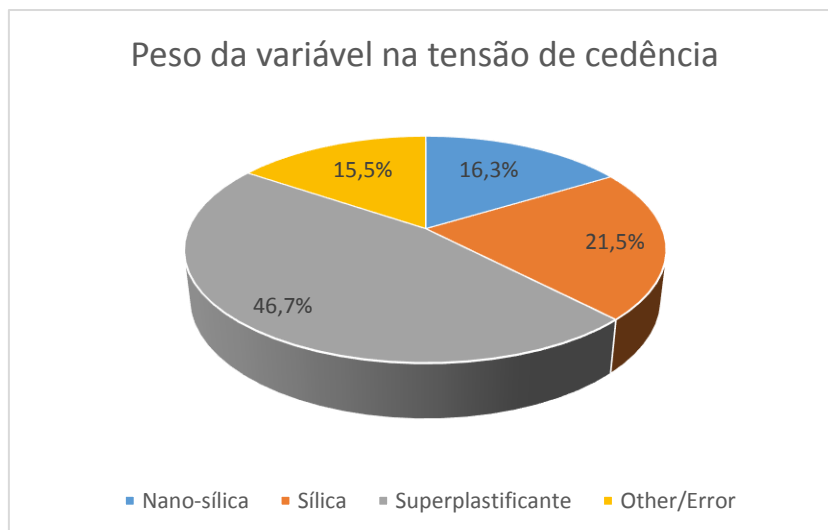


Figura 4.7 - Peso das variáveis em estudo nos valores da tensão de cedência

Este parâmetro reológico já tinha sido avaliado nos estudos de Mohammed (2017). Ainda que em circunstâncias diferentes, o estudo revelou conclusões convergentes em relação ao presente estudo. Mohammed utilizou nanopartículas de óxido de ferro (Fe_2O_3) aplicadas a misturas de lamas bentoníticas e, embora as propriedades químicas dos nano materiais utilizados nos dois estudos serem totalmente diferentes, a propriedades físicas são semelhantes e, como tal, é possível comparar ambos. O aumento da dosagem das nanopartículas utilizadas por Mohammed revelou uma conseqüente tendência de aumento de tensão cedência, em cerca de 45 a 200%, semelhante à registrada neste estudo que tem a agravante utilização de micro-sílica.

Para além disto, a utilização da micro-sílica e, especialmente, da nano-sílica nas misturas promove um incremento na adsorção devida à sua elevada superfície específica. Este comportamento reduz a quantidade de superplastificante disponível na mistura e como tal, quanto maior a quantidade destas adições maior o ponto de saturação da mistura, e conseqüente maior tensão de cedência. O estudo de Ghafari *et al.* (2016) valida este argumento utilizando nanopartículas de zinco em pastas de cimento.

- **Viscosidade Plástica**

No que diz respeito à viscosidade plástica, o aumento das dosagens dos 3 constituintes estudados, apresentam tendências semelhantes ao parâmetro analisado anteriormente. O aumento das dosagens das adições contribui para o aumento da viscosidade plástica dos *grouts* (Figuras 4.8 e 4.9), que é o oposto do ideal para este tipo de solução de consolidação de paredes de alvenarias. Esta falência é compensada pela introdução da adição dispersante que diminui expressivamente a viscosidade da mistura (Figura 4.10). Segundo Baltazar *et al.* (2014) a adição de partículas com uma superfície específica elevada promove uma grande influência nos parâmetros reológicos, nomeadamente na viscosidade plástica. O ligeiro aumento da

viscosidade do nível 2 para nível 3 de superplastificante pode ser explicado por alguma instabilização da cal provocada pela adição excessiva de agente dispersante.

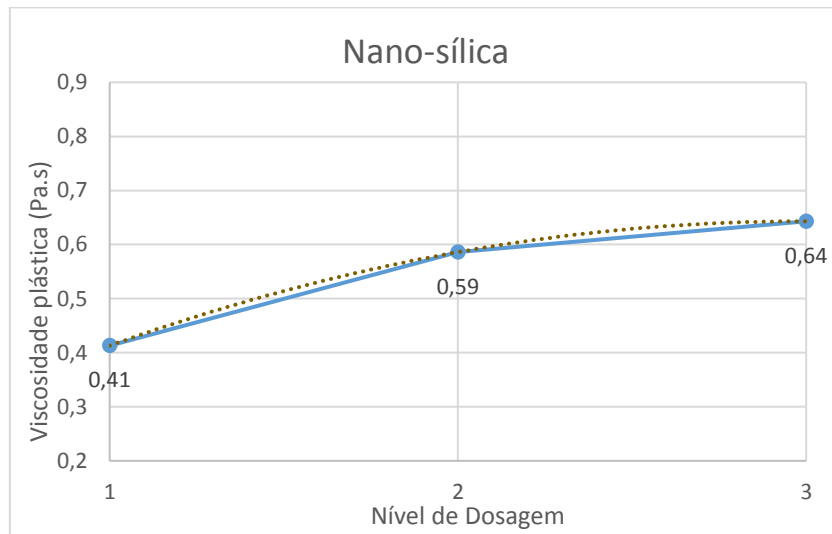


Figura 4.8 - Evolução da viscosidade plástica com o aumento do nível da dosagem de Nano-sílica

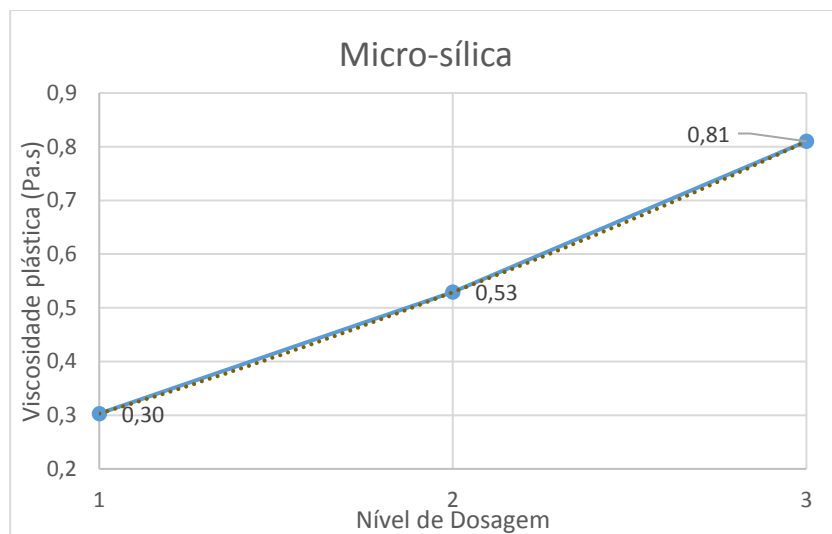


Figura 4.9 - Evolução da viscosidade plástica com o aumento do nível da dosagem de Micro-sílica

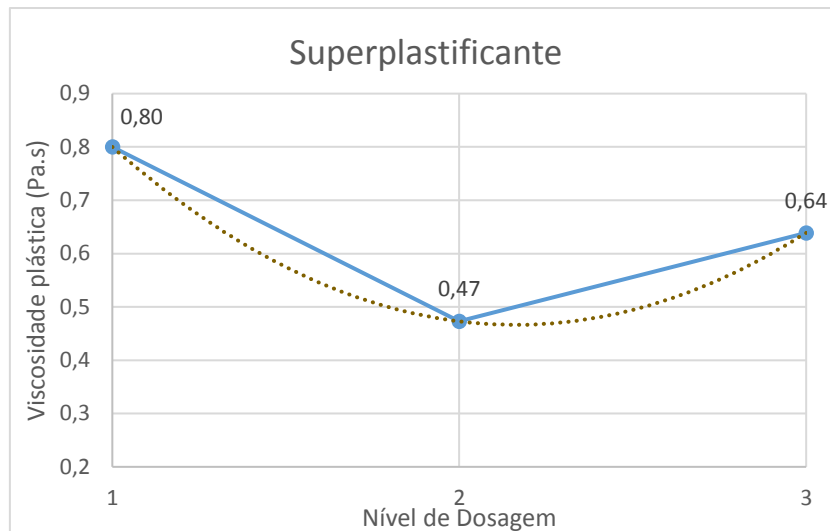


Figura 4.10 - Evolução da viscosidade plástica com o aumento do nível da dosagem de Superplastificante

No que diz respeito ao peso das variáveis em relação à viscosidade plástica, existe uma grande percentagem na parcela destinada a todas as outras variáveis que não foram consideradas. Este facto explica-se pela variação da quantidade de água que foi considerada constante que tem um impacto direto neste parâmetro e a sua variação certamente apresentaria uma forte influência na viscosidade das misturas (Figura 4.11).

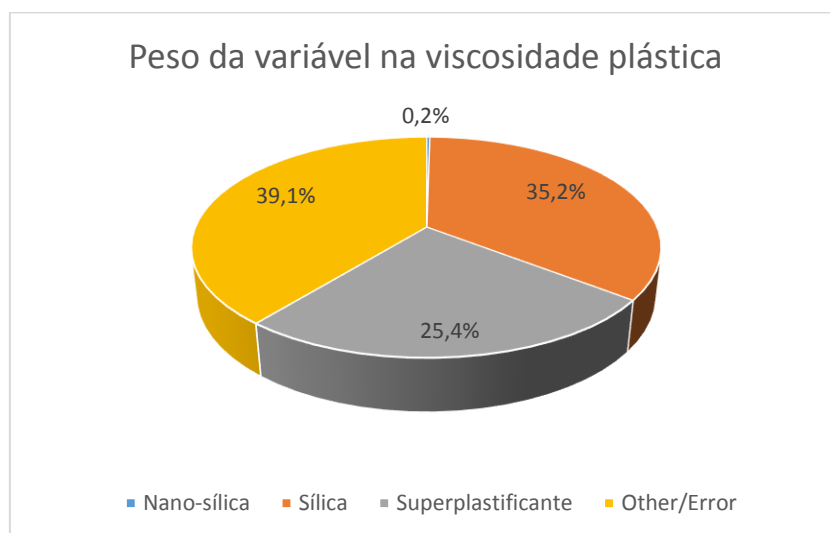


Figura 4.11 - Peso de cada variável no valores de viscosidade plástica.

Como referido anteriormente, no estudo de Mohammed (2017) a adição de nanopartículas às misturas e o aumento da dosagem dessas aumenta inevitavelmente a tensão de cedência. Como tal, e em concordância com o último parâmetro reológico analisado, também a viscosidade apresenta um aumento e uma tendência de evolução semelhante consoante o aumento da

dosagem de nanopartículas. No caso de Mohammed (2017), o aumento verificado de tensão de cedência foi em cerca de 20 a 105% e no estudo presente esse mesmo aumento encontra-se nesse intervalo. (Mohammed,2017)

A mesma conclusão é aferida ao estudo de Senffa et al. (2012), no qual se provou a alteração considerável no comportamento reológico das misturas ensaiadas, nomeadamente no aumento da viscosidade com a adição de nano-sílica.

O aumento da viscosidade provocado pela adição de nano-sílica foi também registado em misturas de betão auto-compactável, comprovando a flexibilidade de utilização dos nano materiais em várias aplicações. Neste caso, o aumento da viscosidade, a custo da adição de nano-sílica, mantendo uma boa ligação química entres os constituintes da mistura, representa uma vantagem a longo prazo na resistência mecânica, facto esse que concorda com o estudo presente, como será averiguado mais adiante. O aumento da viscosidade representa uma enorme desvantagem no que diz respeito ao processo de injeção dos *grout*, desvantagem essa não verificada no caso dos betões referidos, prescindindo por vezes do uso de superplastificantes (Güneyisi *et al.*, 2016).

- **Consistência**

Um outro parâmetro analisado neste trabalho, e ainda no estado fresco da mistura, foi a consistência. Este parâmetro é bastante importante na caracterização dos *grouts* permitindo uma antevisão do grau de dificuldade e qualidade do processo de injeção. Note-se que os parâmetros referidos anteriormente, resultaram de uma análise feita através do método de Bingham, pois foi aquele que apresentou melhor ajustamento aos resultados experimentais. Neste caso, a consistência é analisada através do modelo reológico de Herschel Bulkley que é igualmente válido.

Como seria de esperar, a adição de micro-sílica e nano sílica desenvolve um elevado aumento nos níveis de consistência da mistura. O aumento da dosagem da nano-sílica promove um aumento de cerca de 95% de consistência nas misturas, enquanto que a micro-sílica promove um aumento ligeiramente maior de 96% (Figura 4.12 e Figura 4.13).

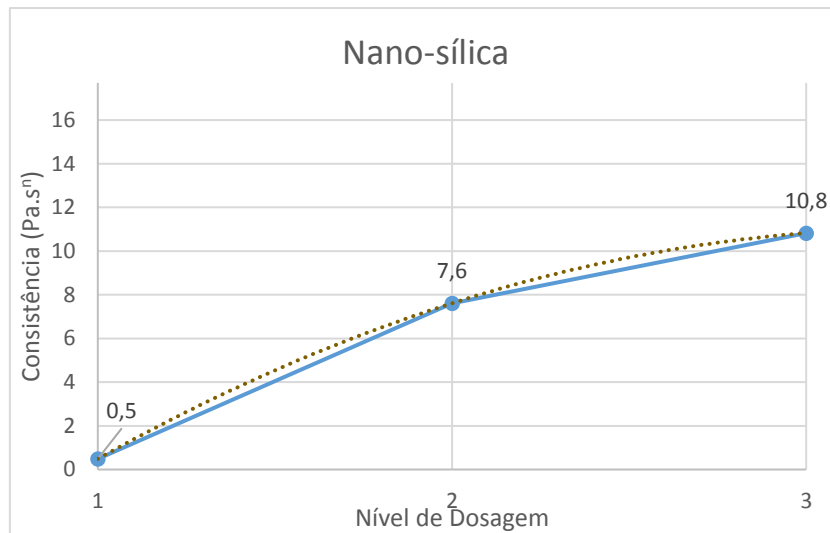


Figura 4.12 - Evolução da consistência com o aumento do nível da dosagem de Nano-sílica

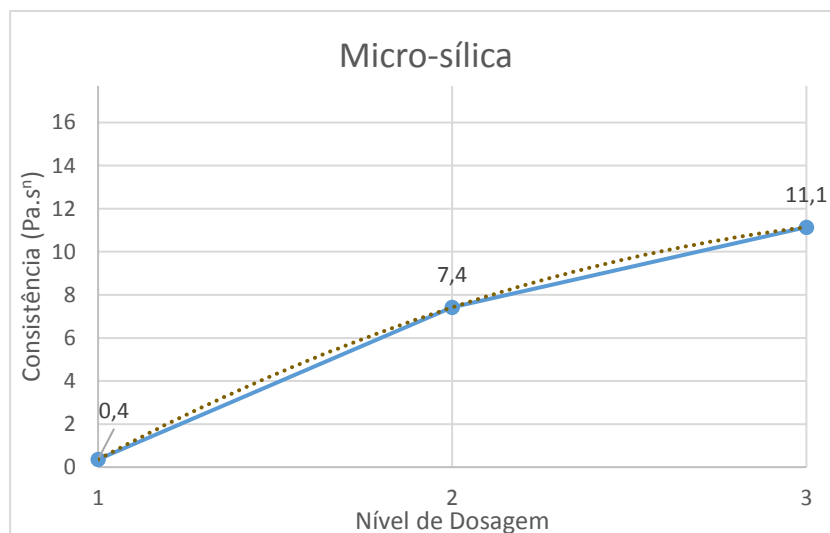


Figura 4.13 - Evolução da consistência com o aumento do nível da dosagem de Micro-sílica

Como expetável também, foi a redução brusca na consistência da mistura devido ao papel desempenhado pelo superplastificante. Como se verifica na figura 4.14, o aumento da dosagem do agente dispersor promove uma redução de cerca de 97% que contraria, claramente, os efeitos recorrentes da adição de micro-sílica e nano-sílica.

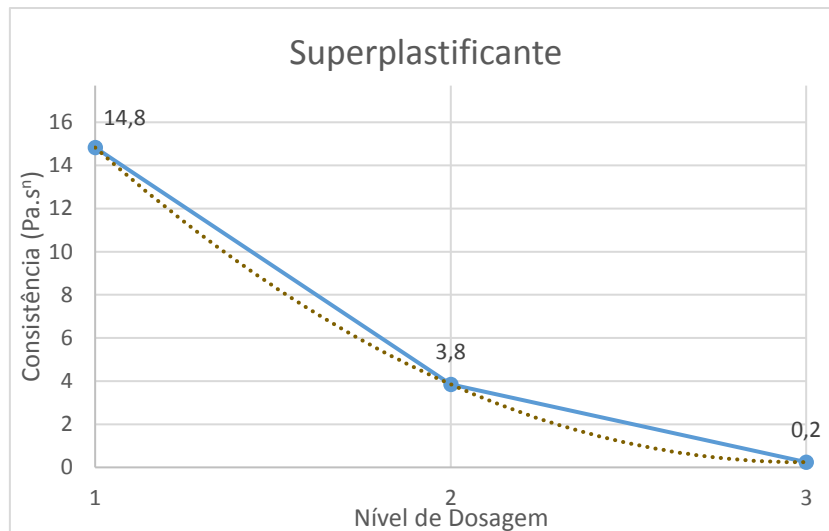


Figura 4.14 - Evolução da consistência com o aumento do nível da dosagem de Superplastificante

4.2 Estado Endurecido

4.2.1 Resistência à Compressão

No estado endurecido, a resistência à compressão de um *grout* é um parâmetro de extrema importância dada a função resistente das paredes de alvenaria na qual a técnica de injeção de *grouts* se aplica. Como tal, é realmente importante que o *grout* seja capaz de conferir um aumento aceitável da resistência mecânica da parede, nomeadamente da resistência à compressão.

A resistência à compressão é melhorada quanto maior for a quantidade de nano-sílica e micro-sílica, como ilustrado nas Figuras 4.15 e 4.16. No entanto, comparando as duas adições, verifica-se que a nano-sílica é mais eficiente no que diz respeito a este parâmetro. A dosagem de apenas 1% (nível 3) de nano-sílica conduz a resultados de resistência mecânica a rondar os 5,2 MPa (Figura 4.15), enquanto que o nível máximo testado de micro-sílica de dosagem 10% conduz a 4,9 MPa (Figura 4.16). A sua utilização em conjunto trás bastantes vantagens à resistência mecânica das paredes intervencionadas, restituindo-lhes a resistência mecânica necessária para suportar os esforços de compressão. Estas duas variáveis de ensaio são as mais importantes, daí representarem um maior peso segundo o método de Taguchi (Figura 4.18).

No trabalho de Behfarnia e Rostami (2017), analisaram-se os efeitos conjuntos da micro-sílica e da nano-sílica em misturas de betão, à semelhança do que foi feito neste trabalho. No ensaio de compressão realizado, chegou-se à conclusão que uma mistura de 1% de nano-sílica e 10% de micro-sílica induziram um aumento na resistência à compressão de 26%. No presente trabalho o aumento da dosagem da nano-sílica do primeiro ao último nível confere um aumento de 27%

de resistência mecânica, enquanto que a micro-sílica representa um aumento de 22%, indo isto ao encontro dos valores registados no trabalho de Behfarnia e Rostami (2017).

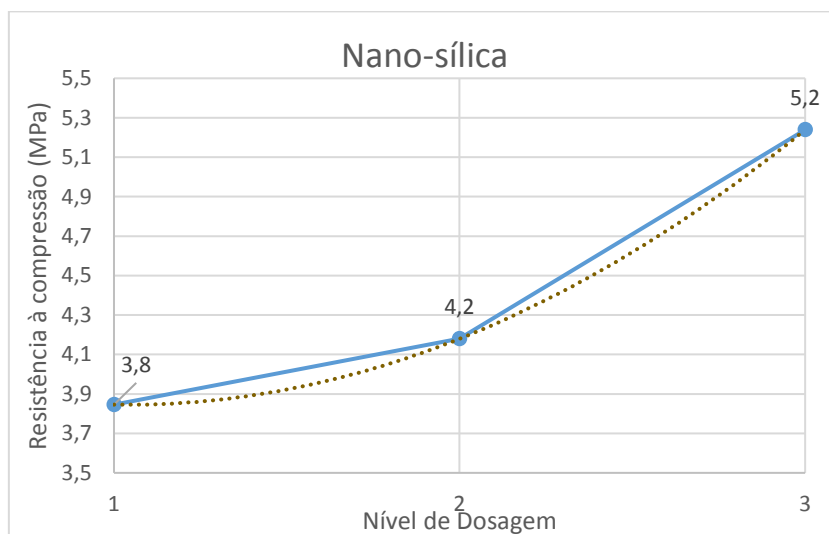


Figura 4.15 - Evolução da resistência à compressão com o aumento do nível da dosagem de Nano-sílica

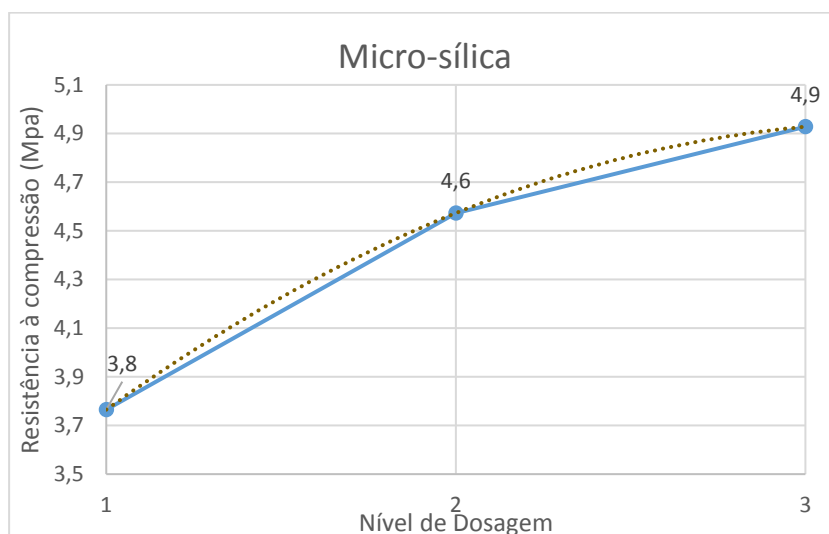


Figura 4.16 - Evolução da resistência à compressão com o aumento do nível da dosagem de Micro-sílica

O superplastificante representa menor significância, em relação aos restantes constituintes das misturas, no que diz respeito à resistência à compressão, como se verifica na Figura 4.18. Ainda, é de referir que não apresenta uma tendência de evolução constante se a análise for minuciosa. Como se pode analisar na Figura 4.17, o aumento da dosagem de superplastificante de 0,1% (nível 1) para 0,25% (nível 2) representa um pequeno aumento da resistência à compressão dos provetes. No entanto, quando se procede ao aumento da dosagem deste produto para 0,35% (nível 3) ocorre uma redução de aproximadamente 600 Pa na resistência à compressão. Quanto maior a dosagem de agente dispersante, maior a probabilidade de se formarem poros abertos

no interior dos provetes e como tal, comprometer a resistência mecânica dos mesmos. Este facto será averiguado adiante no título 4.2.3.

Um estudo prévio realizado por Koohestani *et al*, (2016), valida a análise efetuada acima. Segundo ele o superplastificante de policarboxilato utilizado incrementa a dispersão da nano-sílica na mistura, melhorando as propriedades das misturas no estado fresco, mas promove a redução da resistência à compressão diretamente, devido à redução da compacidade dos provetes. A utilização de superplastificante significa a presença de maior quantidade de água livre nas misturas, que incrementa a quantidade de porosidade aberta nos provetes após 28 dias de cura. Koohestani *et al*. (2016) faz ainda referência ao contributo direto da nano-sílica no aumento da resistência à compressão.

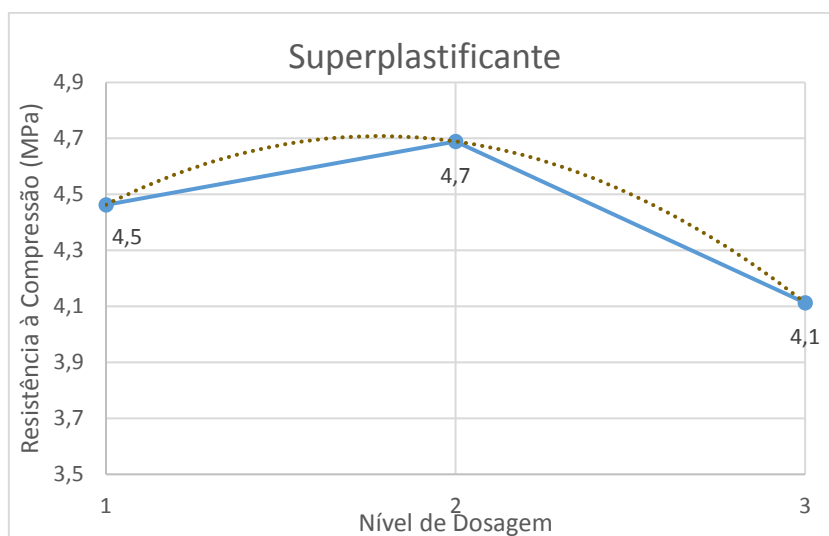


Figura 4.17 - Evolução da resistência à compressão com o aumento do nível da dosagem de Superplastificante

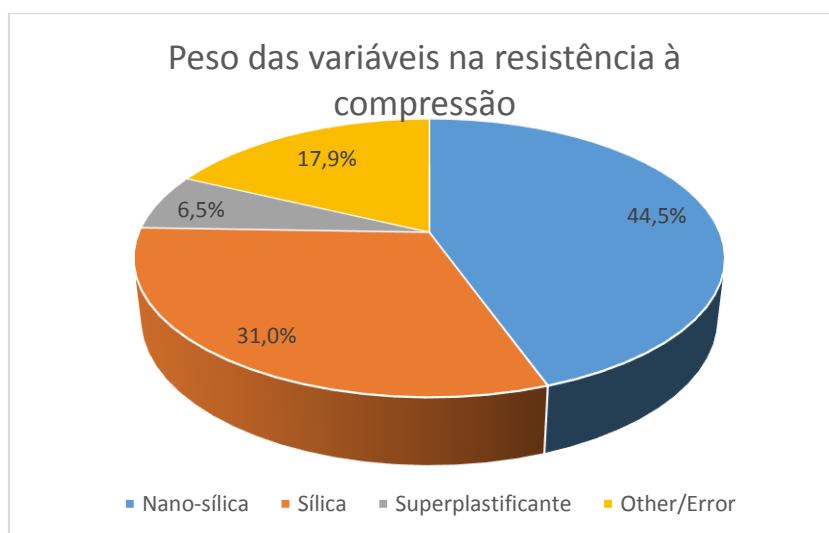


Figura 4.18 - Peso das variáveis em estudo nos valores de resistência à compressão.

4.2.2 Absorção de água por capilaridade

A absorção de água por capilaridade é um parâmetro extremamente dependente da porosidade aberta e da porometria dos materiais. Nesta dissertação, é complexo analisar os resultados obtidos diretamente dos ensaios e comparar o resultado entre misturas sem antes correr uma análise no *software* que incorpora o método de Taguchi. Isto pode ser comprovado pela análise da Figura 4.19 que compara a absorção de água capilar por área de cada uma das misturas testadas, e onde se verifica uma tendência de crescimento semelhante em todas elas, não sendo possível deduzir o que está na origem das diferenças encontradas entre elas. Isto, como explicado anteriormente, deve-se ao método de Taguchi variar as dosagens de todos os fatores simultaneamente em todas as misturas testadas.

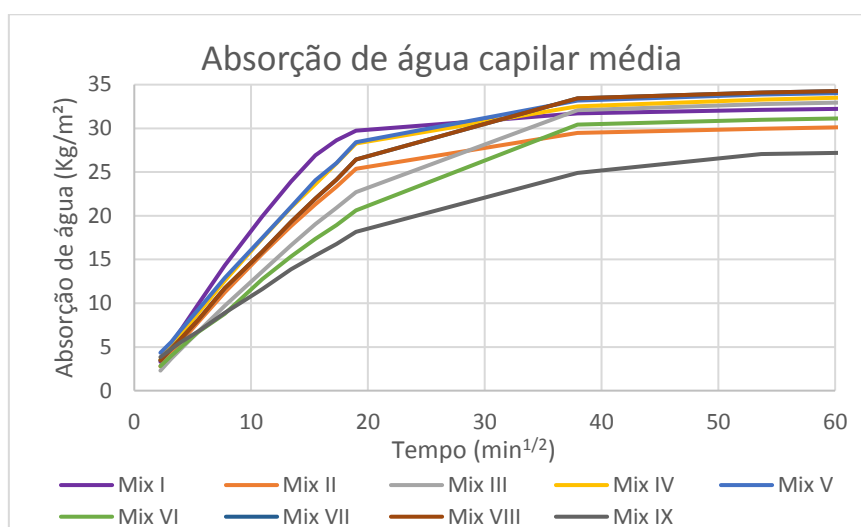


Figura 4.19 - Absorção de água por capilaridade de cada uma das misturas testadas

Quando existe uma menor quantidade de poros nos provetes é de esperar que a absorção de água capilar seja menor do que em provetes com superior porosidade aberta. A nano-sílica, por ser um material extremamente pequeno, promove estruturas de maior compacidade, devido à facilidade de preenchimento de vazios das nanopartículas, para além disso, a maior presença de nano-sílica é sinónimo de maior concentração de produtos CSH que aumentam a compacidade dos provetes. Como tal, a porosidade aberta dos provetes testados diminui com o aumento da dosagem da nano-sílica, como será demonstrado detalhadamente no capítulo seguinte. O coeficiente de capilaridade, acompanhando este raciocínio, é menor quando a dosagem de nano-sílica aumenta, como se verificou neste ensaio (Figura 4.20).

A micro-sílica acaba por ter a mesma tendência que a nano-sílica, tendo ela o mesmo comportamento de preenchimento de vazios, isto é, o reforço da dosagem de micro-sílica produz provetes com menores coeficientes de absorção de água (Figura 4.21). Pode-se pensar nesta questão imaginado que a micro-sílica preenche os vazios de maiores dimensões e os vazios de menores dimensões, que a micro-sílica não consegue colmatar, são preenchidos por nanopartículas de sílica. Comparando as Figuras 4.20 e 4.21, verificamos que a variação da

micro-sílica tem maior impacto na tendência de evolução deste parâmetro, o que vem a ser confirmado pelo método de Taguchi (Figura 4.23).

A redução da absorção de água com o aumento da dosagem de nano-sílica foi registrada no estudo de Palla *et al.* (2017), no qual se verificou uma redução entre 25 a 40 %, convergindo com os resultados demonstrados neste estudo, no que diz respeito a esta matéria.

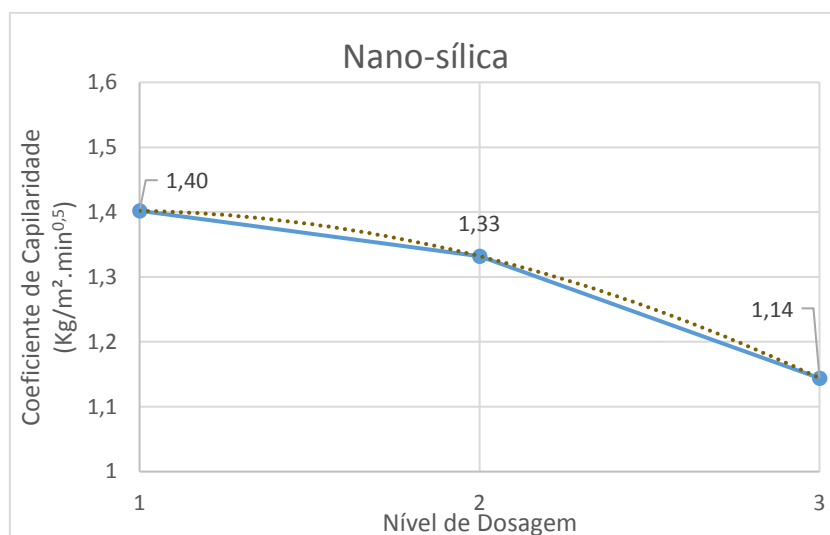


Figura 4.20 - Evolução do coeficiente de capilaridade com o aumento do nível da dosagem de Nano-sílica

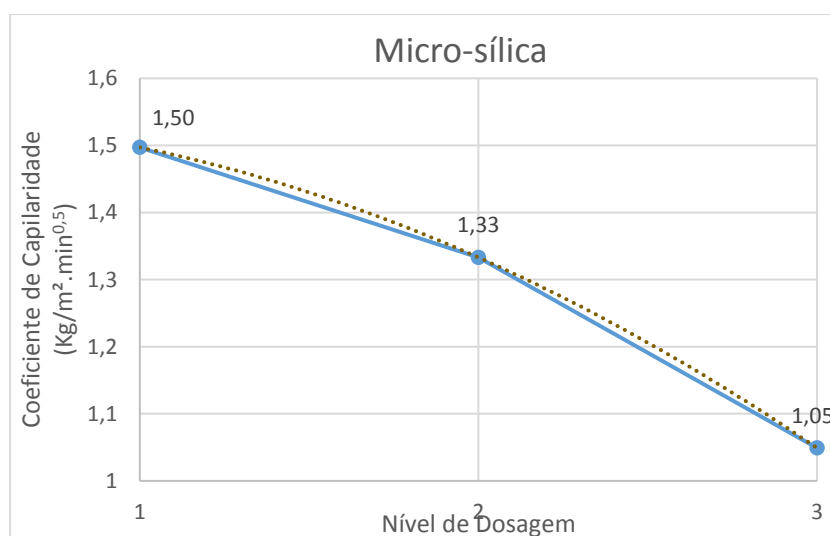


Figura 4.21 - Evolução do coeficiente de capilaridade com o aumento do nível da dosagem de Micro-sílica

O superplastificante apresentou resultados muito próximos para os três níveis de dosagens testados. Como tal, podemos considerar que este fator teve uma influência contante diretamente neste parâmetro (Figura 4.22). No entanto, estes resultados não apresentam grande significância na avaliação deste parâmetro como se pode verificar na Figura 4.23.

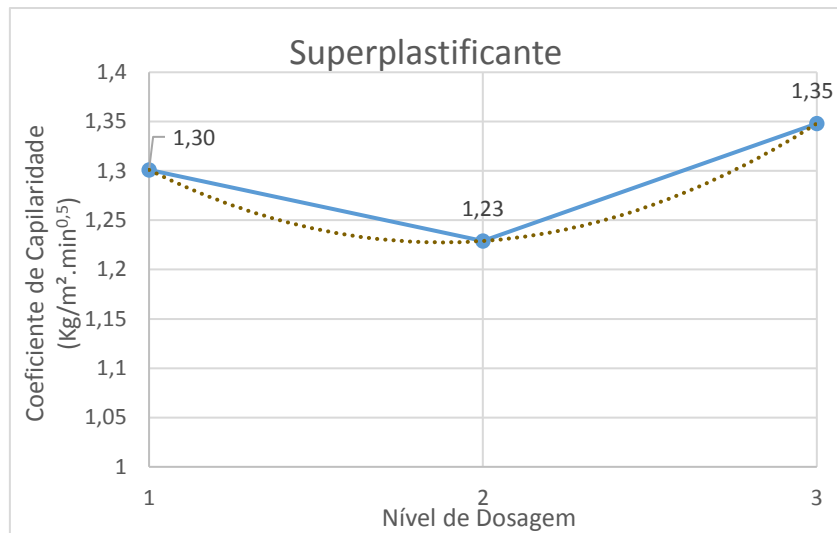


Figura 4.22 - Evolução do coeficiente de capilaridade com o aumento do nível da dosagem de Superplastificante

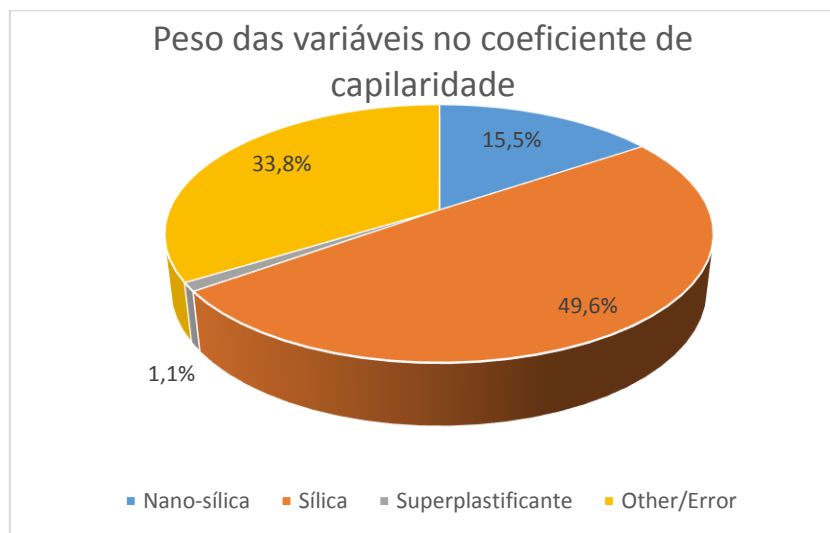


Figura 4.23 - Peso de cada variável nos valores do coeficiente de capilaridade

4.2.3 Secagem

A secagem dos provetes testados neste processo experimental foi feita de forma a caracterizar a secagem unidirecional em função do tempo sob um ambiente controlado. Segundo Gomes (2016), a secagem mencionada passa por três fases distintas. Uma primeira em que ocorre secagem estritamente capilar, a segunda fase é capilar e entra no domínio da higroscopicidade e a terceira fase que é totalmente higroscópica.

Inicialmente verifica-se o transporte de água líquida no interior dos provetes para a superfície de secagem por forças capilares, registrando o surgimento de várias gotículas na superfície referida, seguindo-se a evaporação dessas mesmas gotículas. Após cessar o surgimento de gotículas à

superfície considera-se terminada esta fase e finda a presença de água no estado líquido. Inicia-se, então, a secagem recuada para o interior dos provetes, fase essa que já não é observável, mas é validada analisando o gráfico da taxa de secagem onde ocorre uma redução da mesma devido ao maior percurso que tem de ser percorrido para o vapor se difundir. A terceira fase é estritamente higroscópica. Comparando com o estudo de Gomes (2016), verificam-se as fases descritas tal como no estudo presente.

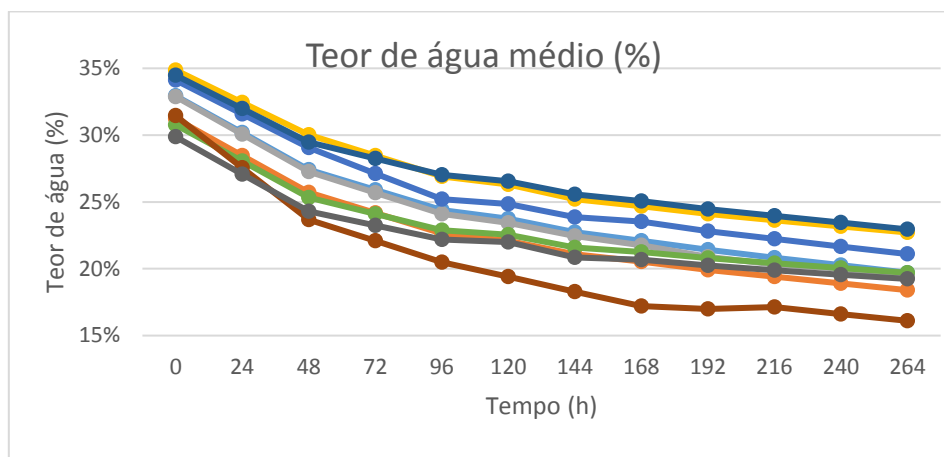


Figura 4.24 - Evolução do teor de água de cada uma das misturas testadas ao longo do tempo de secagem

Na Figura 4.24 é possível analisar as curvas de secagem, tendo em conta o teor de água médio em cada uma das misturas ao longo do tempo. Em comparação com outros estudos, apresentam-se tendências semelhantes e concordantes entre diferentes autores. Contudo, e mais uma vez, pouco se pode concluir daqui, devido ao método de Taguchi aplicado neste estudo, sendo necessário analisar as Figuras 4.25, 4.26 e 4.27 para individualizar a análise em relação a cada uma das três variáveis.

O facto de as alterações registadas na Figura 4.25 serem muito ténues dificulta a análise da influência da nano-sílica neste tipo de ensaio, resultando, à partida, numa análise inconclusiva. O mais importante que se retira desta análise é a queda na taxa de secagem comparando a dosagem de 0%, nível 1, com a adição de apenas 0,5%, nível 2, verificando-se a redução na capacidade de secagem dos provetes com adição de nano-sílica. No entanto, é possível constatar que os valores obtidos por Gouveia (2017) para as mesmas dosagens de nano-sílica (nível 2 como 0,5 % e nível 3 como 1 %) são semelhantes. No seu estudo, Gouveia testou a dosagem de 1,5% e 3% de nano-sílica, dosagens essas que não foram utilizadas no presente estudo, e relativamente à dosagem de 1 % ocorreu uma redução na taxa de secagem o que o levou a concluir que o aumento da dosagem de nano-sílica reduz a secagem dos provetes. Embora, os resultados obtidos em relação a este parâmetro sejam inconclusivos tendo em conta as dosagens utilizadas, o cruzamento com um estudo muito semelhante, permite constatar que ocorre uma redução na taxa de secagem para dosagens de nano-sílica superiores a 1 %.

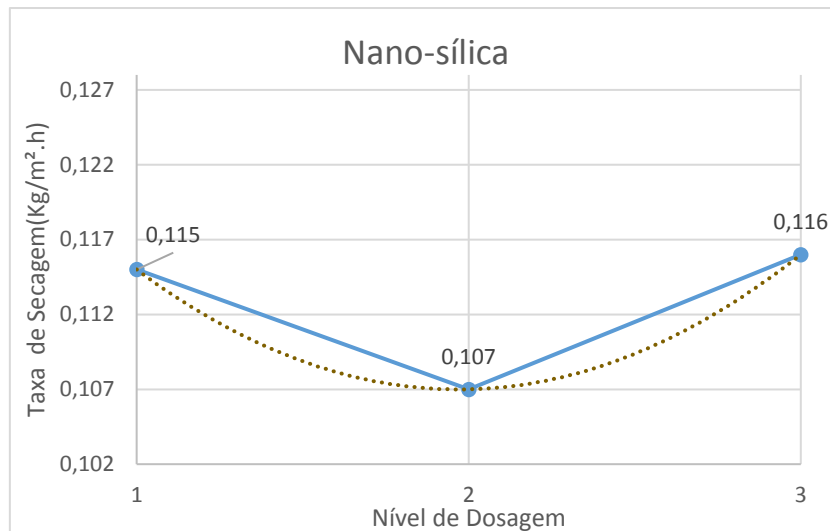


Figura 4.25 - Evolução da taxa de secagem com o aumento do nível da dosagem de Nano-sílica

Em relação à micro-sílica o registo é inverso ao anterior. A variação da taxa de secagem de uma mistura sem adição de micro-sílica para uma mistura em que se adiciona apenas 5 % de micro-sílica é positiva no que diz respeito à capacidade de secagem dos provetes no estado endurecido. Ao adicionar o dobro da dosagem anterior, isto é 10 %, ocorre uma pequena variação, deduzindo-se que ocorre uma estabilização da taxa de secagem acima dos 5% de micro-sílica, mas só testando dosagens maiores é que se poderia ter a certeza desta dedução (Figura 4.26).

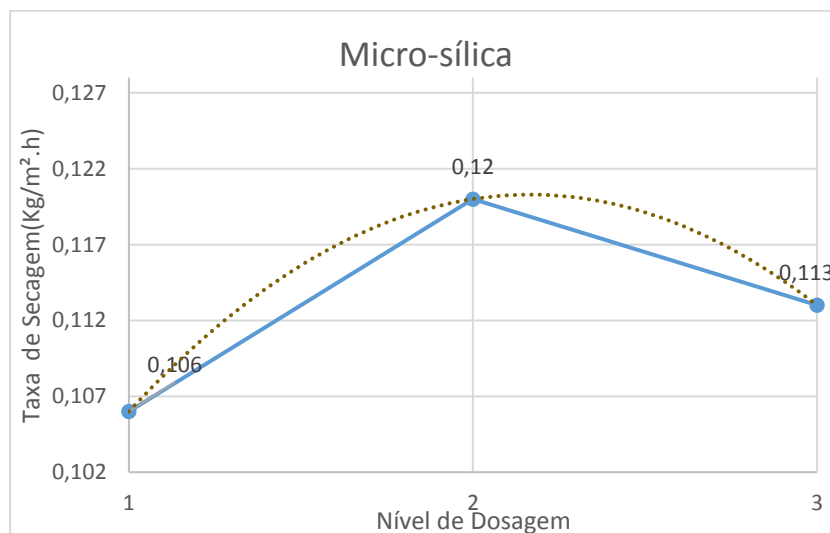


Figura 4.26 - Evolução da taxa de secagem com o aumento do nível da dosagem de Micro-sílica

Em relação ao superplastificante em pó registou-se uma queda acentuada na capacidade de secagem dos provetes que continham a dosagem nível 1 (0,1%) para aqueles que continham a dosagem nível 2 (0,25) e após essa ocorre um aumento pouco acentuado, podendo ser

considerado uma estabilização. A queda brusca pode ser associada ao facto do superplastificante promover alterações na microestrutura dos provetes endurecidos, reduzindo a taxa de secagem ao longo do tempo (Figura 4.27).

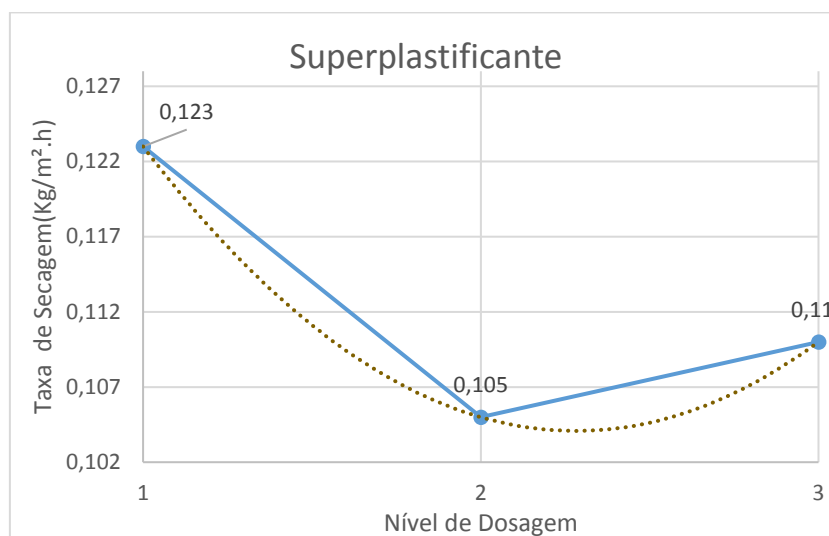


Figura 4.27 - Evolução da taxa de secagem com o aumento do nível da dosagem de Superplastificante

4.2.4 Massa Volúmica e Porosidade Aberta

A forma como a adição de nano e micro sílica influenciam a massa volúmica e a porosidade aberta, no estado endurecido das misturas, foi avaliada neste ensaio. As conclusões retiradas da simples análise da massa volúmica e porosidade aberta podem fornecer informação valiosa no que diz respeito ao comportamento sólido dos *grouts* e da eficiência da intervenção. A partir destes ensaios é possível tirar algumas deduções sobre a compacidade dos provetes e consequentemente da resistência mecânica e da capacidade de absorção e secagem de água, ensaio realizados nesta dissertação.

Em relação à massa volúmica pode-se concluir, pela análise da Figura 4.28, que ocorre um ligeiro aumento com o aumento de dosagem da nano-sílica. Esta tendência ocorre da mesma forma no que diz respeito à micro sílica (Figura 4.30). O facto de esta evolução ser muito ligeira deve-se à pequena massa e tamanho da micro sílica e especialmente da nano-sílica e à formação de produtos de hidratação que destas adições advêm. É por essa razão que se consegue identificar um aumento pequeno no geral, mas maior comparando a micro sílica com a nano-sílica, pois como sabemos, a massa e tamanho das partículas de micro sílica são substancialmente maiores que das nanopartículas. Estes ensaios validam-se mutuamente, pois, dado que a massa volúmica aumenta com o aumento da dosagem de adições, seria normal que a porosidade diminuísse, por ocorrência de um aumento na compacidade dos provetes. Verifica-se por comparação da Figura 4.28 e 4.29 para a nano-sílica e da Figura 4.30 e 4.31 para a micro sílica

o mencionado anteriormente. A quantidade de vazios existentes nos provetes evolui inversamente à massa volúmica dos mesmos.

A adição de nano-sílica, devido ao seu reduzido tamanho e ao efeito de *filler*, promove um rearranjo na estrutura física das misturas que são mais homogêneas no estado endurecido, aumentando a densidade e compacidade das mesmas. Essas misturas exibem uma porosidade inferior à que exibiam previamente à adição da nano-sílica e da micro-sílica neste caso em estudo (Haruehansapong *et al*, 2017).

O efeito otimizante das adições utilizadas neste estudo, e o resultado obtido na média em que ocorre uma redução na porosidade dos provetes testados vai ao encontro dos ensaios experimentais acústicos levados a cabo por Barkoula. A monitorização da emissão e receção sonora através de provetes contendo nano-sílica apontou para uma redução semelhante à analisada neste estudo quando se aumentam as dosagens de adição das nanopartículas (Barkoula *et al*, 2016).

Como seria de esperar, o superplastificante aumenta ligeiramente a massa volúmica, pois devido à sua função dispersante, promove a quantidade de água livre nas misturas, água essa que proporciona mais reações de hidratação com as sílicas, promovendo a formação de maiores quantidades de produtos CSH. Por outro lado, a formação destes produtos reduz a porosidade com o aumento dos níveis de superplastificante, como se pode verificar comparando a Figura 4.32 e a Figura 4.33.

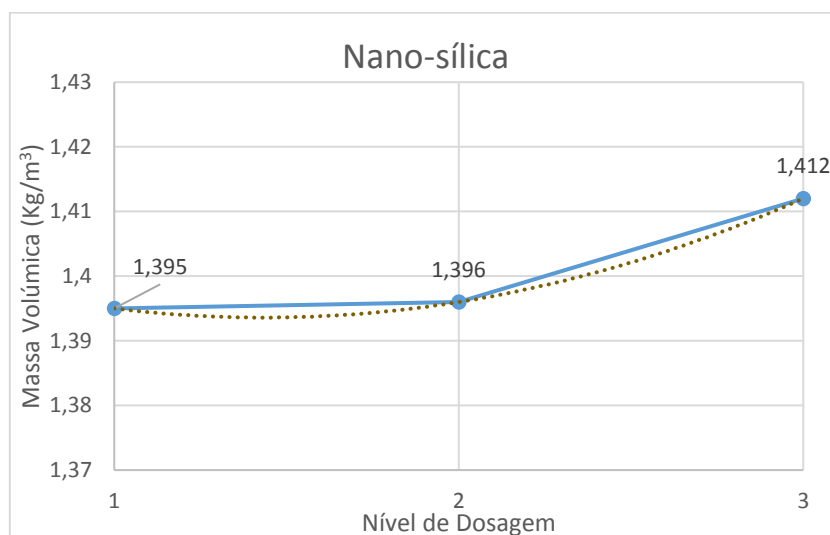


Figura 4.28 - Evolução da massa volúmica com o aumento do nível da dosagem de Nano-sílica

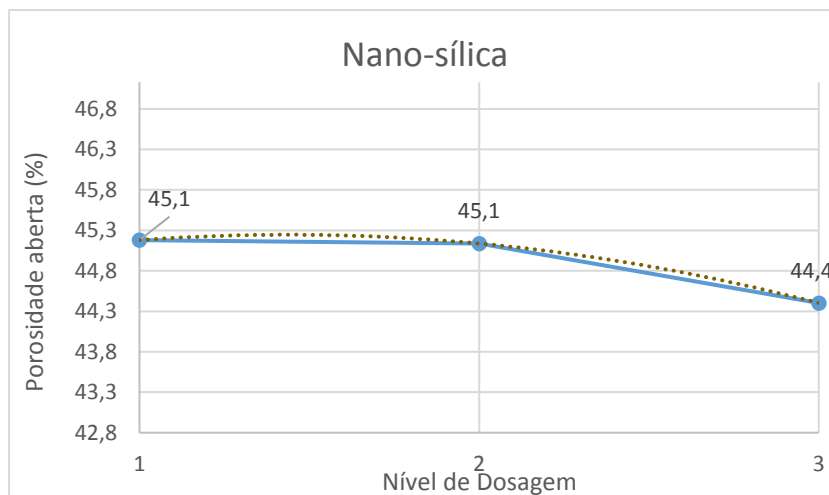


Figura 4.29 - Evolução da porosidade aberta com o aumento do nível da dosagem de Nano-sílica

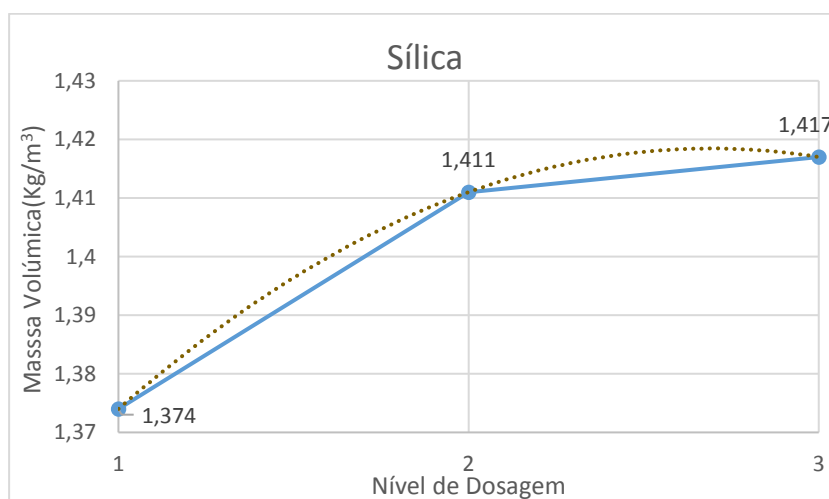


Figura 4.30 - Evolução da massa volúmica com o aumento do nível da dosagem de Sílica

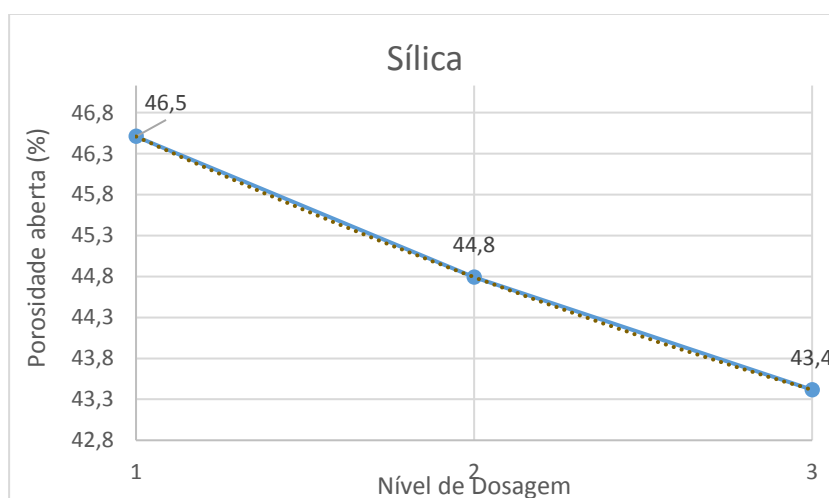


Figura 4.31 - Evolução da porosidade aberta com o aumento do nível da dosagem de Sílica

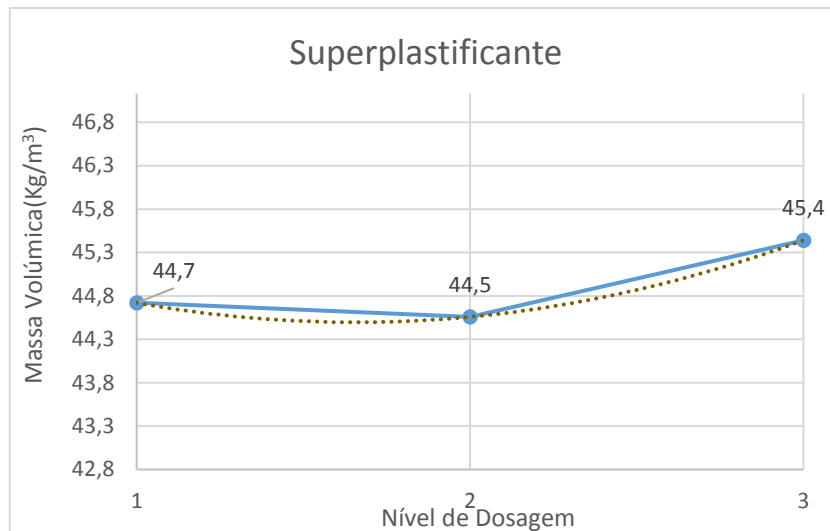


Figura 4.32 - Evolução da massa volúmica com o aumento do nível da dosagem de Superplastificante

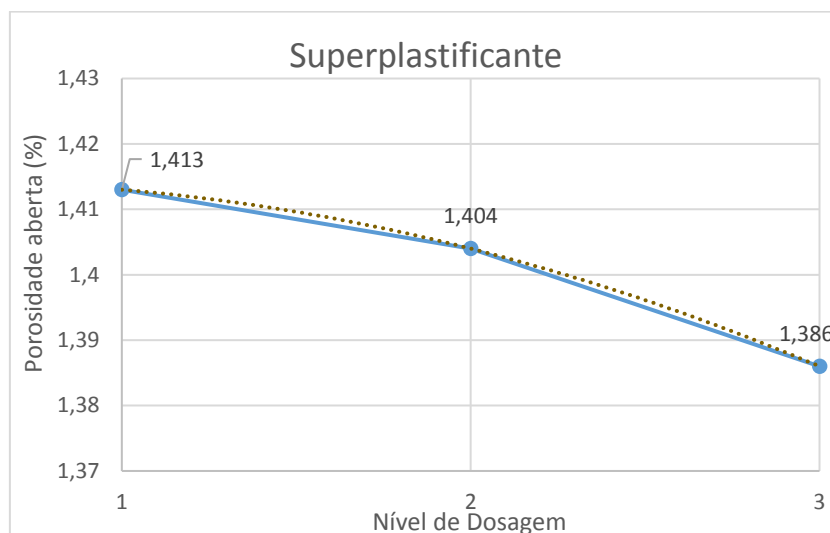


Figura 4.33 - Evolução da porosidade aberta com o aumento do nível da dosagem de Superplastificante.

4.2.5 Resistência aos Cloretos

Neste ensaio, foi quantificado o estado de degradação dos provetes submetidos a ciclos de imersão numa solução de cloreto de sódio e de secagem numa estufa a 100°C. Essa quantificação foi feita visualmente numa escala de 1 a 5, detalhada no capítulo 3.4.2.6, e acompanhada pelo registo fotográfico de todos os ciclos. Desta forma, registaram-se os resultados num espectro de degradação de forma a identificar as tendências de degradação das misturas (Tabela 4.1). Não foi possível fazer uma avaliação quantitativa medindo as perdas de massa, devido à forma como estes provetes se degradaram, pois de ciclo para ciclo, não ocorria apenas erosão superficial, mas sim rotura parcial e total dos provetes. Os ciclos levaram os provetes à rotura em pedaços e não à erosão superficial contínua como averiguado em outros estudos.

Tabela 4.1 - Quantificação da degradação das misturas

	1º	2º	3º	4º	5º	6º	7º	8º	9º	10º
M I 4	0	0	0	0	0	1	1	2	3	4
M I 5	0	0	0	0	1	1	2	3	3	3
M I 6	0	0	0	0	2	2	3	4	4	5
M II 1	0	0	0	0	0	0	0	1	1	1
M II 2	0	0	0	0	0	0	1	1	1	1
M II 3	0	0	0	0	0	0	0	1	1	1
M III 5	0	0	0	0	0	0	1	1	1	1
M III 6	0	0	0	0	0	0	1	1	1	1
M III 7	0	0	0	0	0	0	0	0	1	1
M IV 5	0	0	0	0	0	0	0	0	1	1
M IV 6	0	0	0	0	0	0	1	1	1	1
M IV 7	0	0	0	0	0	0	1	1	1	1
M V 1	0	0	1	1	2	2	2	2	2	2
M V 2	0	1	1	2	3	4	4	4	5	5
M V 3	0	0	1	1	1	2	2	3	4	5
M VI 1	0	0	0	1	1	2	2	3	3	5
M VI 2	0	1	1	1	2	2	3	3	4	5
M VI 3	0	0	1	1	2	2	3	3	4	5
M VII 5	0	0	1	1	1	1	2	2	3	3
M VII 6	0	0	1	1	1	1	1	2	2	3
M VII 7	0	1	1	1	1	2	2	2	3	4
M VIII 1	1	1	1	1	2	3	4	4	5	5
M VIII 5	1	1	1	1	2	2	3	4	4	5
M VIII 7	1	2	2	3	4	4	5	5	5	5
M IX 3	0	0	0	1	1	2	2	3	4	5
M IX 6	1	1	1	1	2	2	3	4	4	4
M IX 7	0	1	1	1	1	2	2	3	4	5

Através do método de Taguchi, demonstrou-se que o aumento da dosagem da nano-sílica prejudica os provetes no que diz respeito à resistência ao ataque de cloretos, como se verifica na Figura 4.34. Estes resultados são opostos aos obtidos por Gouveia (2017), que refere que a nano-sílica e o aumento da sua dosagem têm impacto positivo nos provetes submetidos aos cloretos. Os resultados obtidos por este autor seriam expectáveis de acontecer no presente trabalho. Esta contrariedade está provavelmente associada ao facto de os provetes possuírem microfissuras, dificilmente visíveis pelo olho humano, geradas no processo de cura, em que os *grouts* se encontravam inseridos nos moldes.

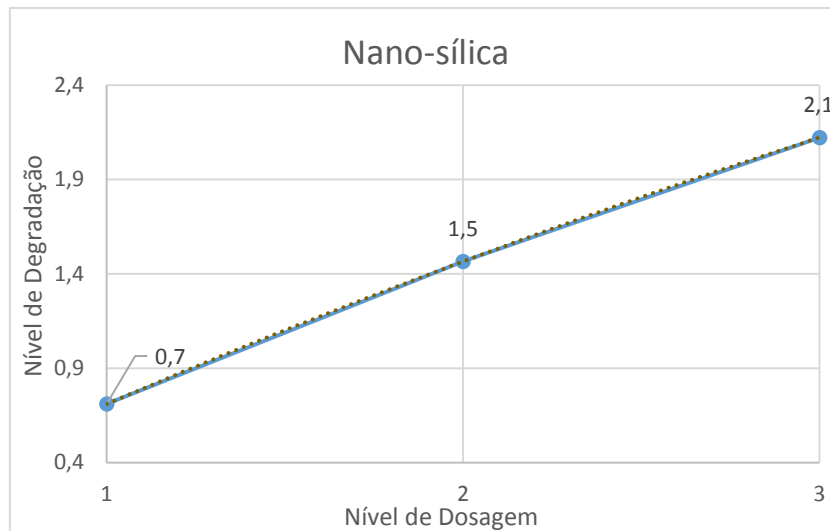


Figura 4.34 - Evolução do nível de degradação com a dosagem de Nano-sílica

Por outro lado, a micro-sílica apresenta uma tendência ligeiramente diferente, em que a menor dosagem continua a ser a que mais favorece a resistência aos cloretos, a par da nano-sílica, mas a evolução da dosagem de 5% (nível 2) para 10% (nível 3) é ligeiramente positiva. Sendo assim, é possível identificar um intervalo de dosagem de micro-sílica que prejudica especificamente este parâmetro que será por volta dos 5 a 7% de sílica (Figura 4.35). No geral, e tendo em conta que o aumento inicial é mais substancial, podemos considerar que o aumento na dosagem da micro-sílica promove uma maior degradação nos provetes.

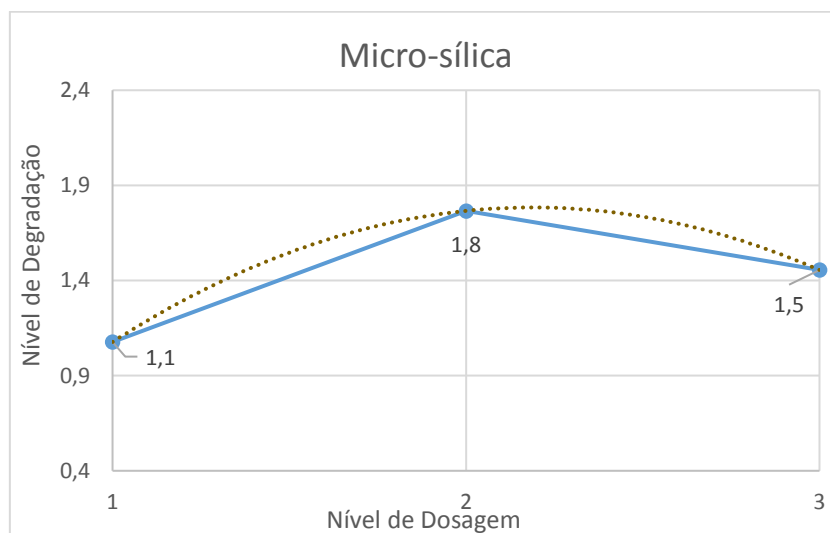


Figura 4.35 - Evolução do nível de degradação com a dosagem de Micro-sílica

Note-se, no entanto, que os níveis de degradação por influência da sílica são próximos, o que demonstra o peso menor deste fator no ensaio, ao contrário da nano-sílica que demonstra resultados bastante diferentes variando a sua dosagem. Este facto vem a ser confirmado através no método de Taguchi, como se ilustra na Figura 4.36.

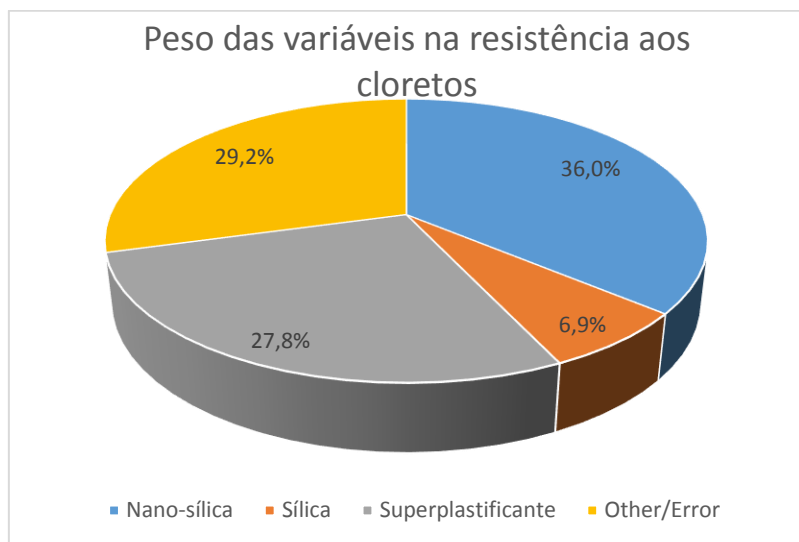


Figura 4.36 – Influência de cada variável na resistência aos cloretos

Em relação ao superplastificante em pó utilizado nas misturas, verifica-se que tem uma forte influência na avaliação deste parâmetro. Uma fraca dosagem deste constituinte traduz um maior nível de degradação dos provetes em relação ao ataque por parte de cloretos. Maiores dosagens deste constituinte promove uma maior resistência face aos cloretos, sendo os níveis de degradação menores. Para tirar melhor partido deste agente dispersante, não é eficiente aumentar a sua dosagem ao máximo (nível 3- 0,35%), sendo o nível 2 a dosagem ótima entre as que foram testadas (Figura 4.37).

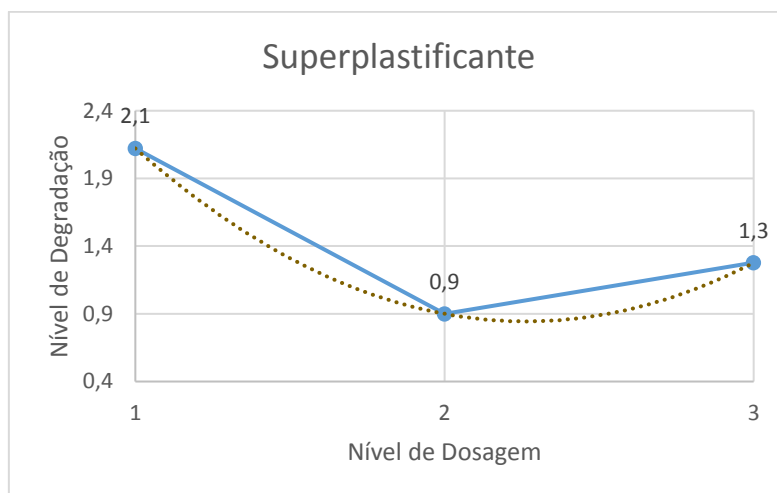


Figura 4.37 – Evolução do nível de degradação com a dosagem de Superplastificante

4.2.6 Termogravimetria

Neste ensaio foram obtidos resultados relativamente à perda de massa nos provetes provocada por três fenómenos distintos, descritos detalhadamente no capítulo 3.4.2.7. Esses fenómenos verificam-se em gamas de temperatura diferentes e são observáveis na Figura 4.38, representados pelos picos do gráfico.

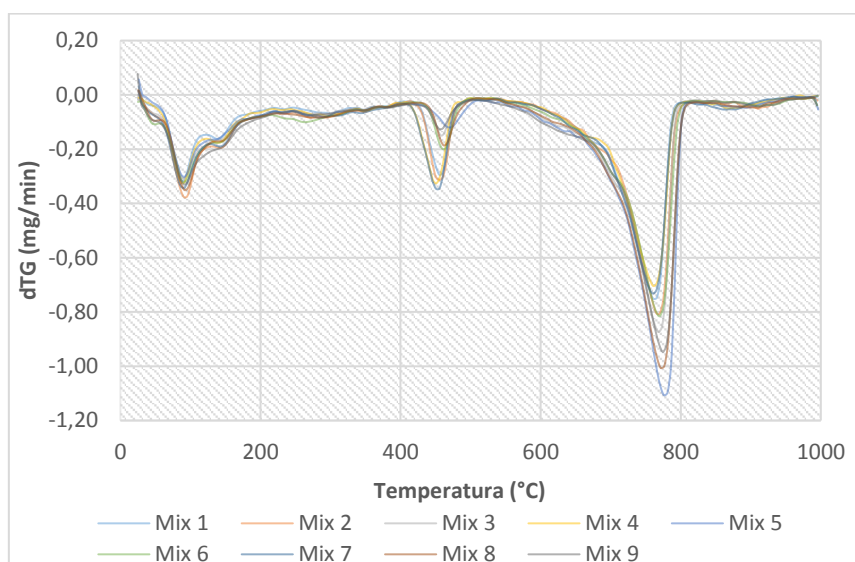


Figura 4.38 – Curvas dTG de todas as misturas consideradas

O fenómeno mais importante e, portanto, aquele que foi estudado, ocorre por volta dos 455°C e denomina-se desidroxilação do hidróxido de cálcio. Este processo foi quantificado através da perda de massa que foi registada à temperatura em epígrafe. Recorrendo ao método de Taguchi avaliou-se de que forma as dosagens dos constituintes afetam a perda de massa nesta fase do ensaio termogravimétrico.

A adição de nano-sílica e o aumento da sua dosagem nas misturas sujeitas ao ensaio termogravimétrico tem um ínfimo impacto na evolução da perda de massa, como se pode ver na figura 4.39. Por outro lado, a adição de micro-sílica e aumento da sua dosagem tem efeitos bem mais expressivos. A adição de 5% de micro-sílica impõe uma redução na perda de massa em cerca de 12 % (Figura 4.40). O aumento na dosagem de micro-sílica provoca uma maior reatividade pozolânica com os silicatos presentes na mistura, ocorrendo um maior consumo de compostos de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ levando a uma menor perda de massa a esta temperatura. O processo descrito acima foi explicado e demonstrado experimentalmente por Lanas (2014). As fracas dosagens de nano-sílica utilizadas, não permitem observar este processo, no entanto, comparando com o estudo de Gouveia (2017), é visível a redução da perda de massa, nesta fase do ensaio, aquando do aumento da dosagem de nano-sílica.

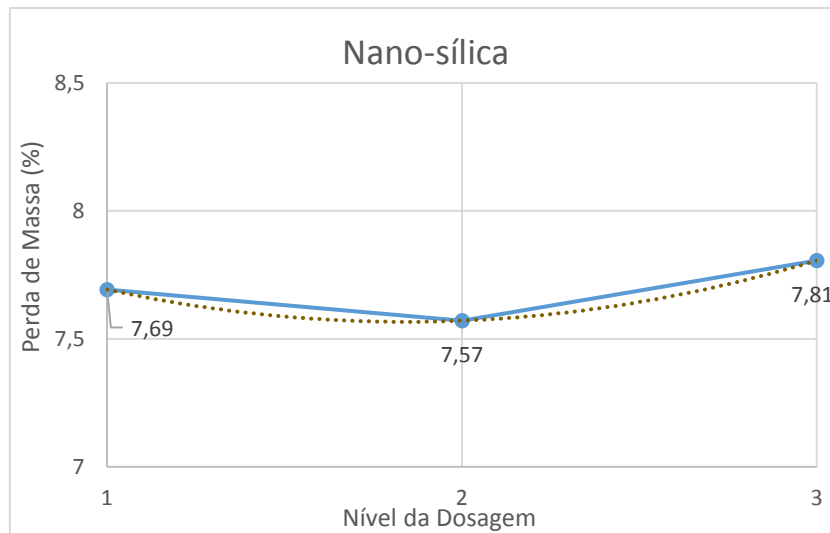


Figura 4.39 – Evolução da perda de massa com a dosagem de Nano-sílica

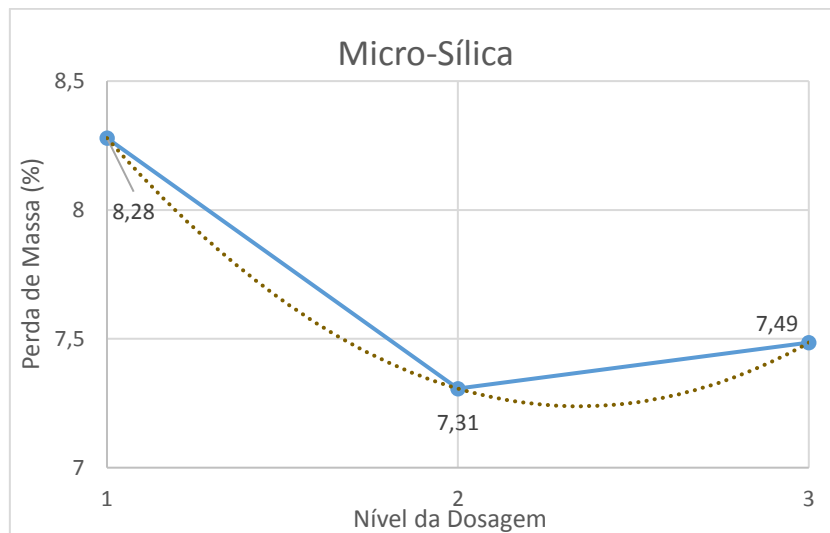


Figura 4.40 – Evolução da perda de massa com a dosagem de Micro-sílica

5 Conclusão e Desenvolvimentos Futuros

Este capítulo reserva-se a apresentar as ilações retiradas ao longo da campanha experimental julgando a generalidade da presente dissertação e correlacionando os conceitos apresentados e desenvolvidos.

Finalmente, serão enumeradas sugestões tidas como importantes para alcançar futuros progressos através do desenvolvimento de novos trabalhos que sigam os ideais deste.

5.1 Conclusões Gerais

Em relação ao ensaio no estado fresco, conclui-se que as adições de micro sílica e nano-sílica prejudicam a trabalhabilidade e injetibilidade dos *grouts*.

O aumento das dosagens destas adições leva ao incremento da tensão de cedência, viscosidade plástica e consistência das misturas, teoricamente dificultando ou impossibilitando a injeção das mesmas. No entanto, a utilização de superplastificante em pó permite a redução da tensão de cedência e viscosidade plástica, devolvendo a consistência normal num *grout*. Para além disto, o superplastificante em pó provou ser mais eficaz do que o superplastificante líquido utilizado em outros estudos na medida em que ao ser introduzido na mistura em seco facilita o processo de amassadura pelo fato de não se desenvolver tão facilmente a formação de grumos aquando do contacto do ligante com a água de amassadura. Conclui-se ainda que a dosagem de superplastificante não deve ser exagerada de forma a não provocar instabilidade na mistura, pois quando tal acontece é expectável uma separação da componente sólida da parcela líquida.

Apesar de não se ter realizado o ensaio de injetabilidade, é possível prever que a nano-sílica, como material de reduzida granulometria, ao ser incorporada no grout possibilite uma melhoria no que diz respeito à penetração do mesmo em meios como reduzida porometria, e consequentemente, reduzida permeabilidade. No estado endurecido foram realizados vários ensaios com o objetivo de analisar o comportamento conjunto da micro e nano-sílica e de que forma o superplastificante, bastante positivo no estado fresco, influencia os parâmetros endurecidos.

Conclui-se que o tamanho fortemente diferenciado entre as sílicas utilizadas desempenha um papel fundamental na melhoria das propriedades estudadas. Ocorre uma perfeita simbiose em que a nano-sílica colmata as falhas da sílica e vice-versa. No entanto, alguns parâmetros em que a utilização da micro-sílica desempenha uma função prejudicial, a nano-sílica reforça essa tendência.

A adição de nanopartículas e micropartículas de sílica aumentam a massa volúmica dos grouts, devido ao preenchimento de vazios maiores por parte da micro-sílica e de vazios à escala nano

pela nano-sílica. Com isto, a porosidade dos grouts é fortemente afetada, sendo bastante reduzida.

Como a porosidade é reduzida, existem outros parâmetros diretamente influenciados: a resistência mecânica e a absorção e evaporação de água. Em primeiro lugar, como a compacidade dos provetes com micro-sílica e nano-sílica é muito maior, existe uma maior resistência à compressão dos grouts, sendo possível submetê-los a forças compressivas maiores atingindo a rotura mais tarde.

Em relação à absorção de água, como existem menos poros disponíveis a permeabilidade do grout é menor e a absorção de água por capilaridade em função do tempo é menor. O ensaio termogravimétrico revela que os aumentos das dosagens de sílica permitem maiores perdas de massa na fase de desidroxilação do hidróxido de cálcio, o que atesta a significativa pozolanidade destes constituintes.

É então preciso atender ao facto que um aumento das dosagens de superplastificante, no geral, significa uma contrariedade aos benefícios apresentados por parte da micro sílica e da nano-sílica, existindo muitas vezes um intervalo ótimo de dosagem para utilização deste agente dispersante.

A maior exceção à positividade da utilização conjunta da micro e nano-sílica é o ataque por parte dos cloretos, que revelam ser mais severos quanto maior a dosagem destas adições. Verificou-se que o aumento destas desenvolve maior degradação nos provetes.

Na tabela seguinte apresenta-se uma síntese da evolução dos resultados dos ensaios realizados para cada um dos parâmetros.

Tabela 5.1 – Síntese dos resultados dos ensaios realizados.

	Evolução		
	Nanosílica	Micro sílica	Superplastificante
Tensão de Cedência	↗	↗	↘
Viscosidade Plástica	↗	↗	↘
Consistência	↗	↗	↘
Resistência à compressão	↗	↗	↘
Absorção por capilaridade	↘	↘	=
Secagem	Inconclusivo	↗	↘
Massa Volúmica	↗	↗	=
Porosidade Aberta	↘	↘	↘
Resistência aos Cloretos	↘	↘	↗
Termogravimetria (pozolanidade)	↗	↗	Inconclusivo

5.2 Desenvolvimentos Futuros

Chegando-se ao término desta dissertação é imperativa a necessidade de construir um cordão para que se possa continuar o trabalho aqui desenvolvido, visando sempre a melhoria das técnicas existentes.

O método de Taguchi aplicado fornece uma mistura ótima para cada ensaio realizado, teoricamente maximizando o parâmetro avaliado. Como tal, sugere-se a realização dessas misturas em laboratório, e a realização dos ensaios em questão comparando os valores obtidos pelo método com os valores reais experimentais.

Numa segunda reflexão, sugere-se a realização de ensaios de injetibilidade para avaliar o comportamento conjunto da micro e nano em relação a esse parâmetro.

Por último, sugere-se a realização do estudo de outras propriedades equitativamente importantes na complementação da caracterização de grouts com micro e nano sílica, tais como, porometria, aderência, estabilidade, retração, retenção de água, e resistência à tração por flexão.

Referências bibliográficas

- Abreu, G. B., Mota, S., Costa, M., Gumieri, A. G., Márcio, J., & Calixto, F. (2017). Mechanical properties and microstructure of high performance concrete containing stabilized nano-silica. *Revista Matéria*, 1517–7076.
- Appleton J., (2003) “Reabilitação de Edifícios Antigos. Patologias e Tecnologias de Intervenção”, Lisboa: Edições Orion.
- Baltazar, L. G., Henriques, F. M. A., & Jorne, F. (2012). Optimisation of flow behaviour and stability of superplasticized fresh hydraulic lime grouts through design of experiments. *Construction and Building Materials*, 35, 838–845.
- Baltazar, L. G., Henriques, F. M. A., Jorne, F., & 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, 127–138.
- Baltazar, L. G., Henriques, F. M. A., Jorne, F., & Cidade, M. T. (2014). Combined effect of superplasticizer, silica fume and temperature in the performance of natural hydraulic lime grouts. *Construction and Building Materials*, 50, 584–597
- Barnes, H. A. (2000). *A Handbook of Elementary Rheology*. Institute of Non-Newtonian Fluid Mechanics - University of Wales..
- Barkoula, N. M., Ioannou, C., Aggelis, D. G., & Matikas, T. E. (2016). Optimization of nano-silica's addition in cement mortars and assessment of the failure process using acoustic emission monitoring. *Construction and Building Materials*, 125, 546–552.
- Behfarnia, K., & Rostami, M. (2017). Effects of micro and nanoparticles of SiO₂ on the permeability of alkali activated slag concrete. *Construction and Building Materials*, 131, 205–213.
- Binda, L., Modena, C., Baronial, G., & Abbaneol, S. (1997). Repair and investigation techniques for stone masonry walls. *Construction and Building Materials*, 11(3), 133–142.
- Bras, A., Henriques, F. M. A., & Cidade, M. T. (2010). Effect of environmental temperature and fly ash addition in hydraulic lime grout behaviour. *Construction and Building Materials*, 24(8), 1511–1517
- Cardoso, T. (2015). *Influência da exsudação e da perda de água nas propriedades reológicas de grouts*. Dissertação Para Obtenção Do Grau de Mestre Em Engenharia Civil, Faculdade de Ciências e Tecnologia Da Universidade Nova de Lisboa, Portugal.
- CEN (1999) EN 1015-11: Methods of test for mortar for masonry, part 11. Determination of flexural and compressive strength of hardened mortar.
- CEN (2002) EN 1015-18: Methods of test for mortar for masonry, part 18. Determination of water absorption coefficient due to capillary action of hardened mortar.
- CEN (2013) EN 16322: Conservation of cultural heritage. Test methods. Determination of drying properties.
- Drexler KE, Peterson C, & Pergamit G. *Unbounding the future: the nanotechnology revolution*. New York: William Morrow; 1991
- Duran, A., Navarro-Blasco, I., Fernández, J. M., & Alvarez, J. I. (2014). Long-term mechanical resistance and durability of air lime mortars with large additions of nanosilica. *Construction and Building Materials*, 58, 147–158.
- Faria, P., Silva, V., Grilo, J., Carneiro, J., Branco, T., Mergulhão, D., & Antunes, R. (2011).

- Argamassas compatíveis com alvenarias históricas com base em cal hidráulica natural. In Conferência Internacional sobre Reabilitação de Estruturas Antigas de Alvenaria.
- Gelmi A., Modena C., Rossi P.P., & Zaninetti A., (1993) "Mechanical characterization of stone masonry structures in old urban nuclei", 6th North American Masonry Conference, Philadelphia, Pennsylvania, June 6-9, 505-516.
- Ghafari, E., Ghahari, S. A., Feng, Y., Severgnini, F., & Lu, N. (2016). Effect of Zinc oxide and Al-Zinc oxide nanoparticles on the rheological properties of cement paste. *Composites Part B: Engineering*, 105, 160–166.
- Gomes, J. (2016). Caracterização experimental do comportamento reológico e mecânico de grouts com hidrófugo vegetal. Dissertação para Obtenção do Grau de Mestre em Engenharia Civil, Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa, Portugal.
- Gouveia, T. (2017). Grouts de injeção com nanopartículas de sílica na consolidação de alvenarias antigas. Dissertação para Obtenção do Grau de Mestre em Engenharia Civil, Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa, Portugal.
- Güneyisi, E., Gesoglu, M., Azez, O. A., & Öz, H. Ö. (2016). Effect of nano silica on the workability of self-compacting concretes having untreated and surface treated lightweight aggregates. *Construction and Building Materials*, 115, 371–380.
- Haruehansapong, S., Pulngern, T., & Chucheepsakul, S. (2017). Effect of nanosilica particle size on the water permeability, abrasion resistance, drying shrinkage, and repair work properties of cement mortar containing nano-SiO₂. *Advances in Materials Science and Engineering*, 2017, 1–12.
- Henriques, F. (2005). A Conservação do Património Histórico Edificado. LNEC, Laboratório Nacional de Engenharia Civil.
- Henriques, F. (2011). Humidade em Paredes. LNEC, Laboratório Nacional de Engenharia Civil.
- Hommer, H (2009) Interaction of polycarboxylate ether with sílica fume
- IPQ (2001) NP EN 12370: Métodos de ensaio para pedra natural. Determinação da resistência à cristalização de sais.
- IPQ (2008) NP EN 1936: Métodos de ensaio para pedra natural. Determinação das massas volúmicas real e aparente e das porosidades total e aberta.
- IPQ (2011) NP EN 459-1: Cal de construção, parte 1 – Definições especificações e critérios de conformidade.
- IPQ (2015). NP 4220: Pozolanas para betão, argamassas e caldas - Definições requisitos e verificação da conformidade
- Jorne, F., Henriques, F. M. A., & Baltazar, L. G. (2012). Análise das propriedades de grout endurecido. 4º Congreso de Patología Y Rehabilitación de Edificios
- Jorne, F., Henriques, F. M. A., & Baltazar, L. G. (2015) Injection capacity of hydraulic lime grouts in different porous media. *Materials and Structures* 48:2211–2233
- Jorne, F., & Henriques, F. M. A. (2016). Evaluation of the grout injectability and types of resistance to grout flow. *Construction and Building Materials*, 122, 171–183.
- Koohestani, B., Belem, T., Koubaa, A., & Bussière, B. (2016). Experimental investigation into the compressive strength development of cemented paste backfill containing Nano-silica. *Cement and Concrete Composites*, 72, 180–189.
- Lanas, J., Bernal, J. L. P., Bello, M. A., & Galindo, J. I. A. (2004). Mechanical properties of natural hydraulic lime-based mortars. *Cement and Concrete Research*, 34(12), 2191–2201.
- Leaflet, T. (2008). Mode of Action of Superplasticizers for cement based construction materials. BASF, The Chemical Company, March.

- Martínez, I., Castillo, A., Martínez, E., & Castellote, M. (2013). Physico-chemical material characterization of historic unreinforced masonry buildings: The first step for a suitable intervention. *Construction and Building Materials*, 40, 352–360.
- Mohammed, A. S. (2017). Effect of temperature on the rheological properties with shear stress limit of iron oxide nanoparticle modified bentonite drilling muds. *Egyptian Journal of Petroleum*, 26(3), 791–802.
- Nazari, A., Riahi, S., Riahi, S., Shamekhi, S. F., & Khademno, A. (2010). Influence of Al₂O₃ nanoparticles on the compressive strength and workability of blended concrete. *Journal of American Science*, 6(5), 6–9.
- Ofori, G. (2007). Construction in Developing Countries. *Construction Management and Economics*, 25(1), 1–6.
- Olar, R. (2011). Nanomaterials and Nanotechnologies for Civil Engineering. *Bulletin of the Polytechnic Institute of Iasi - Construction. Architecture Section*, 61(4), 109–117.
- Oliveira, B. (2010). Análise numérica da representatividade de ensaios com macacos planos em paredes de alvenaria de pedra. Dissertação para Obtenção do Grau de Mestre em Engenharia Civil, Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto, Portugal.
- Palla, R., Karade, S. R., Mishra, G., Sharma, U., & Singh, L. P. (2017). High strength sustainable concrete using silica nanoparticles. *Construction and Building Materials*, 138, 285–295.
- Piotrowski, D., & Cierniewski, C. (1982). Introduction to rheology. *Acta Haematologica Polonica*, 13((3-4)), 177–186.
- Roque J., (2002) Reabilitação Estrutural de Paredes Antigas de Alvenaria, Dissertação de Mestrado em Engenharia Civil, Universidade do Minho.
- Roy, Ranjit K. Design of experiments using the Taguchi approach: 16 steps to product and process improvement. New York, John Wiley & Sons, Inc, 2001
- Sanchez, F., & Sobolev, K. (2010). Nanotechnology in concrete - A review. *Construction and Building Materials*, 24(11), 2060–2071.
- Santosh, B. S., & Madhavi, T. P. (2015). Nanomaterials-Application and Techniques in Civil Engineering. *Journal of Civil Engineering and Environmental Technology*, 2(5), 456–460.
- Senff, L., Ascensão, G., Hotza, D., Ferreira, V. M., & Labrincha, J. A. (2016). Assessment of the single and combined effect of superabsorbent particles and porogenic agents in nanotitania-containing mortars. *Energy and Buildings*, 127, 980–990.
- Sequeira, A. C., Frede, D., & Gonçalves, P. (2007). Cal Hidráulica – Um ligante para a reabilitação. Martingança, Secil.
- Valluzzi M., (2007) On the vulnerability of historical masonry structures: analysis and mitigation, *Materials and Structures*, 40(7), 723-743.
- Veiga, M. R., & Faria, P. (1990). Revestimentos de ligantes minerais e mistos com base em cimento, cal e resina sintética. Curso de Especialização Sobre Revestimentos de Paredes. 1o Módulo. Retrieved from
- Vikan H (2005) Rheology and reactivity of cementitious binders with plasticizers. Doctoral thesis, NTNU Norwegian University of Science and Technology, Trondheim
- Xu, S., Wang, J., & Sun, Y. (2015). Effect of water binder ratio on the early hydration of natural hydraulic lime. *Materials and Structures*, 48, 3431–3441.