



**Vítor Filipe Silva Antunes**

Licenciado em Ciências de Engenharia Civil

## **Influência do fíler no comportamento de mastiques betuminosos**

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

Orientador: Luís Quaresma, Professor Auxiliar Convidado, FCT-UNL

Coorientadora: Doutora Ana Cristina Freire, Investigadora Auxiliar, Departamento de Transportes do LNEC

Júri:

Presidente: Professor Doutor Nuno Guerra

Arguente: Professor Doutor Rui Micaelo

Vogais: Professor Luís Quaresma

Investigadora Doutora Ana Cristina Freire



FACULDADE DE  
CIÊNCIAS E TECNOLOGIA  
UNIVERSIDADE NOVA DE LISBOA

**Novembro 2013**



**Influência dos fíleres no comportamento dos mastiques betuminosos**

**Vítor Antunes**

**[2013]**

“Copyright” Vítor Filipe Silva Antunes, FCT/UNL e UNL

A Faculdade de Ciências e Tecnologias 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.



## **Citação**

Embora a “estrada”, em forma mais ou menos evoluída, seja tão velha como o homem, o mesmo não parece ter sucedido com o “pavimento”. (Pereira (a), 1971)



## **Agradecimentos**

Em primeiro lugar gostaria de agradecer ao meu orientador científico Professor Luís Quaresma e coorientadora científica Doutora Ana Cristina Freire, pela dedicação, amizade, incentivo e partilha de conhecimentos demonstrados e sem os quais não seria possível realizar este trabalho. Para além do já referido agradeço ainda, terem-me concedido a possibilidade de concretizar este estudo no Núcleo de Infraestruturas de Transportes do Laboratório Nacional de Engenharia.

Ao Laboratório Nacional de Engenharia Civil, na Pessoa do seu Presidente Investigador Coordenador Carlos Pina gostaria de expressar o meu reconhecimento pelos meios facultados e às varias pessoas que contribuíram direta ou indiretamente para a realização deste trabalho.

Ao Professor João Sotomayor do DQ FCT-UNL pela disponibilidade demonstrada, amizade, partilha de conhecimentos, interesse pelo tema e pela colaboração na realização de alguns ensaios e estudo de processos alternativos.

À Professora Lígia Castro do DCT FCT-UNL pela disponibilidade e abertura demonstrada para a realização dos ensaios, para além do interesse pelo tema e pela metodologia utilizada.

Às técnicas de laboratório do DQ FCT-UNL pela ajuda, adaptabilidade e paciência demonstrada na realização do trabalho.

À Doutora Eduarda do DCT FCT-UNL pela maneira ociosa, ajuda e interesse demonstrado pela realização do trabalho.

Ao Professor Fernando Pinho do DEC FCT-UNL pela recetividade e pela disponibilização de contactos para resolver alguns dos problemas que foram surgindo.

Ao Professor Rui Micaelo do DEC FCT-UNL pelo apoio prestado na obtenção de materiais, pelo interesse demonstrado pelo tema e pelo decorrer dos trabalhos.

À Professora Teresa Santana do DEC FCT-UNL, pela sua disponibilidade, amizade, ajuda e transmissão de conhecimentos.

À Doutora Elsa Vaz Pereira do Departamento de Materiais do LNEC pela sua disponibilidade, simpatia e transmissão de conhecimentos.

À Doutora Margarida Sá da Costa do Departamento de Materiais do LNEC pela sua disponibilidade, simpatia, interesse pelo tema em estudo e pela vontade demonstrada em colaborar no presente trabalho.

À equipa do NIT/DT do LNEC pelo companheirismo, simpatia, amizade, disponibilidade, ajuda, transmissão de conhecimentos e bons momentos passados no decorrer do trabalho.

Ao Sr. José Reimão pela ajuda, companheirismo, simpatia, amizade, disponibilidade e transmissão de conhecimentos no decorrer dos ensaios.

Às empresas CEPSA, PROBIGALP, LUSICAL, Paraíso da Pedra e SECIL pelos materiais fornecidos e que permitiram a realização deste trabalho.

Ao laboratório de análise químicas REQUIMTE FCT-UNL, em especial à Doutora Cátia Rodrigues pela transmissão de conhecimentos, simpatia, disponibilidade e ajuda prestada na realização de ensaios.

Ao Engenheiro Vítor Vermelhudo da SECIL pela disponibilidade na prestação de esclarecimentos.

À Engenheira Teresa Carvalho da CEPESA pela prontidão da resposta aquando da solicitação de materiais, pelos materiais concedidos e explicações efetuadas.

À Engenheira Cátia Duarte da PROBIGALP pelo encaminhamento dos materiais e pelos esclarecimentos prestados.

A todos os meus amigos e colegas que me apoiaram, em particular gostava de agradecer à Susana Sá, ao Rui Mendes, ao João Esteves, ao Licínio Cruz, à Laís Viana, ao David Costa e à Helena Almeida pela amizade e força concedida.

Por último, deixo o meu profundo agradecimento à minha família, em particular aos meus pais pelo incentivo e motivação evidenciados neste período e em especial à minha mãe por todo o esforço e paciência que sempre demonstrou para comigo.

# Influência do fíler no comportamento de mastiques betuminosos

## Resumo

As misturas betuminosas a quente, na fase do seu fabrico, são constituídas por materiais nos três estados de matéria diferentes, sendo estes: o estado sólido, no caso dos agregados e do fíler; o estado líquido para o ligante (betume); e o estado gasoso, para o ar que ocupa os espaços vazios existentes entre os materiais. Sendo que após a aplicação apresentarem apenas dois estados, sólido e gasoso, para o ar que preenche os vazios.

O fíler introduzido na mistura betuminosa tem essencialmente duas funções, a primeira trata-se de uma função estrutural, de preenchimento dos vazios deixados pelos agregados mais grossos; a segunda constitui uma função de interação com o betume, formando o mástico betuminoso.

O mástico betuminoso detém um elevado grau de importância na mistura betuminosa, uma vez que o comportamento deste material irá influenciar diversas características da mistura betuminosa, desde o processo de fabrico, à aplicação em obra e ao desempenho após entrada em serviço.

Ao longo dos últimos anos tem aumentado o interesse na reutilização de subprodutos industriais e de resíduos de construção e demolição eventualmente após processo de valorização, nomeadamente como constituintes de misturas betuminosas.

Assim pretende-se neste trabalho realizar um estudo sobre o fíler para avaliar quais as propriedades que têm influência no comportamento do mástico betuminoso.

Com o objetivo de responder ao interesse/necessidade de reutilização de subprodutos da indústria e fazer o estudo completo sobre as características, no presente trabalho avaliam-se propriedades físicas, químicas e mecânicas de diversos tipos de fíleres de modo a prever o seu comportamento. Para tal foram estudados nove fíleres, sendo destes dois provenientes da britagem de materiais rochosos, três são produtos comerciais com fabrico industrial, três são subprodutos industriais e um é um resíduo de construção e demolição.

De modo a verificar qual a influência do tipo de betume utilizado na produção dos mastiques betuminosos, no presente trabalho foram utilizados quatro betumes: dois puros e dois betumes modificados, um com recurso a um polímero e outro com recurso a um aditivo para melhorar a adesividade.

O estudo desenvolvido salienta a importância da rugosidade superficial das partículas, e consequentemente da superfície específica dos materiais, contribuindo para o incremento da variação da temperatura de amolecimento “anel e bola” dos mastiques fabricados e evidencia a inexistência de influência da composição química dos fíleres no comportamento dos mastiques betuminosos.

**PALAVRAS-CHAVE:** Mástico betuminoso, fíler, betume, betume modificado, características físicas e químicas, comportamento mecânico.



# **Influence of fillers on the behavior of bituminous mastics**

## **Abstract**

The hot mix bituminous, in their production phase, is composed by materials in three different states of matter, these being: a solid state, in the case of aggregates and filler; liquid state, to binder (bitumen); and gaseous, to the air occupying the voids between the materials. Since after application present only two states, solid and gas to the air that fills the voids.

The fillers introduced in the bituminous mixture have essentially two functions, the first one being a structural function, filling the voids left by the coarse aggregates, and the second one is a function of interaction with the bitumen, forming the bituminous mastic.

The bituminous mastic has a high degree of importance in the hot mix bituminous, since the behavior of the material will influence various characteristics of the bituminous mix from the process of production, the paving and compaction and after put into service.

Over the last few years has increased interest in reuse of industrial by-products and waste from construction and demolition possibly after valorization process, particularly as constituents of bituminous mixes.

Thus this paper aims to conduct a study on the fillers to assess which properties influence the behavior of the bituminous mastic.

In order to respond to the interest/need to reuse industry by-products and make the full study on the characteristics, in this paper are evaluate the physical, chemical and mechanical properties of various types of fillers are evaluated in order to predict their behavior. For this study were included a total of nine fillers, including two obtained from crushed rock material, three commercial products from industrial production, three industrial by-products and one is a construction and demolition waste.

In order to check the influence of the type of bitumen used in the production of bituminous mastics, in this work were used four bitumen's: two pure and two modified, one using a polymer and another using an additive to improve adhesion.

The study developed emphasizes the importance of surface roughness of the particles, and consequently specific surface of the material, contributing to the increase softening point temperature "ring and ball" made of the mastic and shows the absence of influence of the chemical composition of the fillers behavior of bituminous mastics.

**KEYWORDS:** Bituminous mastic, filler, bitumen, modified bitumen, physical and chemical characteristics, mechanical behavior.



# Índice

1. INTRODUÇÃO.....	- 1 -
1.1. Enquadramento.....	- 1 -
1.2. Objetivo.....	- 3 -
1.3. Metodologia do estudo.....	- 3 -
1.4. Estrutura da dissertação.....	- 4 -
2. REVISÃO DA LITERATURA.....	- 7 -
2.1. Considerações gerais.....	- 7 -
2.2. Pavimentos rodoviários.....	- 8 -
2.3. Misturas betuminosas a quente.....	- 11 -
2.4. Materiais constituintes das misturas betuminosas a quente.....	- 14 -
2.4.1. Ligante betuminoso.....	- 14 -
2.4.2. Agregados.....	- 17 -
2.4.3. Fíler.....	- 19 -
2.5. Principais aplicações das misturas betuminosas a quente.....	- 20 -
2.6. Interação fíler-betume.....	- 21 -
2.6.1. Determinação do incremento de viscosidade como função da concentração de fíler.....	- 22 -
2.6.2. Influência das características químicas do fíler na resposta do mastique.....	- 32 -
2.6.3. Influência da forma e da dimensão da partícula de fíler no comportamento do mastique.....	- 33 -
2.6.4. Influência do índice de vazios do fíler no mastique betuminoso.....	- 35 -
2.7. Caracterização laboratorial.....	- 36 -
2.8. Considerações finais.....	- 38 -
3. ESTUDO EXPERIMENTAL.....	- 41 -
3.1. Generalidades.....	- 41 -
3.2. Caracterização dos ligantes betuminosos.....	- 41 -
3.2.1. Ensaios efetuados para a caracterização dos betumes.....	- 42 -
3.2.2. Resultados obtidos.....	- 43 -
3.3. Caracterização do fíler.....	- 45 -
3.3.1. Ensaios realizados para a caracterização do material fíler.....	- 47 -
3.3.2. Resultados obtidos dos ensaios.....	- 50 -
3.4. Caracterização dos mastiques.....	- 72 -
3.4.1. Ensaios realizados para a caracterização do material mastique.....	- 72 -
3.4.2. Resultados obtidos.....	- 72 -
3.5. Análise de resultados.....	- 80 -

4. CONSIDERAÇÕES FINAIS .....	- 101 -
4.1. Principais conclusões alcançadas .....	- 101 -
4.2. Trabalhos futuros.....	- 103 -
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	- 105 -
ANEXOS.....	i
a) Análise química dos fíleres, adaptação da norma NP EN 196-2 “Análise química dos cimentos .....	i
b) Análise química dos fíleres por Espectrometria de Emissão Atómica por Plasma Acoplado Induzido “ <i>Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry (ICP-AES)</i> ”.....	iv
c) Determinação do pH dos fíleres.....	xi
d) Determinação da finura (método de Blaine), segundo a norma NP EN 196-6.....	xii
e) Métodos de redução de amostras laboratoriais, segundo a norma NP EN 932-2.....	xiv
f) Avaliação dos finos – Ensaio do azul-de-metileno, segundo a norma NP EN 933-9 Anexo A.....	xiv
g) Avaliação dos Finos – Granulometria do fíler (peneiração por jacto de ar), segundo a norma EN 933-10.....	xvi
h) Determinação dos vazios do fíler seco compactado (Ensaio de <i>Rigden</i> ), segundo a norma NP EN 1097-4.....	xviii
i) Determinação do teor em água por secagem em estufa ventilada, segundo a norma NP EN 1097-5.....	xxii
j) Determinação da massa volúmica do fíler. Método do picnómetro, segundo a norma NP EN 1097-7.....	xxiii
k) Determinação da massa volúmica do fíler através da utilização do volumenómetro de <i>Le Châtelier</i> . Adaptação da Especificação LNEC E 64-1979 “Determinação da massa volúmica do cimento”.....	xxvi
l) Ensaio de avaliação de forma e textura das partículas através a observação ao SEM, segundo a norma ASTM E 986.....	xxvii
m) Determinação da temperatura de amolecimento – Método do Anel e Bola, segundo a norma NP EN 1427.....	xxix
n) Determinação da suscetibilidade à água dos fíleres para misturas betuminosa, segundo a norma EN 1744-4.....	xxx
o) Determinação da variação da temperatura de amolecimento anel e bola, segundo a norma NP EN 13179-1:2010 “Variação da Temperatura de amolecimento de anel e bola”.....	xxxii
p) Ensaio de fíleres utilizados em misturas betuminosas – Viscosidade aparente (Número de betume), segundo a norma 13179-2.....	xxxv
q) Determinação do poder absorvente do fíler, adaptação da norma francesa “Détermination du pouvoir absorbant des fines” NF P 98-256-1.....	xxxvi
r) Captações realizadas pela observação ao SEM e registos de difração de Raio.....	xxxviii

## Índice de Figuras

Figura 2.1– Ações num pavimento flexível (Branco, Pereira, & Santos, 2006) .....	10 -
Figura 2.2– Representação esquemática de uma mistura betuminosa.....	13 -
Figura 2.3 – Evolução da viscosidade com a concentração de fíler na mistura, (Hesami, <i>et al.</i> , 2012)...	26 -
Figura 2.4 – Esquema da interação entre o betume e uma partícula de fíler, (Hesami, <i>et al.</i> , 2012) -	28 -
Figura 2.5 – Limites do regime hidrodinâmico, (Hesami, <i>et al.</i> , 2012) .....	31 -
Figura 2.6 – Esquema de composição do masticue e da ligação dos seus constituintes .....	36 -
Figura 3.1 – Gráfico síntese da constituição química dos fíleres .....	52 -
Figura 3.2 – Gráfico resumo do pH dos fíleres em exame .....	52 -
Figura 3.3 – Gráfico de relação do pH com o teor em sílica.....	53 -
Figura 3.4 - Relação entre Ca e CaO considerando o “fíler calcário” .....	56 -
Figura 3.5 – Relação entre Ca e CaO não considerando o “fíler calcário” .....	56 -
Figura 3.6 – Gráfico de avaliação da superfície específica dos fíleres.....	58 -
Figura 3.7 – Valor do azul-de-metileno obtido para os fíleres em estudo.....	59 -
Figura 3.8 – Traçado de curvas granulométricas dos fíleres em estudo.....	60 -
Figura 3.9 – Gráfico de avaliação da percentagem das partículas inferiores a 0,063mm .....	61 -
Figura 3.10 – Gráfico resumo dos resultados obtidos dos vazios de <i>Rigden</i> .....	62 -
Figura 3.11 – Gráfico representativo de massas volúmicas obtidas e da média entre os valores obtidos por os ensaios .....	63 -
Figura 3.12 – Descrição de formas comuns das partículas (Pereira, 1995).....	65 -
Figura 3.13 – Avaliação de resultados obtidos para a suscetibilidade à água dos diferentes fíleres .	67 -
Figura 3.14 – Gráfico relativo à viscosidade aparente dos fíleres.....	68 -
Figura 3.15 – Poder absorvente dos fíleres com adaptação da norma.....	69 -
Figura 3.16 – Relação entre o poder absorvente e a viscosidade aparente dos fíleres .....	70 -
Figura 3.17 – Avaliação do poder absorvente para os diferentes fíleres.....	71 -
Figura 3.18 – À esquerda, exemplo do betume não absorve todo o fíler; à direita, dificuldade no processo de moldagem dos anéis com um masticue menos fluído .....	73 -
Figura 3.19 – Avaliação da temperatura de amolecimento anel e bola para o betume “35/50” e para os respetivos masticues.....	74 -
Figura 3.20 – Avaliação das variações de temperatura obtidas para os diferentes masticues produzidos com o betume de penetração “35/50” .....	74 -
Figura 3.21 - Avaliação da temperatura de amolecimento “anel e bola” para o betume “PMB 45/80-65” e para os respetivos masticues.....	75 -
Figura 3.22 - Avaliação das variações de temperatura obtidas para os diferentes masticues produzidos com o betume “PMB 45/80-65” .....	75 -
Figura 3.23 - Avaliação da temperatura de amolecimento “anel e bola” para o betume virgem “35/50 com 3% de aditivo” para melhorar a adesividade e para os masticues .....	76 -
Figura 3.24 - Avaliação das variações de temperatura obtidas para os diferentes masticues produzidos com o betume de penetração “35/50com adição de 3% de aditivo” para melhorar a adesividade ...	77 -
Figura 3.25 – Análise de resultados obtidos para o betume “35/50” e respetivos masticues e para o betume “35/50 com 3 % de aditivo” e respetivos masticues .....	78 -
Figura 3.26 – Diferença entre as temperaturas de amolecimento anel e bola obtidas com betume com e sem aditivo para melhorar a adesividade.....	78 -

Figura 3.27 - Avaliação da temperatura de amolecimento anel e bola para o betume virgem 50/70 e para os mastiques produzidos com o mesmo .....	79 -
Figura 3.28 - Avaliação das variações de temperatura obtidas para os diferentes mastiques produzidos com o betume de penetração “50/70” .....	80 -
Figura 3.29 – Avaliação da relação entre a percentagem de finos e a superfície específica .....	81 -
Figura 3.30 – Avaliação da relação entre a superfície específica e os vazios de <i>Rigden</i> .....	81 -
Figura 3.31 – Avaliação da relação entre a superfície específica e a textura das partículas .....	82 -
Figura 3.32 – Avaliação de relação entre percentagem de finos e vazios de <i>Rigden</i> .....	83 -
Figura 3.33 – Avaliação da relação entre a massa volúmica e o índice de vazios de <i>Rigden</i> .....	83 -
Figura 3.34 – Relação entre a superfície específica e a viscosidade aparente.....	84 -
Figura 3.35 – Relação entre os vazios de <i>Rigden</i> e a viscosidade aparente .....	84 -
Figura 3.36 – Avaliação da relação entre a viscosidade aparente com a razão f/b máxima, por tipo de betume .....	85 -
Figura 3.37 – Avaliação da relação viscosidade aparente com a razão f/b independente do tipo de betume .....	86 -
Figura 3.38 – Avaliação da relação entre os vazios de <i>Rigden</i> com a razão f/b máxima, por tipo de betume .....	86 -
Figura 3.39 - Relação entre vazios de <i>Rigden</i> e razão fíler-betume máxima, independente do tipo de betume .....	87 -
Figura 3.40 – Relação entre a superfície específica e a razão f/b máxima, por tipo de betume .....	87 -
Figura 3.41 – Avaliação da influência do teor em sílica no efeito rigidificante do mástico .....	88 -
Figura 3.42 – Avaliação do efeito do teor em óxido de cálcio na variação de temperatura de amolecimento de “anel e bola” .....	89 -
Figura 3.43 – Avaliação da relação entre a suscetibilidade à água dos fíleres e o seu pH .....	90 -
Figura 3.44 – Variação da temperatura de amolecimento de “anel e bola” com a razão volumétrica f/b e com o índice de vazios de <i>Rigden</i> (CRR, 1987).....	91 -
Figura 3.45 – Valores previstos para $\Delta T_{ab}$ com base na equação 3.1 .....	92 -
Figura 3.46 – Comparação dos resultados de $\Delta T_{ab}$ obtidos por ensaios com os resultados previstos pela equação 3.1 .....	92 -
Figura 3.47 – Valores de $\Delta T_{ab}$ obtidos para os diferentes mastiques para uma razão volumétrica f/b=0,6 com exceção dos pontos a vermelho que possuem uma razão f/b=0,3.....	93 -
Figura 3.48 – Comparação de resultados de $\Delta T_{ab}$ entre betume “50/70” e o betume “35/50” .....	95 -
Figura 3.49 - Comparação de resultados de $\Delta T_{ab}$ entre betume “50/70” e o betume “35/50 com 0,3% de aditivo” .....	96 -
Figura 3.50 - Comparação de resultados de $\Delta T_{ab}$ entre betume “50/70” e o betume “PMB 45/80-65” ...	96 -
Figura 3.51 – Avaliação da variação de temperatura de “anel e bola” com a textura superficial das partículas de fíler .....	98 -
Figura 3.52 – Avaliação da variação da temperatura de amolecimento anel e bola com a superfície específica .....	99 -
Figura 3.53 – Avaliação da variação da temperatura de amolecimento anel e bola com textura superficial, considerando todos os fíleres.....	99 -

## Índice de Quadros

Quadro 2.1- Famílias e tipos de degradações (Pereira, <i>et al.</i> , 1999) .....	- 11 -
Quadro 2.2 - Especificação para betumes de pavimentação (IPQ (b), 2011) .....	- 16 -
Quadro 2.3 - Viscosidade intrínseca de diferentes fíleres Adaptado de (Lesueur, 2009) .....	- 23 -
Quadro 3.1 – Resumo de ensaios para avaliação das características do betume .....	- 43 -
Quadro 3.2 – Ficha técnica betume “35/50” .....	- 43 -
Quadro 3.3 – Ficha técnica betume “PMB 45/80-65” .....	- 44 -
Quadro 3.4 – Ficha técnica betume “50/70” .....	- 44 -
Quadro 3.5 – Resultados obtidos para a temperatura de amolecimento anel e bola .....	- 44 -
Quadro 3.6 – Resumo de ensaios para avaliação de características físicas dos fíleres .....	- 48 -
Quadro 3.7 – Resumo dos ensaios para avaliação de características químicas dos fíleres .....	- 49 -
Quadro 3.8 – Resumo dos ensaios para avaliação das características mecânicas por interação físico-química .....	- 50 -
Quadro 3.9 – Resultados obtidos na caracterização química dos fíleres .....	- 51 -
Quadro 3.10 – Resultados obtidos pelo processo de <i>ICP-AES</i> .....	- 54 -
Quadro 3.11 – Resultados obtidos por <i>ICP-AES</i> para o silício solúvel .....	- 57 -
Quadro 3.12 – Resultados do ensaio de determinação da finura pelo método de <i>Blaine</i> .....	- 58 -
Quadro 3.13 – Valores obtidos pelo ensaio do azul-de-metileno .....	- 59 -
Quadro 3.14 – Resultados obtidos por peneiração por jacto de ar .....	- 60 -
Quadro 3.15 – Resultados obtidos através do ensaio de <i>Rigden</i> .....	- 62 -
Quadro 3.16 – Resultados da determinação do teor em água .....	- 62 -
Quadro 3.17 – Resultados obtidos na determinação da massa volúmica dos diferentes materiais ...	- 63 -
Quadro 3.18 – Caracterização dos fíleres quanto à forma, textura e dimensão das partículas .....	- 66 -
Quadro 3.19 – Resultados obtidos na determinação da suscetibilidade à água do fíler .....	- 67 -
Quadro 3.20 – Resultados obtidos para a viscosidade aparente dos fíleres .....	- 68 -
Quadro 3.21 – Resultados obtidos para o poder absorvente, com determinação da razão volumétrica f/b máxima .....	- 71 -
Quadro 3.22 – Resumo dos ensaios realizados sobre os mastiques .....	- 72 -
Quadro 3.23 - Resultados obtidos para os diferentes mastiques em estudo .....	- 73 -







## Lista de Abreviaturas, Símbolos e Siglas

### Abreviaturas

Max – Máximo

Min – Mínimo

PA – Poder Absorvente

### Siglas

ASTM – American Society for Testing Materials

“CEM I 52,5R” – Cimento Portland Tipo I da classe de Resistência 52,5

CEPSA – Companhia Espanhola de Petróleo S.A.

DCT – Departamento de Ciências da Terra

DEC – Departamento de Engenharia Civil

DQ – Departamento de Química

DT – Departamento de Transportes

EA – Equivalente de areia

EP – Estradas de Portugal

EN – Norma Europeia

FCT – Faculdade de Ciências e Tecnologias

ICP-AES - Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry

IVR – Índice de Vazios de *Rigden*

JAЕ – Junta Autónoma de Estradas

LNEC – Laboratório Nacional de Engenharia Civil

LUSICAL – Companhia Lusitana de Cal, S.A.

MACOPAV – Manual de Conceção de Pavimentos

MEV – Microscópio Eletrónico de Varrimento

NB – Núcleo de Betões

NF – Norma Francesa

NIT – Núcleo de Infraestruturas de Transporte

NP – Norma Portuguesa

PMB – Betume modificado com polímeros (*Polymer Modified Bitumen*)

PROBIGALP – Probigalp – Ligantes betuminosos S.A.

RCD – Resíduos de Construção e Demolição

REQUIMTE – Rede de Química e Tecnologia

RTFOT – Ensaio de película fina rotativa em estufa (*Rolling Thin Film Oven Test*)

SECIL – Companhia Geral de Cal e Cimento S.A.

SEM – Microscópio de varrimento eletrónico (Scanning Electron Microscope)

S.T.V. – Viscosímetro de fluxo *Standard Tar Viscometer*

TFOT – Ensaio de película fina em estufa (*Thin Film Oven Method*)

UNL – Universidade Nova de Lisboa

## **Símbolos**

A – Área superficial das partículas de fíler

$C_1$  – Coeficiente de atrito das partículas

$C_2$  - coeficiente de atrito entre as partículas presentes na estrutura primária

$C_1$ ,  $C_2$  e  $C_3$  são parâmetros empíricos

$C'$  - Coeficiente que depende da forma da partícula

$C_s$  – Concentração crítica

f – Parâmetro empírico compreendido entre 1 e 2

f/b – Fíler/Betume

$G_s$  – Peso específico do fíler

h – Distância entre duas partículas

$h_r$  – Distância relativa entre as partículas

$k_H$  - coeficiente de Huggins

$N_c$  – Número de partículas em contacto e que produzem forças de atrito

$N_c^p$  - número de partículas presentes na estrutura primária

P - peso de fíler seco

r – raio da partícula

$T_{ab}$  – Temperatura de amolecimento anel e bola

VAM – Valor de azul-de-metileno

V - o volume de sedimento

$V_l$  – Volume de líquido (betume)

$V_p$  – Volume de partículas

$\varepsilon$  – Espessura da coroa circular

$\Delta T_{ab}$  – Variação de temperatura de amolecimento anel e bola

$\delta$  – Espessura de betume adsorvido

$\mu_r$  – Viscosidade da suspensão

$\eta$  - viscosidade da suspensão

$[\eta]$  - viscosidade intrínseca do fíler

$\eta_r$  – Viscosidade relativa da suspensão

$\eta'$  – Viscosidade intrínseca do fíler

$\eta_0$  – Viscosidade do fluido

$\varphi$  – Concentração de partículas

$\varphi_e$  – Concentração de partículas efetivas

$\varphi_i$  - Concentração de partículas i

$\varphi_m$  – Concentração máxima de partículas, não existe qualquer betume livre

$\Psi_{ij}$  – Volume efetivo das partículas com raio i na presença de partículas com raio j

$\lambda_{ji}$  – “*Crowding factor*” das partículas de raio j na presença das partículas de raio i

$\sum_{i=1}^n$  - Somatório de i=1 a n

$\rho$  - massa volúmica do fíler







# 1. INTRODUÇÃO

## 1.1. Enquadramento

O desenvolvimento económico-social e a evolução de um país dependem, de entre outros fatores, da mobilidade de pessoas e mercadorias. A rede rodoviária assume assim um papel fundamental no que diz respeito a esta questão, principalmente no caso português, devido à dimensão do país o que leva a que as mercadorias sejam principalmente transportadas por meio rodoviário, para além da existência dos grandes corredores rodoviários que ligam os portos marítimos ao resto da Europa.

A rede rodoviária nacional é constituída na sua maioria por pavimentos flexíveis, betuminosos, sendo que muitos deles já se encontram em período de fim de vida. Como tal é necessário, proceder à sua reabilitação, procedendo-se muitas vezes à substituição das camadas betuminosas.

Ao longo do tempo, as solicitações a que estes pavimentos têm sido sujeitos tem registado um crescimento, devido ao aumento de volume de tráfego e à agressividade do mesmo, para além disso regista-se ainda a necessidade de uma maior qualidade dos pavimentos, no que respeita a segurança e à comodidade.

Para se conseguir resposta adequada a estas solicitações tem-se vindo a aumentar a espessura total das camadas betuminosas de um pavimento. Assim têm-se conseguido limitar as degradações associadas ao fendilhamento por fadiga que tem origem na base das camadas betuminosas e às deformações permanentes causadas por deformação da fundação.

No entanto não têm sido possível controlar a ocorrência de deformações permanentes e de fendilhamento com origem na superfície, originadas por esforços de tração e de corte, nem a degradação da camada superficial do pavimento. (Branco, *et al.*, 2006)

Estas ocorrências podem ter origem no desempenho das misturas betuminosas, sendo assim fundamental continuar o estudo do comportamento das mesmas quando em serviço, de modo a adequar a sua composição e comportamento às solicitações a que serão submetidas, nomeadamente o tráfego.

Para garantir a integridade das misturas betuminosas, ao longo do seu período de vida útil, têm de ser caracterizados todos os seus constituintes, agregados, fíler e ligante betuminoso. Todas as propriedades destes materiais necessitam de respeitar os valores mínimos indicados nas normas, especificações e caderno de encargos da EP.

O comportamento das misturas betuminosas é essencialmente afetado pela sua composição, estudada através de métodos de formulação. O recurso a esta formulação é a base para serem obtidas as propriedades resistentes mínimas para dar resposta a determinados critérios de rotura.

Um dos métodos mais utilizados para o estudo da composição das misturas betuminosas é o Método de Marshall. No entanto, mais recentemente têm sido utilizados outros métodos de ensaio, nomeadamente ensaios mecânicos, para assim determinar as propriedades das misturas betuminosas e

relacionar as mesmas com o seu comportamento *in situ*. As principais características que uma mistura betuminosa deve apresentar são:

- Resistência à deformação permanente;
- Resistência ao fendilhamento por fadiga;
- Módulo de rigidez e ângulo de fase.

Nos métodos de ensaio que avaliam o desempenho das misturas betuminosas, as principais características avaliadas são a resistência à fadiga, obtida através de ensaios de cargas cíclicas, e a resistência às deformações permanentes, através de ensaios de simulação em pista.

No entanto existem outras características que influenciam o comportamento de uma mistura betuminosa. Estas características prendem-se com as propriedades do mástico, mistura de fíler com o betume, e posteriormente a sua ligação aos agregados mais grossos.

É referido que a perda de ligação entre os agregados e o mástico originava a desagregação das misturas betuminosas, o que causava uma diminuição da rigidez e da resistência à fadiga e às deformações permanentes. (Scholz, 1995)

A ligação dos agregados grossos, sendo designadas como agregados grossos as partículas de dimensão superior a 2mm segundo o *Texas Department of Transportation* (2004), com o mástico depende de vários fatores, entre os quais se pode enunciar como fatores em serviço a presença de água e o envelhecimento. Existem ensaios que se denominam como ensaios de sensibilidade à água, que apenas caracterizam a capacidade conservação da ligação agregado-mástico das misturas betuminosas sobre condições climáticas adversas, especialmente na presença da água. No entanto, não é possível avaliar mecanicamente a ligação entre o agregado e o mástico, nem se consegue observar a sua zona de rotura da ligação, para isso será necessário efetuar ensaios de resistência a tração e ao corte (Silva, 2006).

Anote-se que os fatores enunciados anteriormente se referem à influência da ligação da mistura betuminosa após a entrada em serviço, no entanto, é possível inferir que a perda de ligação entre o mástico e os agregados também depende das propriedades mecânicas do próprio mástico. Foi concluído que a perda de ligação entre os agregados e o mástico pode ocorrer devido a uma falha de coesão interna do mástico, ou seja, devido à reduzida resistência mecânica do mesmo (Curtis, *et al.*, 1993; Silva, 2006). Deste modo considera-se da maior importância a realização de uma caracterização completa deste material, nomeadamente através da caracterização física e mecânica dos seus constituintes e do próprio mástico.

Como tal, dado que o mástico poderá influenciar o comportamento da ligação com o agregado, pode-se constatar que este influencia também outras propriedades das misturas betuminosas, o que justifica o estudo do mástico antes da sua incorporação na mistura betuminosa.

Mais tarde também foi evidenciado que o comportamento das misturas betuminosas depende diretamente do comportamento dos seus componentes, nomeadamente do mástico betuminoso e da ligação agregado-mástico (Desai, 2000).

## 1.2. Objetivo

A presente dissertação tem como principal objetivo o estudo do comportamento de diferentes tipos de fíler a utilizar em misturas betuminosas. A aplicação destes materiais para a formação do mastique tem um grande grau de influência dado que as propriedades do mastique variam com o tipo de fíler aplicado, podendo assim variar com as suas características físicas, mecânicas e químicas. Como tal deverão ser avaliadas as propriedades dos fíleres a ser aplicados, tendo em vista a obtenção do melhor desempenho do mastique betuminoso assim formado.

No presente trabalho foram estudados nove tipos de fíler:

- “Fíler calcário”;
- “Fíler recuperado” de agregado basáltico;
- “Cal hidráulica”;
- “Cal hidratada”.
- Cimento Portland tipo I 52,5R (“CEM I 52,5R”);
- “Cinzas volantes”;
- “Fíler pó de tijolo”;
- “Fíler de RCD”;
- “Fíler de areia de rio”.

Para o estudo da influência dos diferentes tipos de fíleres no comportamento do mastique betuminoso foram utilizados quatro tipos de betumes, um betume de penetração nominal “35/50”, um betume “PMB 45/80-65”, um betume de penetração nominal “35/50 aditivado com 3‰ de aditivo” para melhorar a adesividade e um betume de penetração nominal “50/70”. A seleção de vários tipos de betume teve como objetivo verificar se as propriedades do mastique, para além de serem alteradas pelas características do fíler, são também condicionadas pelo tipo de betume. Anote-se que deverão ser tidas em atenção as diferentes características do betume utilizado, sendo que poderão ocorrer alterações no desempenho do mastique decorrentes apenas do tipo de betume ou devidas a diferentes interações entre o fíler e o betume.

## 1.3. Metodologia do estudo

Para a concretização dos objetivos do presente trabalho foram desenvolvidas as seguintes ações, tendo em vista conhecer as principais características que influenciam o comportamento do mastique betuminoso e conseqüentemente da mistura betuminosa.

- 1) Caracterização laboratorial dos fíleres em estudo, com vista à obtenção das propriedades físicas, mecânicas e químicas;
- 2) Determinação experimental das propriedades dos betumes utilizados;
- 3) Caracterização laboratorial dos diferentes mastiques betuminosos, resultantes da mistura dos vários tipos de fíleres com os diferentes tipos de betumes;

- 4) Análise comparativa dos resultados da caracterização dos diferentes tipos de mastiques estudados.

Posteriormente à análise comparativa dos resultados obtidos para as diferentes amostras, obtiveram-se conclusões sobre a influência dos fíleres no comportamento dos mastiques betuminosos tendo sido possível identificar o grau de influência das diferentes propriedades dos seus constituintes.

#### **1.4. Estrutura da dissertação**

Esta Dissertação de Mestrado está dividida em quatro capítulos e duas partes, os quais se encontram divididos em subcapítulos. Alguns destes subcapítulos apresentam ainda divisões menores para que se apresente os temas e subtemas de uma forma explícita e concreta.

O capítulo 1 é um capítulo introdutório onde se apresenta o enquadramento do tema fundamentando a importância deste estudo e servindo de base aos objetivos a atingir com este estudo. Em seguida é apresentado o objetivo do estudo explicitando o que se pretende atingir com este estudo, sucessivamente é exposta a metodologia a ser utilizada na elaboração do estudo e finalmente o presente subcapítulo que pretende resumir de forma concisa o tratado em cada parte deste trabalho.

O segundo capítulo deste trabalho dedica-se à revisão da literatura existente sobre este tema, sendo esta dividida em diferentes subcapítulos, onde se trata dos pavimentos rodoviários, das misturas betuminosas que são aplicadas nas camadas mais superficiais dos pavimentos rodoviários flexíveis. De seguida são avaliados os constituintes das misturas betuminosas e as principais aplicações das mesmas. Após estes assuntos inicia-se uma avaliação mais focada ao tema deste trabalho, começando a estudar-se a interação fíler-betume, analisando as características do fíler que influenciam as interações físico-químicas e mecânicas entre estes dois materiais.

De modo a se proceder ao estudo experimental são avaliados também alguns dos ensaios a realizar sobre os materiais (betume e fíler), tornando assim possível a determinação de propriedades e interpretação da interação entre os materiais com o objetivo de descartar algumas dúvidas que surgiram na revisão da bibliográfica sobre o tema.

Para finalizar este capítulo tecem-se algumas considerações finais sobre o estudado durante o mesmo e remetendo alguns assuntos a analisar no capítulo 3.

O capítulo 3 expõe o estudo experimental realizado, iniciando-se por avaliar o objetivo do estudo. São avaliados em seguida os materiais utilizados neste estudo, começando-se por analisar os betumes a utilizar com análise dos motivos que levaram a utilização de cada um. Posteriormente são enunciados os ensaios utilizados para a caracterização destes materiais, com exposição do objetivo, e expostos os resultados fornecidos pelas fichas técnicas do fabricante e os resultados obtidos pela realização dos ensaios.

Em seguida são apresentados os ensaios realizados com o objetivo correspondente e os respetivos resultados obtidos para o material fíler, tecendo algumas considerações entre os resultados dos ensaios.

Passa-se agora para a exposição dos ensaios realizados para a avaliação das propriedades dos mastiques betuminosos. Nesta parte do capítulo 3 é mostrado o ensaio realizado para avaliação do mastic betuminoso, tal como o objetivo da sua realização e os resultados obtidos para cada um dos mastiques.

Para encerrar o capítulo 3, ostenta-se um subcapítulo onde são analisados os resultados obtidos através dos ensaios de caracterização anteriormente referidos. Mostram-se assim as conclusões retiradas através da análise dos resultados e as observações feitas sobre as mesmas.

No quarto capítulo são apresentadas as conclusões finais do trabalho, esclarecendo algumas questões que suscitavam dúvidas no capítulo 2, sendo ainda feita uma análise comparativa entre os resultados deste trabalho e de um relatório anterior realizado no LNEC. Apresentando-se ainda propostas para trabalhos futuros, para continuação deste estudo e assim apurar a influência do fíler nos mastiques betuminosos.

Posteriormente são expostas as referências bibliográficas utilizadas para a redação desta dissertação e realização do estudo experimental.

Por último são apresentados os anexos correspondentes a procedimentos experimentais utilizados para o estudo experimental e resultados obtidos na realização dos procedimentos experimentais.



## 2. REVISÃO DA LITERATURA

### 2.1. Considerações gerais

Com o evoluir do tempo tem-se sentido a necessidade de melhorar o desempenho estrutural dos pavimentos rodoviários, com mais ênfase nos pavimentos rodoviários flexíveis, visto que estes correspondem a uma grande maioria dos pavimentos rodoviários existentes. A necessidade deste aumento prende-se com o incremento das cargas por eixo dos veículos e à configuração dos eixos e dos rodados. Também é de se ter em atenção que no decorrer das últimas décadas o aumento da velocidade de circulação, a necessidade de um aumento da segurança e comodidade por parte dos utentes das vias exigiram uma maior qualidade funcional dos pavimentos utilizados (Bardini, *et al.*, 2009; Branco, *et al.*, 2006).

Para responder a estas solicitações é necessário corrigir os principais problemas estruturais dos pavimentos betuminosos. Os principais problemas são, como já foi referido anteriormente, as deformações permanentes e o fendilhamento por fadiga. As deformações permanentes, geralmente ocorrem após a entrada em serviço dos pavimentos, antes de se dar o processo de endurecimento do ligante betuminoso e que acompanha o processo de envelhecimento dos pavimentos flexíveis betuminosos. Estas deformações ocorrem geralmente por processos de consolidação ou por rotura plástica por corte, podendo no entanto estar associadas a solicitações resultantes da passagem dos rodados dos veículos aquando da ocorrência de elevadas temperaturas.

O fendilhamento por fadiga verifica-se quando já ocorreu o processo de envelhecimento do pavimento, após este ter sido submetido às cargas cíclicas provocadas pelo tráfego, sendo que também se pode dar este fenómeno quando não são utilizados materiais adequados ao projeto (Branco, *et al.*, 2006).

Com o objetivo de minimizar estes efeitos têm-se vindo a realizar diversos estudos, que procuram garantir o comportamento adequado dos materiais que compõem as misturas betuminosas.

Há muito tempo que se conhece a importância do fíler no comportamento das misturas betuminosas. Este material preenche os vazios entre os agregados mais grossos e para além disso poderá alterar as propriedades dos betumes, tendo uma parte ativa na formação do mastique (mistura de betume, fíler e ar). Na mistura betuminosa, o mastique favorece a lubrificação das partículas de agregados grossos que constituem a mistura de agregados e afeta os vazios dos mesmos, para além disso afeta as características de compactação e o teor ótimo de ligante betuminoso.

Consequentemente a qualidade do mastique utilizado afeta as características mecânicas das misturas betuminosas, sendo que as fendas originadas pelo processo de fadiga têm como base o desenvolvimento de microfissuras no mastique, o que estará relacionado com as características do betume utilizado, com as características do fíler e com a interação físico-química que ocorre entre estes dois componentes.

Assim, pode considerar-se que a rigidez do mastique influencia o comportamento dos pavimentos, quando em serviço, ao nível de (Silva, 2006; Branco, *et al.*, 2006):

- Tensões desenvolvidas;

- Resistência à fadiga a temperaturas intermédias;
- Resistência à deformação permanente a temperaturas elevadas;
- Resistência à fendilhação a baixas temperaturas.

De modo a melhor conhecer os principais fatores que influenciam o comportamento do mástico betuminoso foram analisados diversos aspetos que poderão suportar, e que se apresentam em seguida:

- O que é um pavimento rodoviário;
- O que é uma mistura betuminosa a quente;
- Quais são os materiais que fazem parte da sua composição;
- Onde se aplicam estas misturas e quais são as degradações que estas sofrem devidos às ações a que são sujeitas;
- O que é a interação fíler-betume;
- Quais os principais ensaios a realizar para a caracterização da interação fíler-betume.

## 2.2. Pavimentos rodoviários

Começando por definir o que é um pavimento, trata-se de parte da estrada, rua ou pista que suporta diretamente o tráfego e transmite as respetivas solicitações à infraestrutura (terreno, obra de arte, etc.). Este pode ser constituído por uma ou mais camadas, tendo no caso mais geral, uma camada de desgaste e camadas de fundação. Cada uma destas camadas pode ser composta e construída por várias camadas elementares (LNEC, 1962).

No caso do presente estudo foca-se os pavimentos rodoviários deixando os outros tipos de pavimentos, sendo que estes pavimentos pretendem garantir uma superfície onde seja possível a circulação de veículos de forma a garantir a comodidade e segurança dos seus ocupantes e dos que se encontram próximo da via. Estas garantias são apenas praticáveis dentro do período de vida útil do pavimento que varia com a agressividade do tráfego e condições climatéricas a que se encontra sujeito.

Dentro dos pavimentos rodoviários existem três tipos de pavimentos, sendo estes:

- Pavimentos flexíveis;
- Pavimentos rígidos;
- Pavimentos semirrígidos.

Para o estudo prévio de dimensionamento de um pavimento é utilizado em Portugal o “*Manual de Concepção de Pavimentos para a Rede Rodoviária Nacional*”, da Junta Autónoma de Estradas, de 1995, também designado por MACOPAV, onde são previstos os diversos tipos de pavimentos existentes (JAE, 1995).

Neste manual prevê-se a divisão do tráfego em classes que variam desde a classe  $T_1$  sendo esta a classe de tráfego mais intenso até à classe  $T_6$  que corresponde à classe de tráfego menos intenso. Também é previsto a deformabilidade da fundação ou “classe de plataforma” de apoio ao pavimento, variando desde a classe  $F_1$ , menos resistente até à classe  $F_4$  correspondendo esta à classe mais resistente, dando estas classes também informação sobre os pavimentos utilizados.

Apesar dos pavimentos se dividirem em três tipos, estes apresentam algumas semelhanças quanto à sua constituição, no entanto no presente trabalho apenas serão focados os pavimentos flexíveis.

Este tipo de pavimento é composto por camadas, variando estas com a intensidade do tráfego a que é sujeito.

As funções que um pavimento tem de cumprir são diversas, podendo-se enumerar resumidamente as seguintes:

- Proporcionar uma superfície que permita adequadas condições de circulação, segundo as exigências do projeto para o qual o pavimento é realizado, mantendo sob a ação das repetidas passagens dos rodados dos veículos durante um certo período, suficientemente longo, ao longo do qual apenas serão necessárias prever operações esporádicas de conservação pouco importantes;
- Resistir às solicitações do tráfego previsto durante o período de dimensionamento e degradar as tensões, que são exercidas pelos rodados dos veículos, reduzindo o seu efeito até ao nível da fundação, para que as tensões presentes a este nível sejam compatíveis com a capacidade de suporte da mesma;
- Proteger a fundação e as camadas granulares das ações climáticas e em particular da precipitação atmosférica, que afeta o teor em água, que pode alterar o seu comportamento mecânico.

Para além das ações verticais repetidas provocadas pela passagem de veículos, devido à carga por eixo, também é que considerar uma ação tangencial entre o pneu e o pavimento. As camadas betuminosas a quando da passagem das viaturas são sujeitas a esforços de tração e de compressão devido à flexão imposta, mas nas camadas granulares apenas são sentidos os esforços de compressão. Para além destes ainda é que considerar esforços de corte em ambas as camadas.

O pavimento para além dos esforços aplicados, também tem de resistir às solicitações criadas pelos agentes climáticos, principalmente pela ação da água. Estes para além do que já foi referido sobre as ações que esta pode provocar nas camadas granulares e na fundação, é ainda de referir que a ação da temperatura provoca o envelhecimento do betume e propicia deformações permanentes e fendilhação térmica.

Na Figura 2.1 é apresentado uma representação esquemática da estrutura de um pavimento flexível com as ações a que este é sujeito e que lhe provocam degradação.

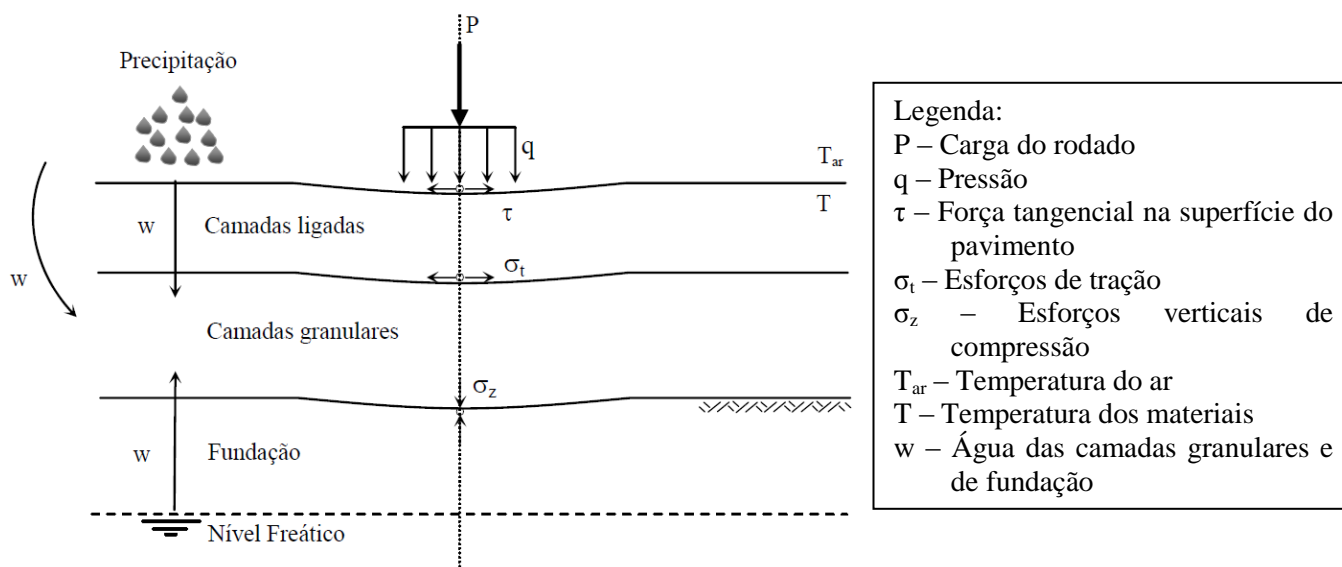


Figura 2.1– Ações num pavimento flexível (Branco, Pereira, & Santos, 2006)

Com a aplicação destas ações ilustradas na Figura 2.1, ocorrem fenômenos de fendilhação por fadiga e de deformações permanentes. As zonas críticas para a ocorrência destes fenômenos correspondem à parte inferior das camadas betuminosas, onde os esforços de tração são mais elevados e à parte superior da fundação, onde a resistência à compressão é mais reduzida. Com o aumento das espessuras aplicadas nas camadas betuminosas, em muitos pavimentos, que sofrem um número maior de solicitações, ao fendilhamento e as deformações permanentes começam a ocorrer à superfície.

Para se conseguir avaliar bem os esforços de tração e compressão aplicados nas camadas tem de se possuir um conhecimento das ações climáticas, intensidade de tráfego, espessura das diversas camadas e características mecânicas dos diferentes materiais utilizados no pavimento.

Para além das solicitações, tanto climáticas como de carga, os chamados fatores ativos para a degradação do pavimento, também tem de se atentar aos fatores passivos, que dizem respeito à estrutura do pavimento propriamente dito. Estes fatores englobam tanto o comportamento físico e mecânico das misturas betuminosas, incluindo a qualidade de produção das misturas betuminosas, como dos materiais granulares utilizados nas camadas.

Um comportamento inadequado de um pavimento pode originar deformações prematuras no mesmo. Este comportamento inadequado pode ser originado por uma mistura betuminosa mal conseguida, ou por uma má compactação da mesma.

Um pavimento betuminoso sofre um grande leque de degradações, ocorrendo as mesmas numa determinada sequência, com interação mútua entre as mesmas. A partir de uma certa altura este processo de degradação é acelerado, sobretudo no final de vida do pavimento.

As degradações que podem ocorrer num pavimento flexível podem ser agrupadas em quatro famílias. Não é de todo previsto que ocorra todos os tipos de degradações, aliás o previsível, se o pavimento foi bem projetado para as solicitações a que será sujeito, se as misturas foram feitas

corretamente e se a compactação realizou-se conforme projetado, as degradações previsíveis são apenas as do tipo das deformações permanentes e da fendilhação por fadiga.

Assim as degradações podem ser divididas nas seguintes famílias apresentadas no Quadro 2.1 (Pereira, *et al.*, 1999).

**Quadro 2.1- Famílias e tipos de degradações (Pereira, *et al.*, 1999)**

FAMÍLIAS DE DEGRADAÇÕES	TIPOS DE DEGRADAÇÕES
Deformações	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Abatimento: <math>\left\{ \begin{array}{l} \text{- Longitudinal: } \left\{ \begin{array}{l} \text{- Berma} \\ \text{- Eixo} \end{array} \right. \\ \text{- Transversal} \end{array} \right.</math></li> <li>- Deformações localizadas</li> <li>- Ondulação</li> <li>- Rodeiras: <math>\left\{ \begin{array}{l} \text{- Grande raio (devido, principalmente, ao solo de fundação)} \\ \text{- Pequeno raio (devido às misturas betuminosas)} \end{array} \right.</math></li> </ul>
Fendilhamento	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Fadiga</li> <li>- Fendas: <math>\left\{ \begin{array}{l} \text{- Longitudinais: } \left\{ \begin{array}{l} \text{- Eixo} \\ \text{- Berma} \end{array} \right. \\ \text{- Transversais} \\ \text{- Parabólicas} \end{array} \right.</math></li> <li>- Pele de crocodilo: <math>\left\{ \begin{array}{l} \text{- Malha fina } (\leq 40 \text{ cm}) \\ \text{- Malha larga } (&gt; 40 \text{ cm}) \end{array} \right.</math></li> </ul>
Desagregação da Camada de Desgaste	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Desagregação superficial</li> <li>- Cabeça de gato</li> <li>- Pelada</li> <li>- Ninhos (covas)</li> </ul>
Movimento de Materiais	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Exsudação</li> <li>- Subida de finos</li> </ul>

### 2.3. Misturas betuminosas a quente

As misturas betuminosas a quente são constituídas por um conjunto de materiais granulares, com uma dosagem efetuada de uma forma equilibrada ou volumétrica, sendo estes misturados numa central com uma adequada quantidade de ligante, betume, previamente determinada através de um estudo de formulação. Posteriormente esta mistura é transportada para o local de aplicação onde é espalhada e compactada, constituindo assim uma camada de um pavimento (Branco, *et al.*, 2006).

Uma mistura betuminosa, é constituída por uma mistura de materiais, sendo que cerca de 10% a 15% do volume total da mistura é ocupado pelo ligante betuminoso, 75% a 85% é ocupado pelos agregados sendo que as quantidades alteram ligeiramente conforme o tipo de mistura betuminosa. A quantidade de fíler utilizada é variável devido a que este possui uma relação com a quantidade de betume utilizada. Sendo que a relação fíler/betume utilizada condiciona a porosidade da mistura betuminosa (Silva, 2006).

As características destas misturas variam em função da camada de pavimento a construir, no entanto todas elas devem de garantir estabilidade, durabilidade, flexibilidade, resistência à fadiga, aderência, impermeabilidade e trabalhabilidade (Branco, *et al.*, 2006).

De modo a garantir todas as necessidades para que se possa fabricar uma camada ligada de um pavimento flexível e que esta garanta estabilidade às solicitações que lhe são impostas, terá de ser realizado um estudo prévio sobre os materiais que compõem uma mistura betuminosa a quente. Para além disso é também necessário realizar uma avaliação sobre a mistura intermédia que ocorre quando é efetuada a mistura dos seus constituintes, refere-se neste caso o mastique.

Assim é necessário entender, antes de iniciar qualquer estudo como se interligam os componentes que compõem a mistura betuminosa e para além disso é necessário entender todos os conceitos que estão ligados a estas e que a mesma tem que garantir.

O comportamento de uma mistura betuminosa, para além de ser influenciada pelas características dos seus componentes é também influenciado pela sua composição volumétrica.

Existem várias características de uma mistura betuminosa que interessa avaliar, nomeadamente trabalhabilidade, estabilidade, durabilidade, flexibilidade e aderência, uma vez que estas condicionam o seu comportamento quando aplicada nas infraestruturas de transportes.

Assim, a trabalhabilidade de uma mistura betuminosa define-se como uma característica que diz respeito à maior ou menor facilidade de aplicação da mesma, tanto no ato de espalhamento como na compactação (LNEC, 1962).

A estabilidade de uma mistura betuminosa é caracterizada através da resistência da mesma à deformação, quando sujeita a esforços.

A durabilidade de uma mistura betuminosa diz respeito à resistência à desintegração devido aos agentes agressivos, tráfego e agentes climáticos. Uma das características que influencia bastante este aspeto resistente é o teor em betume que a mistura possui, sendo que tem de se garantir uma elevada adesividade entre esse betume e a superfície dos agregados.

A capacidade de uma mistura betuminosa se adaptar gradualmente aos movimentos da sua fundação, designa-se por flexibilidade.

A aderência está relacionada com o tipo de agregado utilizado. No entanto esta característica não passa apenas pelo agregado, sendo esta também influenciada pelo teor em betume podendo este constituir um fator desfavorável. Ao ser empregado um teor em betume elevado este vai fazer com que a aderência diminua, devido a que este funcionará como um lubrificante entre as partículas de agregado.

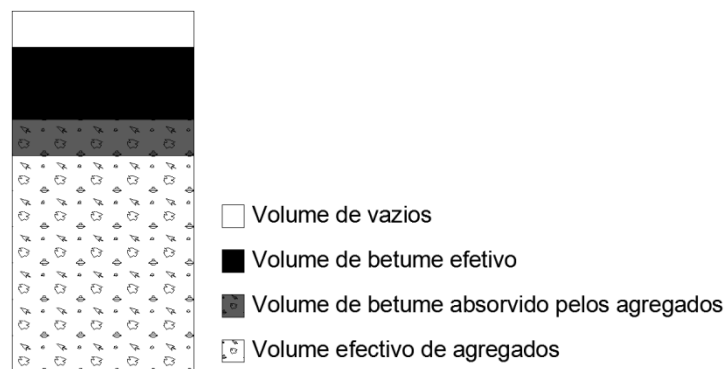
A resistência à fadiga é a capacidade de uma camada betuminosa resistir à repetida passagem de veículos que induzem aos materiais extensões de tração, uma reversível (resposta elástica) e outra irreversível. A aplicação de uma carga não provoca uma extensão que leve a rotura, mas a aplicação sucessiva de cargas leva a um incremento sucessivo de extensões irreversíveis que podem levar à formação de fendas. Quanto maior a durabilidade, logo maior teor em betume de uma mistura, implica uma melhor resistência à fadiga. Outro fator que influencia também a resistência a fadiga é a densidade da mistura, logo mistura mais densas apresentam uma melhor resistência do que misturas abertas. Assim é conveniente a utilização de agregados bem graduados para ser possível a utilização de elevados teores em betume sem que ocorra exsudação do ligante que pode afetar a estabilidade e flexibilidade da mistura (Branco, *et al.*, 2006).

Impermeabilidade de uma mistura betuminosa diz respeito à resistência da mesma à passagem da água e ar através das camadas de um pavimento. Esta característica pode ser estimada através da quantidade de vazios existentes na mistura. Se uma mistura apresentar uma elevada percentagem de vazios, esta possui uma maior tendência a que estes vazios apresentem ligações entre eles o que pode levar a que a camada betuminosa detenha uma elevada permeabilidade.

Possuindo as camadas betuminosas uma permeabilidade elevada, levando à penetração da água nas mesmas e chegue às camadas granulares subjacentes conduzindo à diminuição da resistência dessas camadas.

O betume é um dos constituintes das misturas betuminosas que desempenha, principalmente, as funções de ligante das partículas de agregado, tendo também um papel de impermeabilizante. Contudo este material deverá ser utilizado com a dosagem adequada dado que dosagens muito elevadas deste material, apesar de contribuírem para um incremento da ação impermeabilizante, poderão comprometer a estabilidade da mistura betuminosa.

Na Figura 2.2 apresenta-se um esquema da composição de uma mistura betuminosa, sendo também apresentado o fenómeno de absorção do betume por parte dos agregados.



**Figura 2.2– Representação esquemática de uma mistura betuminosa**

Da análise da Figura 2.2 podem-se tecer as seguintes observações:

- A mistura betuminosa após compactada continua a ter um certo volume de vazios que é ocupado por ar;
- O volume da mistura betuminosa sem vazios é dado pelo conjunto do volume de efetivo de agregados, volume de betume absorvido pelos agregados e pelo volume de betume efetivo;
- Parte do volume total de betume utilizado na mistura é absorvido pelos agregados;
- O volume de vazios no esqueleto mineral (VMA) é dado pelo conjunto do volume de vazios e volume de betume efetivo.

## 2.4. Materiais constituintes das misturas betuminosas a quente

### 2.4.1. Ligante betuminoso

O ligante betuminoso é um componente essencial da mistura betuminosa, uma vez que é este componente que liga os agregados e fornece coesão e estabilidade à mistura.

Este possui qualidades e características que o diferenciam significativamente dos outros agentes coesivos utilizados em pavimentação, como são exemplo os ligantes hidráulicos.

As misturas realizadas com ligantes hidráulicos caracterizam-se por possuir uma elevada rigidez e resistência. Pelo contrário os ligantes betuminosos criam ligações tenazes e flexíveis às misturas. Isto deve-se à resposta viscoelástica que estes materiais apresentam, que varia com a velocidade de aplicação das cargas, o que permite a este material comportar-se como um material flexível, com baixo módulo de rigidez e muito deformável, adaptando-se às deformações e assentamentos das camadas do pavimento e da fundação, sem que ocorra fendilhação. Tem ainda um comportamento estável e tenaz, com elevado módulo de elástico, quando é submetido às ações de tráfego (Branco, *et al.*, 2006; Silva, 2006).

Como se verá mais à frente o comportamento deste material varia com a temperatura, logo é necessário fazer a escolha adequada do betume a empregar, tendo em atenção os valores de temperaturas a que este material irá estar sujeito quando a mistura betuminosa que incorporará o pavimento entrar em serviço. Quando a temperatura atingir valores próximos da temperatura obtida em ensaio de “anel e bola”, a mistura pode perder a sua estabilidade. Pelo contrário, quando se aproxima de valores inferiores à temperatura do ponto de fragilidade do betume, a mistura betuminosa torna-se frágil e apresenta tendência a fendilhar com facilidade.

O ligante betuminoso constitui a parte líquida da mistura, ocupando na mesma entre 10 a 15% do volume total da mistura. Existem diferentes tipos de ligante (IPQ (b), 2011):

- Betumes puros;
- Emulsões betuminosas;
- Betumes fluidificados/fluxados;
- Betumes modificados.

Os betumes puros resultam de um processo industrial de destilação do petróleo, sendo que o comportamento reológico deste material varia com a temperatura. Para temperaturas na ordem dos 50°C a 60°C o betume comporta-se como um fluido, com comportamento viscoso.

Estes materiais são classificados através do valor obtido no ensaio de penetração, que avalia indiretamente a viscosidade ou dureza do betume a uma determinada temperatura. A classificação dos betumes varia desde uma penetração nominal 10/20 para betumes muito duros, até uma penetração nominal 180/220 para betumes mais moles.

Para se conseguir um adequado envolvimento dos agregados pelo ligante este tem de ser aquecido a temperaturas na ordem dos 150°C a 190°C, função do tipo de ligante.

As emulsões betuminosas resultam da dispersão do betume em água, sendo que esta se mantém estável através de um emulsionante. Este tem como função envolver os glóbulos de betume

para reduzir a tensão superficial entre estes e a água. Quando a emulsão é espalhada ocorre a sua rotura, separando-se a água do betume, voltando este a reunir-se novamente e recuperando assim as suas características. Este tipo de ligante serve essencialmente para o fabrico de misturas betuminosas a frio.

O betume fluidificado resulta da adição de um fluidificante ao betume, constituído por frações mais ou menos voláteis da destilação do petróleo. A introdução do fluidificante serve essencialmente para reduzir temporariamente a viscosidade do betume, permitindo assim que se possa produzir e espalhar as misturas betuminosas a temperaturas muito inferiores às que seriam necessárias no caso de se utilizar um betume puro. Os fluidificantes evaporam aquando do espalhamento da mistura, o que leva a que o betume recupere as suas características originais. No entanto ao evaporar-se este liberta gases tóxicos para a atmosfera, o que leva a que seja uma técnica pouco utilizada atualmente.

Quanto aos betumes modificados estes são obtidos através da introdução de um ou mais agentes químicos, tais como elastómeros e plastómetros, na composição do betume puro, modificando as suas características iniciais.

Quanto à utilização de cada um destes tipos de ligante pode-se dividir em dois grandes grupos:

- Misturas betuminosas a quente, onde são utilizados essencialmente os betumes puros e os betumes modificados, dado que a sua trabalhabilidade à temperatura ambiente é muito baixa;
- Misturas betuminosas a frio, onde são utilizadas as emulsões betuminosas e os betumes fluidificados; no entanto são as emulsões betuminosas o ligante mais utilizado uma vez que pode ser aplicada à temperatura ambiente e ainda dado o elevado custo do fluidificante e o seu impacto ambiental.

Os betumes puros são em geral constituídas por hidrocarbonetos saturados de peso molecular elevado, dos quais 80% a 85% carbono, 10% a 15% de hidrogénio, 2% a 3% de oxigénio, e pequenas quantidades de enxofre e azoto e vestígios de vanádio, níquel, ferro, magnésio e cálcio. Esta composição varia de acordo com a origem do petróleo bruto utilizado para o fabrico do betume e com os procedimentos empregues no final do processo de produção (Silva, 2006).

É frequente dividir o betume em dois grandes grupos, quanto à sua composição química:

- Asfaltenos;
- Maltenos.

O grupo dos maltenos pode ainda ser dividido em três subgrupos:

- Saturados;
- Aromáticos;
- Resinas.

Assim o betume asfáltico pode ser definido como um sistema coloidal de micelas de elevado peso molecular, asfaltenos, dispersas num meio dispersante, oleoso de menor peso molecular, maltenos (Branco, *et al.*, 2006).

As principais características que definem os tipos de betume para pavimentação são:

- Densidade relativa;

- Temperatura de amolecimento – Método “anel e bola”;
- Ductilidade;
- Solubilidade no sulfureto de carbono;
- Solubilidade no tetracloreto de carbono;
- Solubilidade em tolueno ou xileno, determinação da pureza do betume;
- Temperatura de inflamação em vaso aberto de Cleveland;
- Perda de massa por aquecimento a 163°C;
- Penetração no resíduo obtido na determinação da perda a 163°C;
- Viscosidade cinemática a 60°C e a 135°C;
- Ponto de fragilidade de Frass;
- Índice de penetração a 25°C, durante 5 segundos;
- Rigidez e ângulo de fase.

No Quadro 2.2 apresentam-se os principais tipos de betumes com indicação das respectivas propriedades.

**Quadro 2.2 - Especificação para betumes de pavimentação (IPQ (b), 2011)**

Propriedades [condições de ensaio]		Métodos de ensaio		Tipos de betumes e exigências de conformidade								
				10/20	20/30	35/50	50/70	70/100	100/150	160/220	250/300	
Penetração(0,1 mm) [25°C;100g;5s]		EN 1426 [ASTM D 5]		Min.	10	20	35	50	70	100	160	250
				Máx.	20	30	50	70	100	150	220	300
Temperatura de amolecimento (°C)		EN 1427 [ASTM D 36]		Min.	63	55	50	46	43	39	35	30
				Máx.	76	63	58	54	51	47	43	38
Viscosidade cinemática (mm <sup>2</sup> /s) [135°C]		EN 12595 [ASTM D 2170]		Min.	1000	530	370	295	230	175	135	100
Solubilidade em tolueno ou xileno (%)		EN 12592 [ASTM D 2042, modificada]		Min.	99,0	99,0	99,0	99,0	99,0	99,0	99,0	99,0
Temperatura de inflamação (°C)		EN 22592 [ASTM D 92]		Min.	250	240	240	230	230	230	220	220
Resistência ao endurecimento [RTFOT ou TFOT]	Varição de massa (% , $\mp$ )	RTFOT: EN 12607-1 [ASTM D 2872] Ou TFOT: EN 12607-1 [ASTM D 17549]	-	Máx.	0,5	0,5	0,5	0,5	0,8	0,8	1,0	1,0
	Penetração (% p.o.) <sup>a</sup> [25°C; 100g; 5s]		EN 1426 [ASTM D 5]	Min.	60	55	53	50	46	43	37	35
	Temperatura de amolecimento (°C)		EN 1427 [ASTM D 36]	Min.	65	57	52	48	45	41	37	32
	Aumento da temperatura de amolecimento (°C)		<sup>b</sup>	Máx.	8	10	11	11	11	12	12	12

(a) P.o. – penetração do betume original

(b) Obtido por diferença entre a temperatura de amolecimento antes e depois do envelhecimento

No caso português os betumes mais utilizados são betumes de classe de penetração nominal 35/50 e penetração nominal 50/70, para aplicação em misturas betuminosas tradicionais, e os betumes da classe de penetração nominal 10/20, para misturas de alto módulo, sendo utilizados no fabrico de misturas betuminosas a quente.

### 2.4.2. Agregados

O agregado é definido como o material granular de partículas ligadas ou destinadas a ser ligadas por aglutinante, em materiais como betões, argamassas ou macadames (LNEC, 1962).

Estes materiais são caracterizados quanto à sua origem geológica, à sua composição química e à forma como são obtidos. No que respeita à origem estes podem ser classificados em três grandes grupos:

- Agregados naturais (exemplo: areias de rio);
- Agregados processados (britados ou semi-britados);
- Agregados reciclados ou artificiais (exemplo: obtidos da demolições de edifícios ou da incineração de resíduos).

Os agregados naturais podem ainda apresentar diferentes origens geológicas:

- Agregados provenientes de rochas sedimentares;
- Agregados provenientes de rochas ígneas;
- Agregados provenientes de rochas metamórficas.

Na execução de um pavimento rodoviário os agregados constituem 100% dos materiais utilizados na camada de sub-base e de base não ligadas. Nas restantes camadas betuminosas estes constituem cerca de 85% a 90% dos materiais aplicados.

Estes materiais são de grande importância para uma estrutura rodoviária, devido a formarem um esqueleto pétreo estável de resistência elevada à compressão, depois da operação de compactação. Esta resistência assume uma grande importância devido à necessidade de resposta às tensões provenientes do tráfego e ao desgaste provocado por atrito na superfície do pavimento.

O desempenho de um pavimento depende essencialmente das propriedades resistentes dos agregados. Sendo que a origem do material influencia de forma significativa as suas propriedades e consequentemente o projeto de construção de um pavimento rodoviário.

São diversas as propriedades das partículas de agregados que afetam o seu comportamento bem como da própria mistura de agregados quando aplicada em camadas não ligada ou ligadas com ligantes betuminosos ou hidráulicos.

A capacidade que um agregado possui para suportar as tensões verticais que lhe são aplicadas e para suportar o desgaste causado pelo atrito designa-se de resistência mecânica. Esta propriedade varia conforme a origem do agregado, conforme o tipo de agregado (natural, processado, artificial) e também da sua origem geológica no caso dos agregados naturais.

Para além disso estas propriedades variam também com a forma do agregado, ao se utilizar um agregado natural, muitas vezes este é um agregado proveniente de rios, logo tem uma forma rodada e bastante polida. Isto leva a que a adesividade desse agregado com o ligante, no caso dos pavimentos rodoviários flexíveis, betume, seja bastante baixa o que leva a que a utilização desse agregado baixe bastante a resistência da mistura betuminosa. Como tal, deveram-se utilizar agregados britados ou semi-britados para a execução da mistura betuminosa.

A limpeza do agregado é outro fator que influencia bastante as propriedades da mistura betuminosa. Se utilizar-se um agregado que não esteja limpo, ou seja, livre de poeiras que formam uma camada na sua superfície que não deixa que o betume adira ao agregado, ou que este tenha partículas de argilas misturada, baixa bastante a resistência da mistura betuminosa. Esta diminuição da resistência prende-se mais uma vez com a baixa adesividade do agregado ao ligante. Quando este problema ocorre pode-se obter resultados inesperados na mistura devido a que se pode estar a utilizar um agregado de muito boas características, mas a mistura betuminosa tem uma resposta muito inferior a expectável.

Para além do problema em relação às partículas arredondadas bastante polidas anteriormente referido, também tem de se ter em atenção à forma das partículas, ou seja, se estas têm uma forma laminar ou alongada, devido a que estas podem causar fragilidade na mistura betuminosas. Para além disso a utilização de material com esta forma implica a utilização de uma maior quantidade de aglutinante, do que a quantidade especificada para agregados com uma forma mais regular, pelo motivo de que agregados com esta forma reduzem a trabalhabilidade da mistura.

Em relação às propriedades físicas dos agregados, as que mais importância têm para fins rodoviários são as seguintes (RRL, 1962):

- Resistência ao esmagamento;
- Resistência ao choque;
- Resistência ao desgaste;
- Resistência ao polimento;
- Peso específico;
- Absorção de água;
- Forma das partículas, como já foi referido.

Nem todas estas propriedades são importantes para cada camada construtiva, por exemplo, uma alta resistência ao desgaste e polimento não é necessária para um agregado a utilizar em camada de base (Pereira (a), 1971).

Como tal, torna-se importante o conhecimento tanto das características físicas, mecânicas, químicas e geométricas dos agregados utilizados para a construção de um pavimento. Para tal determinação e conhecimento de características torna-se necessário a realização de ensaios para obtenção das mesmas, assim deve ser tida em linha de conta a seguinte lista de ensaios necessários para proceder à caracterização dos agregados:

- Análise granulométrica;
- Determinação da resistência ao esmagamento;
- Determinação da resistência ao choque e abrasão na máquina de Los Angeles;
- Determinação do índice de lamelação e alongamento;
- Determinação do coeficiente de polimento acelerado usando o pêndulo britânico;
- Determinação da absorção de água;
- Determinação da baridade específica;
- Determinação do equivalente de areia;

- Determinação do valor de azul-de-metileno;
- Determinação da baridade aparente.

Para realizar estes ensaios sobre os agregados a serem utilizados, tem de se iniciar pela recolha de uma amostra do material a ser utilizado para a realização das misturas betuminosas. Para a recolha desta amostra terá de se atentar a representatividade do material a utilizar.

Posteriormente a esta recolha terá de se passar pelo processo de esquadramento, ou uso de repartidor para assim obter a amostra de material a ensaiar.

### 2.4.3. Fíler

São várias as definições de fíler disponíveis na literatura nacional e internacional, sendo apresentadas em seguida as mais utilizadas.

O fíler é todo o agregado que, por peneiração, apresenta 100% do seu material passado no peneiro com uma malha de 0,250 mm, 85% ou mais passa no peneiro com malha 0,125 mm e ainda mais de 70% passe no peneiro com malha de 0,063 mm (Velho, *et al.*, 1998).

Define-se também fíler como sendo um material constituído por partículas minerais provenientes dos agregado grossos e/ou finos utilizados na mistura betuminosa, ou de outras fontes, como por exemplo, pó calcário, “cal hidratada”, cimento de Portland, etc., que pode melhorar o comportamento reológico, mecânico, térmico e de sensibilidade à água, desde que obedecidos os limites definidos para a granulometria e a plasticidade (Santana, 1995).

O material fíler trata-se de um pó mineral cujas partículas têm maioritariamente uma dimensão inferior a 75 µm (Quaresma, 2011).

Segundo a norma EN 13043 fíler é o agregado cuja maior parte passa no peneiro com malha de 0,063 mm e que pode ser adicionado aos materiais de construção para lhes conferir certas propriedades. Esta definição é comum às várias referências normativas, no entanto nas normas de determinação das propriedades do fíler como a NP EN 933-10, NP EN 1097-4 e NP EN 1097-7 é considerada para ensaio a fração que passa no peneiro com malha 0,125 mm. Assim para este trabalho experimental é considerado como fíler todo o material que passa no peneiro com malha de 0,125 mm, sendo que a sua maioria passa no peneiro com malha de 0,063 mm.

O fíler confere à mistura betuminosa capacidades de compacidade e de impermeabilização. As características físicas e químicas deste material influenciam a mistura betuminosa.

Este material selecionado pode ser natural, artificial, de origem inorgânica e mineral. Podendo ser agrupado em dois grandes grupos:

- Fíler de recuperação ou recuperado;
- Fíler comercial.

Presentemente considera-se um terceiro grupo, ou subgrupo, onde se poderão enquadrar os fíleres recuperados dos resíduos de construção e demolição (RCD), como por exemplo pó de tijolo.

Quanto ao primeiro tipo de fíler trata-se do material que é obtido através das frações mais finas dos agregados, em geral provenientes de britagem, podendo ser separados das frações mais grossas dos agregados através de extratores de poeiras.

O segundo grupo engloba materiais comerciais, sendo estes por exemplo, pó de calcário, cimento ou cal hidráulica, devidamente apagada, que devem obedecer às exigências granulométricas impostas pelos Cadernos de Encargos.

## **2.5. Principais aplicações das misturas betuminosas a quente**

Grande parte da rede rodoviária existente em Portugal é composta por pavimentos rodoviários flexíveis. A constituição dos pavimentos rodoviários flexíveis depende das condições de fundação e da intensidade do tráfego, sendo que se podem destacar dois grandes grupos:

- Conjunto de camadas superiores compostas por misturas betuminosas;
- Conjunto de camadas inferiores compostas por materiais granulares assentes sobre a camada de fundação.

No primeiro tipo de camadas podem-se enunciar as seguintes por ordem descendente:

- Camada de desgaste;
- Camada de regularização;
- Camada de base.

A camada de desgaste é em geral constituída por misturas betuminosas, podendo não existir camada de regularização no caso de se ter uma situação de tráfego ligeiro. No entanto esta camada tem como função resistir à ação direta do tráfego e do clima, devendo apresentar adequadas características funcionais. Para além de proteger as camadas inferiores das ações climáticas, esta camada poderá contribuir ainda para a resistência global da estrutura.

A camada de regularização serve tal como o nome indica, para formar uma superfície regular onde assenta a camada de desgaste, contribuindo também para a resistência da estrutura.

A camada de base, com ligante betuminoso, contribui essencialmente para a resistência estrutural, no entanto esta só é utilizada no caso de tráfego mais intenso.

No segundo grupo de camadas podem-se enunciar, também pela ordem descendente de posicionamento:

- Base Granular;
- Sub-Base Granular;
- Fundação.

A camada de base granular tem essencialmente uma função estrutural, tal como a camada de base betuminosa. Esta camada pode ser utilizada no caso de tráfegos mais ligeiros que não envolvam cargas tão elevadas. Estas duas camadas têm a função de reduzir as tensões verticais, diminuindo a tensão de compressão na sub-base e no leito do pavimento, possibilitando ainda a circulação do

tráfego de obra durante a construção. Anote-se que as camadas de base e sub-base granulares desempenham ainda um papel fundamental na proteção das camadas subjacentes da ação da água.

## 2.6. Interação fíler-betume

Como apresentado, as misturas betuminosas a quente são compostas por quatro frações diferentes de materiais, referindo-se agregados, fíler, betume e ar, que se apresentam em três estados físicos, estado sólido composto pelas duas primeiras frações, estado líquido composto pelo betume e estado gasoso composto pela fração do ar.

Todas estas frações têm influência no comportamento das misturas betuminosas. Sendo que no presente trabalho se pretende estudar a interação fíler-betume. Estes dois componentes ao serem misturados geram uma pasta que se designa por mastique, sendo este composto por fíler, betume e ar.

O fíler ao ser utilizado numa mistura betuminosa desempenha duas funções distintas. Uma das suas funções é a de material inerte para preenchimento dos vazios entre os agregados mais grossos usados na mistura betuminosa. A outra função deste material resulta das suas características superficiais de material muito fino e do seu nível de atividade o que fornece a criação de ligações com o betume. As propriedades deste material contribuem expressivamente para a melhoria do comportamento do mastique e conseqüentemente para as seguintes propriedades das misturas betuminosas (Silva, 2006):

- Comportamento mecânico;
- Teor ótimo em betume;
- Durabilidade;
- Trabalhabilidade.

São citadas na bibliografia diversas propriedades do fíler que influenciam o comportamento dos mastiques betuminosos que, conseqüentemente influenciam o desempenho das misturas betuminosas. É referido que a forma e textura das partículas de fíler influenciam o teor ótimo em betume de uma mistura betuminosa, a ligação criada no sistema fíler-betume e o comportamento reológico dos mastiques. Tudo isto apresenta conseqüências no desempenho das misturas betuminosas (Craus, *et al.*, 1978).

É ainda referido que um fíler com partículas mais irregulares tanto em forma como em textura possui uma maior superfície específica o que leva a um aumento de viscosidade e por sua vez a um aumento da temperatura de amolecimento do mastique; levando isto a uma diminuição da penetração e da ductilidade daquele material (Silva, 2006).

A adsorção e absorção seletiva de determinados grupos químicos do betume são os fenômenos que ocorrem na interação fíler-betume. A avaliação destes processos é realizada em conjunto devido à dificuldade de uma aferição em separado dos mesmos. Estes dependem da composição do betume, de propriedades físico-químicas da superfície do fíler e da estrutura interna das partículas de fíler.

As propriedades físicas da superfície do fíler, ou seja, a sua forma, textura e porosidade determinam o valor da magnitude com que adsorção ocorre. Este tipo de adsorção deve-se às forças de Van der Waals (Silva, 2006).

Quanto às propriedades químicas, estas ditam essencialmente a intensidade com que esta adsorção ocorre, devido às reações químicas que ocorrem entre estes dois materiais (Silva, 2006).

Por exemplo, um fíler que apresente uma afinidade química com o betume cria uma adsorção muito mais intensa do que um fíler que não a possua.

Assim é possível verificar que a interação fíler-betume, as propriedades que esta interação confere ao mastique e que por sua vez este defere ao comportamento das misturas betuminosas, dependem de diversos fatores. Referem-se em particular propriedades físicas e químicas dos fíleres, a propriedades dos betumes, que por sua vez influenciam a concentração de betume a utilizar, a razão fíler betume, entre outros.

### 2.6.1. Determinação do incremento de viscosidade como função da concentração de fíler

O material mastique tem sido alvo de diversos estudos ao longo dos tempos. Em 1906 Einstein estudou este tema com o objetivo de avaliar a viscosidade relativa ( $\eta_r$ ) deste material com a variação da concentração das partículas considerando que o mastique não passava de uma mistura entre o betume e as partículas de fíler, sendo o mastique a parte fluida da mistura e o fíler as partículas em suspensão:

$$\eta_r = 1 + \eta' \times \varphi \quad (2.1)$$

Onde:

- $\eta_r$  é a viscosidade relativa da suspensão;
- $\eta'$  é um parâmetro empírico que depende das características do fíler;
- $\varphi$  é concentração de fíler.

Sendo que  $\varphi$  é dado:

$$\varphi = \frac{V_p}{V_1 + V_p} \quad (2.2)$$

Onde:

- $V_p$  é o volume de fíler;
- $V_1$  é o volume de betume.

O valor de  $\eta'$  também designado por coeficiente de Einstein é um parâmetro empírico que depende das características físicas das partículas do fíler, sendo estas o tamanho, a forma, a rigidez e a interação entre as partículas e o fluido intersticial. Einstein formulou um método de cálculo para este parâmetro, dado por:

$$\eta' = \lim_{\varphi \rightarrow 0} \frac{\eta - \eta_0}{\eta_0 \times \varphi} \quad (2.3)$$

Onde:

- $\eta'$  é um parâmetro empírico que depende das características do fíler;
- $\eta$  é a viscosidade da suspensão;
- $\eta_0$  é a viscosidade do betume.
- $\varphi$  é concentração de fíler.

No entanto muitas vezes faz-se o estudo para o caso da concentração máxima de fíler, ou seja, para o caso da viscosidade tender para infinito. Ao se fazer este estudo pode-se escrever:

$$\eta' = \frac{2}{\varphi_m} \quad (2.4)$$

Onde:

- $\eta'$  é um parâmetro empírico que depende das características do fíler;
- $\varphi_m$  é a concentração máxima de fíler.

O valor de  $\eta'$  para a maioria das partículas está entre 2,4 a 4,9, no entanto apresenta-se no Quadro 2.3 valores conhecidos para alguns fíleres.

<b>Quadro 2.3 - Viscosidade intrínseca de diferentes fíleres (adaptado de Lesueur, 2009)</b>	
<b>Tipo de fíler</b>	<b><math>\eta'</math></b>
<b>Calcário</b>	2,6-3,9 (25°C); 2,5 (65°C); 3,0-3,7 (70°C); 2,4 (135°C)
<b>Calcário dolomítico</b>	4,4 (70°C)
<b>cal hidratada</b>	3,2-10
<b>cal hidráulica</b>	7
<b>Arenito</b>	2,8 (25°C); 4,0 (70°C)
<b>Fíler silicioso</b>	2,4 (65°C); 2,4 (135°C)
<b>Granito</b>	2,7-4,2 (25°C); 3,5-4,1 (70°C)
<b>cinzas volantes</b>	10,2 (25°C); 14,1 (70°C)
<b>Pó de ardósia</b>	4,2
<b>Caulino</b>	6,7
<b>Carbono negro</b>	2,6 (65°C); 3,9 (135°C)

Como a teoria de Einstein apenas era válida para pequenas concentrações de partículas sólidas, diversos investigadores tentaram estender a teoria de Einstein para maiores quantidades deste material. Foi generalizada a sua equação adaptando-a para quando se tem diversas dimensões de partículas de fíler na mistura, obtendo-se a partir desta também a viscosidade da suspensão dada pela seguinte expressão (Roscoe, 1952):

$$\eta_r = (1 - \varphi)^{2.5} \quad (2.5)$$

Onde:

- $\eta_r$  é a viscosidade relativa da suspensão;
- $\varphi$  é concentração de fíler.

Em 1952 foi derivada a equação 2.5, introduzindo-lhe um novo parâmetro empírico (f) que tinha em linha de conta a distância entre as partículas de fíler e o seu raio (equação 2.6), contudo esta expressão não era válida para elevadas concentrações de partículas, devido ao fato de a concentração de partículas ao se aproximar do máximo a expressão tende para infinito. A suspensão criada era considerada como Newtoniana do ponto de vista macroscópico (Simha, 1952):

$$\eta_r = \frac{54}{5 \times f^3} \times \left( \frac{\varphi^2}{\left(1 - \frac{\varphi}{\varphi_m}\right)^3} \right) \quad (2.6)$$

Onde:

- $\eta_r$  é a viscosidade relativa da suspensão;
- $\varphi_m$  é a concentração máxima de fíler;
- $\varphi$  é concentração de fíler;
- f é um parâmetro empírico.

Mais tarde a equação 2.6 foi derivada sendo introduzido um novo conceito de concentração efetiva. Este conceito prende-se com a existência de partículas com dois raios diferentes na mistura, numa fase inicial, o que posteriormente foi generalizado para a existência de partículas com inúmeros raios diferentes (Mooney, 1951).

Tendo em vista a definição deste conceito será mais fácil apenas pensar na existência de dois raios, assim tem-se partículas com dois raios diferentes, umas com raio  $r_1$  designadas por partículas  $p_1$  e outras com raio  $r_2$  designadas por partículas  $p_2$ . É assim possível constatar que ao as partículas apresentarem raios diferentes também apresentaram volumes diferentes, considerando que  $r_1$  seja menor do que  $r_2$ , constata-se que  $V_1$  é menor do que  $V_2$ . Segundo o conceito exposto por Mooney tem-se que para uma dada amostra de mástico com um volume (V), o volume disponível para as partículas  $P_2$  com a existência das partículas  $P_1$  não é dado pela diferença entre o volume V e o volume das partículas  $P_1$ , devido a que as partículas  $P_2$  não encaixam perfeitamente entre as partículas  $P_1$ . Assim é necessário incrementar um fator de volume “efetivo” disponível para as partículas  $P_2$ . Este fator é designado por Mooney como “*crowding factor*” ( $\lambda_{ij}$ ), ou seja, este fator fornece o volume que na realidade está disponível para as partículas  $P_2$ , considerando as alterações de volume das partículas  $P_1$ . Assim se o volume V é considerado unitário o volume restante para as partículas  $P_2$  é dado por  $1 - \lambda_{12}\varphi_1$ , considerando a existência na mistura de partículas  $P_1$ . Assim Mooney escreveu a equação 2.7 que proponha o volume efetivo das partículas de uma forma genérica ( $\Psi_{ij}$ ) (Mooney, 1951):

$$\Psi_{ij} = \frac{\varphi_i}{1 - \lambda_{ij}\varphi_j} \quad (2.7)$$

Onde:

- $\Psi_{ij}$  é o volume efetivo de partículas j em função da concentração de partículas i;

- $\varphi_i$  é a concentração de partículas  $i$ ;
- $\lambda_{ij}$  fator que fornece o volume disponível para partículas  $j$  sabendo as partículas  $i$ ;
- $\varphi_j$  concentração de partículas  $j$ .

Com atenção a este novo parâmetro Mooney apresentou a equação 2.8 para o cálculo da viscosidade relativa da suspensão ( $\eta_r$ ) considerando grupos de partículas com diferentes dimensões:

$$\ln(\eta_r) = 2.5 \times \sum_{i=1}^n \frac{\varphi_i}{1 - \sum_{j=1}^n \lambda_{ji} \varphi_j} \quad (2.8)$$

Onde:

- $\eta_r$  é a viscosidade relativa da suspensão;
- $\varphi_i$  é a concentração de partículas  $i$ ;
- $\lambda_{ij}$  fator que fornece o volume disponível para partículas  $j$  sabendo as partículas  $i$ ;
- $\varphi_j$  concentração de partículas  $j$ .

Posteriormente Rutgers, em 1962 e Thomas, em 1965, concluíram que nenhum destes modelos era válido para calcular a viscosidade de uma suspensão com uma elevada concentração de partículas de fíler. (Rutgers, 1962; Thomas, 1965)

Em 1967 Frankel e Acrivos, calcularam a viscosidade de suspensões com elevada concentração de partículas de fíler ( $\mu_r$ ), assumindo a mesma como um fluido Newtoniano à escala macroscópica. No entanto estes autores não tiveram em atenção a existência de condições de fronteira. Estes resolveram a dissipação de energia das partículas ao assumirem que existia um fluxo hidrodinâmico entre as mesmas, tendo obtido a equação seguinte (Frankel, *et al.*, 1967):

$$\mu_r = C' \times \left\{ \frac{\left(\frac{\varphi}{\varphi_m}\right)^{\frac{1}{3}}}{1 - \left(\frac{\varphi}{\varphi_m}\right)^{\frac{1}{3}}} \right\} \quad (2.9)$$

Sendo:

- $\mu_r$  a viscosidade de suspensões com elevada concentração de partículas de fíler;
- $C'$  um coeficiente que depende da forma das partículas;
- $\varphi_m$  a concentração máxima de fíler;
- $\varphi$  a concentração de fíler.

Estes introduziram um coeficiente ( $C'$ ) na sua expressão que depende da forma da partícula, podendo-se assumir um valor de  $C'=9/8$  no caso de esta ser aproximadamente esférica e  $C'=3\pi/16$  no caso de esta apresentar uma forma cúbica.

Através desta equação e da equação de Einstein pode-se definir os limites de fronteira de concentração de partículas para os mastiques betuminosos.

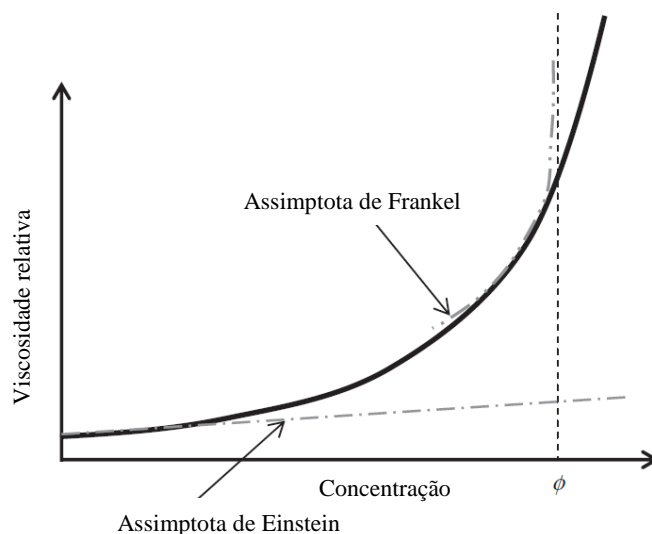


Figura 2.3 – Evolução da viscosidade com a concentração de fíler na mistura, (Hesami, *et al.*, 2012)

Como se pode constatar pela observação da Figura 2.3, a viscosidade relativa é limitada inferiormente pela assíntota de Einstein e superiormente pela assíntota de Frankel. No entanto ao se realizar a mistura de um mástico pode-se observar que, para elevadas concentrações de fíler a viscosidade do material nunca irá tender para infinito tal como a assíntota de Frankel sugere. Esta irá aumentar até um determinado ponto em que não será possível aumentar mais a concentração de fíler. Apenas a partir do ponto de concentração máxima de partículas ( $\phi$ ) é que se tem esta divergência. Para baixas concentrações de fíler pode-se verificar que a viscosidade se aproxima da assíntota de Einstein, sendo a equação do mesmo uma boa aproximação da viscosidade da mistura. Tal como, a expressão de Frankel se trata de uma boa aproximação quando se tem concentrações elevadas mas, que não ultrapassem o valor máximo da concentração de partículas.

A partir dessa data várias propostas têm sido apresentadas para o cálculo da viscosidade de uma suspensão de betume e fíler. Sendo que a última proposta foi apresentada por Santamaria-Holek *et al.* em 2010, tendo-se obtido a seguinte expressão para a previsão da viscosidade da suspensão (Santamaria-Holek, *et al.*, 2010):

$$\eta_r = \left(1 - \frac{\phi}{\phi_c}\right)^{-2} \times \left[1 + C_1 \times \left(\frac{\phi}{\phi_c}\right) + C_2 \times \left(\frac{\phi}{\phi_c}\right)^2 + C_3 \times \left(\frac{\phi}{\phi_c}\right)^3\right] \quad (2.10)$$

Onde:

- $\eta_r$  é a viscosidade relativa da suspensão;
- $C_1$ ,  $C_2$  e  $C_3$  são parâmetros dados pelas equações 2.11, 2.12 e 2.13 respetivamente;

- $\varphi_c$  é a concentração crítica para a qual a suspensão perde a fluidez;
- $\varphi$  é a concentração de fíler.

Sendo os seguintes parâmetros dados pelas seguintes equações:

$$C_1 = [\eta] \times \varphi_c - 2 \quad (2.11)$$

Onde:

- $\varphi_c$  é a concentração crítica para a qual a suspensão perde a fluidez;
- $[\eta]$  é a viscosidade intrínseca do fíler.

$$C_2 = k_H \times \varphi_c^2 - 2 \times [\eta] \times \varphi_c + 1 \quad (2.12)$$

Onde:

- $k_H$  é o coeficiente de Huggins determinado na equação 2.14;
- $\varphi_c$  é a concentração crítica para a qual a suspensão perde a fluidez;
- $[\eta]$  é a viscosidade intrínseca do fíler.

$$C_3 = \frac{\varphi_c^3}{6} \times [\eta] \times ([\eta]^2 - 3 \times [\eta] + 2) \quad (2.13)$$

Onde:

- $\varphi_c$  é a concentração crítica para a qual a suspensão perde a fluidez;
- $[\eta]$  é a viscosidade intrínseca do fíler.

$$k_H = \frac{1}{2} \times [\eta] \times \left( [\eta] + \frac{2}{\varphi_c} - 1 \right) \quad (2.14)$$

Onde:

- $k_H$  é o coeficiente de Huggins;
- $\varphi_c$  é a concentração crítica para a qual a suspensão perde a fluidez;
- $[\eta]$  é a viscosidade intrínseca do fíler.

No entanto todas estas expressões partiram de um pressuposto que hoje se entende como errado, ou pelo menos incompleto, dado que se considerava que o mastique não passava de uma suspensão com diferentes concentrações de partículas de fíler, de diferentes dimensões e geometria, envolvidas por betume (Hesami, *et al.*, 2012).

A correta interpretação da mistura fíler-betume passa pela análise de duas fases, uma em que se analisa o betume que está em volta da partícula mineral, que apresenta propriedades diferentes do betume “livre”, ou seja, uma partícula de fíler influencia o betume para além do seu raio, apresentando um dado raio de influência. O betume não afetado por este raio de influência é designado como

betume “livre” mantendo assim as suas propriedades originais. Outra componente que terá de ser analisada será o betume que é adsorvido pela partícula de fíler, funcionando este como que fizesse parte da partícula de fíler.

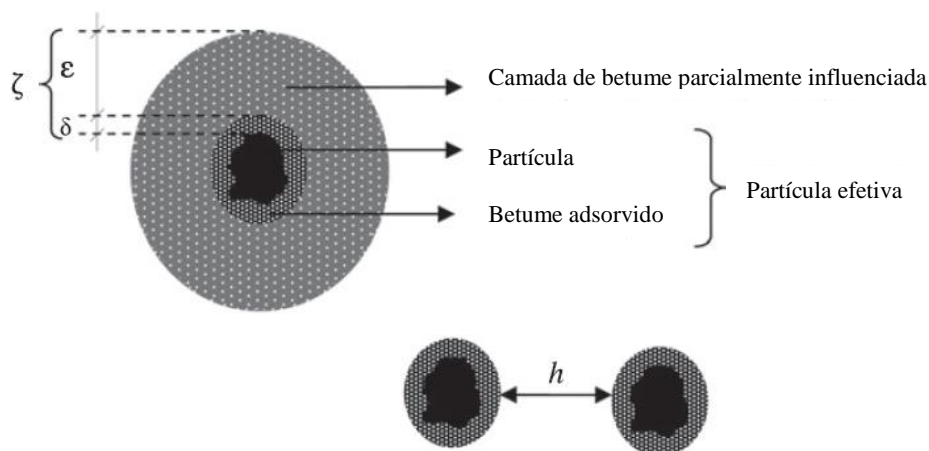


Figura 2.4 – Esquema da interação entre o betume e uma partícula de fíler, (Hesami, *et al.*, 2012)

Assim podem ser observados dois comportamentos distintos para o betume, um em que as propriedades do betume são parcialmente afetadas pelo fíler, estando presente na envolvente mais exterior da partícula de fíler, uma vez que esta influência é caracterizada por um raio de influência da partícula, em que a espessura de betume parcialmente influenciado representa-se por uma coroa circular de espessura ( $\epsilon$ ) (Figura 2.4). E outro tipo de comportamento em que o betume é adsorvido pela partícula de fíler, comportando-se como que fizesse parte integral desta, originando assim o conceito de partícula efetiva, dado pela partícula de fíler em conjugação com o betume adsorvido pela mesma. A espessura média de betume adsorvido é dada por  $\delta$ . Esta pode ser calculada através da seguinte equação:

$$\delta = \frac{\varphi_e - \varphi}{\varphi \times G_s \times A} \quad (2.15)$$

Onde:

- $\delta$  é a espessura média de betume adsorvido
- $\varphi_e$  é a concentração de partículas efetivas;
- $\varphi$  é a concentração de fíler.
- $G_s$  é o peso específico do fíler;
- $A$  é a área superficial das partículas de fíler.

A distância entre duas partículas efetivas ( $h$ ), ou seja, considerando a partícula de fíler mais betume adsorvido, é uma medida importante, dado que o contacto ente as partículas efetivas promove a criação de uma malha atrítica entre as mesmas, o que conduz a um aumento de resistência devido à diminuição do fluxo entre estas. Esta distância ( $h$ ) é dada por:

$$h = 2 \times r \left[ \left( \frac{\varphi}{\varphi_m} \right)^{\frac{1}{3}} - 1 \right] \quad (2.16)$$

Sendo:

- h a distância entre duas partículas efetivas;
- $\varphi$  a concentração de fíler;
- $\varphi_m$  a concentração máxima de fíler;
- r o raio das partículas de fíler.

Esta distância é nula no caso de duas partículas que estejam em contacto uma com a outra, ocorrendo no caso de misturas muito densas, em que a concentração de partículas tenda para o valor máximo. No caso de a suspensão ser muito fluida esta distância tende para infinito.

O valor máximo de concentração de uma mistura depende das dimensões das partículas, da forma e do tipo de agregado utilizado, bem como das propriedades do betume que é utilizado para executar o mastique, sendo uma propriedade preponderante a sua rigidez. Assim o cálculo deste valor torna-se fundamental para a definição da viscosidade de um mastique betuminoso. Quando se tem uma distância entre partículas (h) em que  $h \leq 2 \times \delta$ , existe fricção suficiente entre as partículas efetivas para reduzir os efeitos de fluxo, ou seja quanto mais próximas estão as partículas efetivas maior a resistência aos efeitos de fluxo da suspensão.

Como tal, a viscosidade irá ser função de todos estes parâmetros, podendo-se escrever a seguinte equação:

$$\eta_r = \left( \frac{\delta}{r} - h_r \right) \times N_c \times C_1 \quad (2.17)$$

Onde:

- $\eta_r$  é a viscosidade relativa da suspensão;
- $\delta$  é a espessura média de betume adsorvido;
- r é o raio das partículas de fíler;
- $h_r$  é a relação entre o raio das partículas de fíler e a distância entre duas partículas efetivas;
- $N_c$  é o número de partículas em contacto e que produzem forças de atrito;
- $C_1$  é um coeficiente de atrito entre as partículas presentes.

Onde o parâmetro  $h_r$  pode ser calculado por:

$$h_r = \frac{h}{r} \quad (2.18)$$

Em que:

- $h_r$  é a relação entre o raio das partículas de fíler e a distância entre duas partículas efetivas;
- h é a distância entre duas partículas efetivas;

-  $r$  é o raio das partículas de fíler;

Sendo que o termo  $\left(\frac{\delta}{r} - h_r\right)$  representa a força de contacto gerada entre as partículas (Hesami, *et al.*, 2012).

Existem alguns autores que vão mais longe e que acrescentam uma parcela à equação 2.17, dado que se considera que existe uma parcela do agregado com uma determinada dimensão de partículas, que tem um elevado grau de influência nas forças de atrito geradas. Essa parcela, segundo estes, forma uma estrutura que se designa por estrutura primária, assim a anterior equação, é dada por:

$$\eta_r = \left(\frac{\delta}{r} - h_r\right) \times N_c \times C_1 + N_c^p \times C_2 \quad (2.19)$$

Onde:

- $\eta_r$  é a viscosidade relativa da suspensão;
- $\delta$  é a espessura média de betume adsorvido;
- $r$  é o raio das partículas de fíler;
- $h_r$  é a relação entre o raio das partículas de fíler e a distância entre duas partículas efetivas;
- $N_c$  é o número de partículas em contacto e que produzem forças de atrito;
- $C_1$  é um coeficiente de atrito entre as partículas presentes;
- $N_c^p$  é o número de partículas presentes na estrutura primária;
- $C_2$  o coeficiente de atrito entre as partículas presentes na estrutura primária.

Com base no estudado até agora pode-se constatar que o mastique pode apresentar-se em dois regimes distintos, um hidrodinâmico e outro atrítico ou friccional. O primeiro regime ocorre quando se tem uma concentração de partículas inferior à concentração máxima de partículas. Este pode ser descrito através de duas equações como já foi referido, tendo duas assíntotas para o mesmo. No entanto quando se tem uma concentração intermédia nenhuma das equações anteriormente descritas é correta para definir esta situação, tendo sido proposta, para uma situação intermédia a seguinte equação:

$$\eta_r = C \times \left(\frac{1}{h_r}\right)^{[\eta]} \quad (2.20)$$

Onde:

- $\eta_r$  é a viscosidade relativa da suspensão;
- $C$  é um coeficiente que depende da forma das partículas;
- $h_r$  é a relação entre o raio das partículas de fíler e a distância entre duas partículas efetivas;
- $[\eta]$  é a viscosidade intrínseca do fíler.

Este regime depende diretamente da concentração de partículas, dado que, caso que se tenha uma maior concentração de partículas, a distância entre as mesmas é mais reduzida e caso se tenha uma menor concentração de partículas a distância entre estas é maior. O limite para se estar no regime hidrodinâmico varia entre  $2\delta$  e  $2\zeta$ , como se pode verificar na Figura 2.5. Anote-se que, apesar de quanto mais próximas se encontram as partículas, maiores são as interações que ocorrem no mastique, não se verifica o regime atrítico entre as partículas, mantendo-se o regime hidrodinâmico.

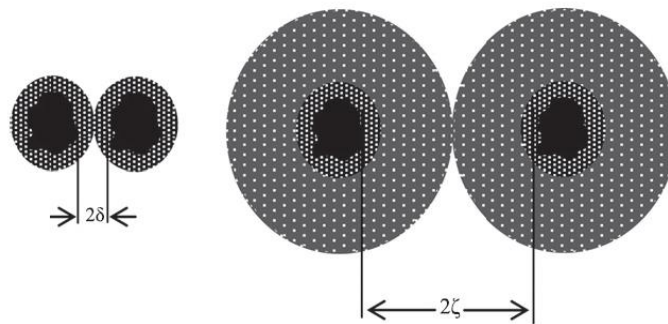


Figura 2.5 – Limites do regime hidrodinâmico, (Hesami, *et al.*, 2012)

O segundo regime, ou seja, o regime atrítico ocorre quando se verifica o contacto efetivo entre as partículas. Para a ocorrência deste regime terá de se ter um afastamento médio entre as partículas inferior ou igual a  $2\delta$ .

Em suma, o comportamento do mastique varia em função de três parâmetros, a concentração de fíler na mistura, a viscosidade do betume utilizado e as características da superfície das partículas do fíler.

Dadas estas premissas pode-se calcular a viscosidade do mastique através da equação 2.1, da equação 2.9 ou da equação 2.20 no caso de a concentração de fíler utilizada ser inferior à concentração máxima de fíler, ou seja, no regime hidrodinâmico, sendo que cada equação se aplica nos seguintes casos, respetivamente, a distância entre as partículas efetivas de fíler ser muito superior ao raio da partícula de fíler, a distância entre as partículas efetivas de fíler está entre o dobro da espessura média de fíler adsorvido e o dobro da distância de espessura média de fíler adsorvido mais a espessura de betume influenciado pela partícula efetiva de fíler, ou a última equação no caso de situações intermédias. No caso da concentração de fíler ser igual à concentração máxima é utilizada a equação 2.19.

Trabalhos experimentais anteriormente realizados por Zeng *et al.* sobre amostras de fíler calcário e cimento Portland, Heukelom and Wijga sobre amostras de fíler calcário e Li Ping *and co-workers* demonstraram que aplicação das mesmas equações é válida (Heukelom, *et al.*, 1971; Ping, *et al.*, 2009; Zeng, *et al.*, 2008).

### **2.6.2. Influência das características químicas do fíler na resposta do mástico**

Os compostos químicos do material fíler têm sido alvo de alguns estudos anteriores. Estes estudos ocorreram devido a que alguns fíleres apresentavam comportamentos distintos dos inicialmente pretendidos, quando introduzidos nas misturas betuminosas. Algumas destas misturas betuminosas apresentavam um endurecimento precoce, outras apresentavam uma decapagem do betume, verificando-se que o betume tinha dificuldade em criar uma afinidade com o fíler (Kandhal, 1980).

Estudos realizados por Kandhal, sobre a influência do valor de pH no comportamento do mástico referem a inexistência de uma tendência associada aos valores do pH obtidos. Este realizou estudos sobre 10 amostras de materiais entre as quais o cimento Portland, fíler basáltico, gnaíse, calcário, escórias, arenito e areias, tendo verificado que apenas o arenito possuía um pH inferior a 7 e as restantes amostras apresentavam valores superiores. Amostras com pH próximo de 11 apresentaram danos nas misturas betuminosas. Estudo comparativo realizado com dois tipos de fíleres calcários, em que um deles tinha um pH de cerca de 12 e outro tinha um pH de 11, observou-se que o primeiro apresentava maior suscetibilidade aos danos induzidos na mistura, tendo-se ainda observado que a amostra que tem maior pH possui calcite e é um fíler comercial enquanto a amostra com menor pH não possui calcite, tratando-se de um fíler recuperado (Kandhal, 1980).

Um estudo realizado no Japão mostrou que poderá ocorrer decapagem das misturas betuminosas fabricadas com fíleres com pH baixo e com elevado teor de sílica (Yamashita, *et al.*, 1975).

No entanto apesar destas constatações é possível verificar, no mesmo estudo, com a aplicação de diferentes misturas betuminosas com diferentes fíleres, pode-se constatar através de observação visual das mesmas que as misturas que possuem escórias apresentam dificuldades na compactação, na construção e após a entrada em utilização. Existe um endurecimento acelerado do pavimento o que reduz a durabilidade do pavimento, problema que não ocorre quando são utilizados fíleres obtidos a partir de rocha (Kandhal, 1980).

O mástico betuminoso cujo fíler tem origem em escórias apresenta um aspeto baço, quando comparado com o mástico com fíler de origem natural. Isto poderá dever-se ao facto de o mástico estar muito seco e poder assim sofrer danos por humidade induzida. (Kandhal, 1980), ainda observou que os pavimentos betuminosos que possuíam escórias na sua composição apresentavam-se secos e envelhecidos, tendo sido identificadas fissuras mais longas e com maior expressão na superfície do pavimento.

Segundo o trabalho desenvolvido por Nijboer, é necessário estudar a adequabilidade física e química dos fíleres a utilizar nas misturas betuminosas. Refere-se que um dos pontos a estudar é a composição química do material (Nijboer, 1948).

Através do estudo realizado aquele autor, concluiu que a influência das características físico-químicas no comportamento das misturas betuminosas é negligenciável. No entanto há que verificar que o único fíler ácido em termos de pH, o fíler quartzítico, apresenta um valor baixo de resistência inicial do mástico betuminoso (Nijboer, 1948).

Estudos realizados mais tarde por (Chen, *et al.*, 2010) e (Chen, *et al.*, 2011), que se encontram apresentados no tópico 2.6.3 do presente texto, mostram que os materiais utilizados como alternativa ao fíler comercial, apresentam maiores teores em sílica do que o fíler calcário, material de controlo. No entanto verifica-se quando se analisa os resultados finais de ambos os estudos que apesar destes materiais alternativos apresentarem maiores teores em sílica obtêm-se melhores características mecânicas das misturas betuminosas realizadas com estes materiais do que as que foram realizadas com o fíler de controlo.

### **2.6.3. Influência da forma e da dimensão da partícula de fíler no comportamento do mastique**

O fíler ao ser misturado com o betume desempenha duas funções principais, uma é realizar o preenchimento dos vazios existentes entre as partículas de agregado, aumentando assim o número de contactos entre as partículas mais grosseiras da mistura, conferindo uma maior resistência mecânica à mistura, entrando estas partículas de fíler para o esqueleto da mistura. Por outro lado as partículas de fíler misturaram-se com o betume, criando assim um mastique, devido à adsorção de parte do betume por parte das partículas, ficando ainda alguma quantidade do betume livre. Esta ligação faz com que parte das partículas de fíler fique como pertencentes à matriz que liga os restantes elementos, modificando as propriedades do betume.

Deste modo a dimensão, a forma e a textura da superfície das partículas de fíler assume particular importância para o comportamento do mastique e conseqüentemente das misturas betuminosas.

Foi introduzido um parâmetro denominado concentração crítica ( $C_s$ ) que representa a concentração, em volume, de fíler que o mastique deixará de fluir como viscoso, passando o seu comportamento a ser plástico. Este valor para além de ter em conta a dimensão das partículas de fíler tem também em atenção a sua forma e a sua textura (Pinilla, 1965).

O valor de concentração crítica é dado pela equação 2.21, sendo este valor um parâmetro importante na definição da dosagem de fíler nas misturas betuminosas densas, dado que para se obter um pavimento deformável, terá de se ter uma dosagem de fíler igual ou inferior a  $C_s$ . A determinação deste parâmetro depende da utilização de um procedimento experimental descrito na obra de Pinilla (Pinilla, 1965).

$$C_s = \frac{P}{V \times \rho} \quad (2.21)$$

Sendo:

- P o peso de fíler seco, em gramas [g];
- V o volume de sedimento, em centímetros cúbicos [ $cm^3$ ];
- $\rho$  a massa volúmica do fíler, em gramas por centímetro cubico [ $g/cm^3$ ].

Segundo Pinilla, a normalização inglesa já contemplava um ensaio para a determinação do valor do sedimento em benzeno, correlacionado com a forma, tamanho e poros no sistema granular, e que não se correlacionava diretamente com o valor de  $C_s$ , por este valor não considerar na sua definição a introdução da massa volúmica do fíler (Pinilla, 1965).

Dos resultados apresentados por aquele autor, é possível concluir que a concentração crítica é afetada também pela dimensão das partículas dado que fíleres com dimensões superiores das partículas apresentam valores inferiores de  $C_s$ . Torna-se ainda mais evidente esta conclusão quando este analisa os resultados de pós minerais com diversas formas de partículas. Pós com partículas mais anisotrópicas geometricamente apresentam valores de  $C_s$  menores do que partículas mais isotrópicas, sendo que estas partículas poliédricas se assemelham a esferas. Amostras de pó de diatomácea que apresenta partículas de forma fibrilar apresentam um valor de  $C_s$  muito reduzido, sendo o valor mais baixo apresentado.

Num trabalho realizado em 2005 (Recasens, *et al.*, 2005), volta a ser utilizada a definição de concentração crítica, calculando-se o seu valor pela equação 2.21 e definindo-se este parâmetro como sendo a dispersão de partículas de fíler em betume que se movem o mais livremente possível, mas que mantêm o contacto umas com as outras. Este fenómeno ocorre quando se aplica uma tensão e esta é absorvida pela deformação viscosa ocorrida no meio e o atrito entre as partículas de fíler é mínimo.

Neste estudo realizado sobre dois fíleres (cal hidratada e fíler calcário), verificou-se que ambos conferem melhores características mecânicas ao betume, no entanto verificou-se que a aplicação de cal hidratada torna a mistura betuminosa menos rígida e menos quebradiça, para as mesmas condições de ensaio, do que o fíler calcário. Assim conclui-se que a cal hidratada confere um efeito mais protetor da mistura do que o fíler calcário (Recasens, *et al.*, 2005).

Dukatz e Anderson realizaram um estudo sobre diversos tipos de fíler e o seu efeito nas misturas betuminosas, para tal foram realizados ensaios de observação microscópica com recurso ao *Scanning Electron Microscope* (SEM), para além de outros ensaios. Contudo na realização deste ensaio apenas foi feita uma observação no sentido de determinar o tamanho das partículas, dado que houve uma aglomeração das partículas que se deve às forças de contacto que se geram entre as mesmas, como as forças de *Van der Waals* (Dukatz, *et al.*, 1980).

Kandhal também realizou um estudo com o objetivo de estudar a forma e a textura das partículas de fíler, com recurso ao SEM, tendo observado 10 tipos diferentes de fíleres. Este autor já conseguiu obter uma amostra dispersa das partículas de fíler e assim conseguiu observar que os diferentes fíleres apresentavam diferentes formas e texturas. Para avaliar a sua dimensão utilizou o ensaio descrito na norma AASHTO T88 (Kandhal, 1980).

Aquele autor constatou que existia uma tendência para que os fíleres mais finos apresentem um mástico de maior viscosidade, para uma mesma concentração de fíler. No entanto, existem exceções a esta tendência (Kandhal, 1980).

A mesma constatação foi feita sobre a superfície específica, fíleres com maiores valores de superfície específica apresentam mastiques com maior viscosidade mas, mais uma vez a tendência era

corroborada por exceções. Segundo o autor não existe influência da forma da partícula (Kandhal, 1980).

Com a análise do estudo é possível verificar que as exceções apresentadas ocorrem para um tipo de fíler que possui partículas com grãos angulares com uma superfície de rugosidade média, ao contrário das outras amostras que possuem em geral partículas ligeiramente roladas a roladas.

Ao se correlacionar esta ideia com o que acontece a nível macroscópico, ou seja com o que ocorre no caso do agregado mais grosso, verifica-se que existe uma relação. No caso de se aplicar material rolado nos pavimentos estes apresentam uma maior tendência a que ocorra uma decapagem do betume que os envolve, ao contrário do caso de ser aplicado agregado britado.

Estudos realizados por (Chen, *et al.*, 2010) e (Chen, *et al.*, 2011) sobre a introdução de materiais do tipo fíler obtidos através de reciclagem de outros, como o pó de tijolo e o pó obtido através da britagem de betão armado da classe C30 com uma utilização de 15 anos obtiveram conclusões no âmbito no presente tópico. Estes autores, assim como Kandhal realizaram observações ao SEM, observando que ambos os materiais reciclados apresentavam superfícies muito mais rugosas e, que no caso do pó de tijolo, a distribuição das partículas era muito mais homogénea do que o material de controlo (“fíler calcário”), apresentando assim uma maior capacidade de adsorção do betume. O mesmo ocorre no caso do fíler obtido pela britagem do betão, não sendo referido nada sobre a distribuição homogénea das partículas.

Ambos os materiais apresentaram resultados em relação às características de resistência mecânica superiores ao material de controlo, material que é mais comumente aplicado nas misturas betuminosas a quente como fíler. Assim é possível concluir a partir destes estudos que existe uma influência da forma e textura das partículas de fíler no comportamento do mastique.

#### **2.6.4. Influência do índice de vazios do fíler no mastique betuminoso**

O índice de vazios do fíler é um fator que influencia o comportamento dos mastiques betuminosos e como conseqüentemente das misturas betuminosas. Ao se adicionar fíler ao betume, este apresenta a tendência para preencher os vazios presentes no fíler, contudo se apenas for adicionada uma quantidade suficiente para se preencher os vazios do fíler obtém-se uma mistura seca e rígida. Isto deve-se a que todo o betume é adsorvido pelas partículas de fíler, ou seja, este fixa-se nos vazios inter e intra-partículas de fíler (Kandhal, 1980). Ao se adicionar uma quantidade suficiente de betume de modo a que todos os espaços sejam preenchidos ir-se-á obter uma quantidade de betume livre e assim o mastique apresentará um comportamento viscoso.

Pode-se assim constatar que, quanto maior o índice de vazios do fíler, maior a quantidade de betume adsorvido e menor a quantidade de betume livre (Figura 2.6).

Da análise da Figura 2.6 pode-se verificar que  $V_{bl}$  corresponde a  $V_b - (V_{f+ba} - V_{fc})$ , onde a diferença entre  $V_{f+ba}$  e o  $V_{fc}$  corresponde ao volume de vazios inter e intra-partículas presentes no provete de fíler.

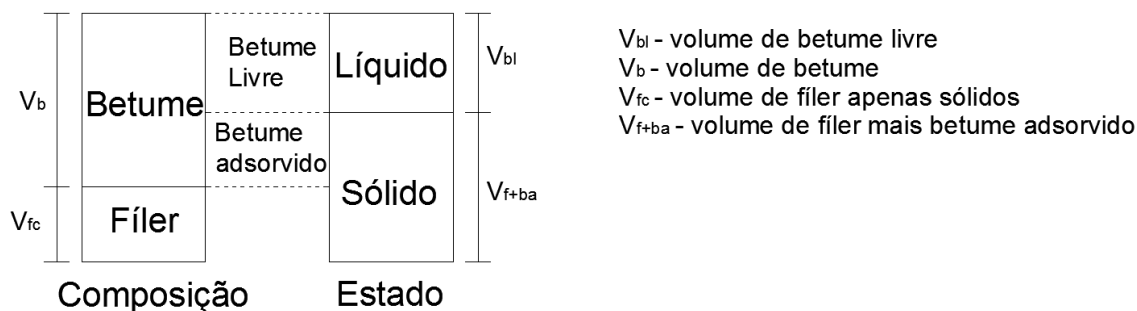


Figura 2.6 – Esquema de composição do mástico e da ligação dos seus constituintes

Assim ao ser utilizada uma amostra de fíler com um índice de vazios mais elevado será obtido um mástico mais viscoso do que se for utilizada uma amostra com um mesmo volume de partículas de fíler mas com um índice de vazios inferior.

Um estudo realizado mostra que a viscosidade aumenta conforme aumenta a percentagem de volume de (fíler + betume adsorvido) em relação ao volume total do mástico, tal como seria de esperar. No entanto neste estudo verifica-se que existem dois patamares de aumento conforme se verifica o incremento do volume de material no estado sólido, num primeiro patamar verifica-se um aumento linear com o aumento do volume de fíler mais betume adsorvido tendo se esta relação até cerca dos 40%, considerando a escala de aumento de viscosidade logarítmica. O segundo patamar apresenta uma relação de aumento quase exponencial, sendo que este tipo de aumento se verifica entre os 40 e os 80% de concentração, sendo que 80% foi a concentração máxima possível de estudar (Kandhal, 1980).

Com o aumento da concentração de percentagem sólida as misturas betuminosas tornam-se mais duras aumentando assim a dificuldade as compactar. Para além disso este aumento ainda torna as misturas betuminosas mais frágeis e com conseqüente tendência a quebrarem (Csanyi, 1962; Gietz, *et al.*, 1968; Puzinauskas, 1969).

## 2.7. Caracterização laboratorial

Para se avaliar a influência do fíler no comportamento dos mastiques betuminosos é necessário realizar um conjunto de ensaios de caracterização laboratorial dos materiais constituintes do mástico betuminoso.

Assim foram realizados ensaios para a caracterização dos materiais constituintes dos mastiques, fíler e betume e ensaios de caracterização do mástico betuminoso propriamente dito, para assim se poder avaliar as diferenças no comportamento dos mastiques a quando da adição de diferentes fíleres.

Iniciando-se os ensaios de caracterização para o material fíler. Para este material foram realizados ensaios de modo a obter uma caracterização física, química e mecânica. A realização desta diversidade de ensaios prende-se com o objetivo de conhecer qual ou quais as características deste

material influenciam o comportamento do mastique às solicitações. Para além da caracterização do material fíler é necessário conhecer também as propriedades dos diferentes betumes devido a que as fichas técnicas apenas apresentam intervalos de valores admissíveis para esses materiais, assim torna-se necessário realizar os seguintes ensaios para determinação das propriedades dos materiais individualmente e como um mastique. Para tal é necessário proceder à realização dos seguintes ensaios de caracterização:

- Análise química dos fíleres, adaptação da norma NP EN 196-2 “*Análise química dos cimentos*”;
- Análise química dos fíleres por Espectrometria de Emissão Atómica por Plasma Acoplado Induzido “Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry (ICP-AES)”;
- Determinação da finura (método de Blaine), segundo a norma NP EN 196-6;
- Métodos de redução de amostras laboratoriais, segundo a norma NP EN 932-2;
- Avaliação dos finos – Ensaio do equivalente de areia, segundo a norma EN 933-8;
- Avaliação dos finos – Ensaio do azul-de-metileno, segundo a norma NP EN 933-9 Anexo A;
- Avaliação dos Finos – Granulometria do fíler (peneiração por jacto de ar) NP EN 933-10;
- Determinação dos vazios do fíler seco compactado (Ensaio de *Rigden*), segundo a norma NP EN 1097-4;
- Determinação do teor em água por secagem em estufa ventilada, segundo a norma NP EN 1097-5;
- Determinação da massa volúmica do fíler (Método do Picnómetro), segundo a norma NP EN 1097-7;
- Determinação da massa volúmica do fíler através da utilização do voluménometro de *Le Châtelier*. Adaptação da especificação LNEC E 64 “*Determinação da massa volúmica do cimento*”;
- Ensaio de avaliação de forma das partículas, segundo a norma ASTM E 986;
- Determinação da temperatura de amolecimento – Método do anel e bola, segundo a norma NP EN 1427;
- Determinação da suscetibilidade à água dos fíleres para misturas betuminosas, segundo a norma EN 1744-4;
- Determinação do poder absorvente do fíler, adaptação da norma francesa “*Détermination du pouvoir absorbant des fines*” NF P 98-256-1;
- Determinação da variação da temperatura de amolecimento anel e bola, segundo a norma NP EN 13179-1 “*Variação da temperatura de amolecimento anel e bola*”;
- Ensaio de fíleres utilizados em misturar betuminosas – Viscosidade aparente (Número de betume), segundo a norma 13179-2.

Nos anexos do trabalho é apresentada uma descrição sumária de cada tipo de ensaio realizado para o estudo experimental para se proceder à caracterização dos materiais.

## **2.8. Considerações finais**

Em suma verifica-se que diversas características físicas, químicas e mecânicas do material fíler podem afetar a resposta do mástico quando este é solicitado por solicitações externas. Os problemas que ocorrem nos mastiques são apenas mensuráveis após a introdução destes em misturas betuminosas a quente e consequente pavimentação, onde estes são solicitados, pelo tráfego, em conjunto com a estrutura granular e assim poderão evidenciar problemas de resposta mecânica.

O comportamento deficiente de um pavimento devido à ligação fíler-betume e consequentemente do mástico por este formado poderá resultar de diversos fatores. Sendo de destacar a composição química, em especial a presença de sílica e a acidez do material, teoria que é defendida por diversos autores, mas que no entanto suscita dúvidas. O índice de vazios do fíler seco compactado ou índice de vazios de Rigden uma vez que o betume, ao ser adicionado ao fíler, apresenta a tendência para preencher os vazios presentes no fíler, tornando assim este um fator a considerar no estudo. Outro parâmetro trata-se da superfície específica do fíler visto que esta propriedade influencia o fenómeno de adsorção do betume, sendo que um material com maior superfície específica possui uma maior facilidade na adsorção do betume. A forma e a textura das partículas tratam-se de outros aspetos que podem levar a que exista uma maior facilidade na adsorção do betume e uma consequente melhoria das características físicas e mecânicas do mástico. É possível prever que uma partícula com uma superfície rugosa e uma forma angulosa tenha uma maior facilidade em fixar o betume não deixando que este se solte facilmente da sua superfície. A finura das partículas é outra característica a estudar uma vez que quando mais finas forem as partículas maior é o número de partículas num mesmo volume de fíler, assim considerando que cada partícula adsorve uma certa quantidade de betume, quando maior o número de partículas maior será a quantidade de betume adsorvido. A atividade das partículas poderá também influenciar o comportamento do mástico.

No entanto a resposta do mástico não depende apenas do fíler, mas também do betume utilizado. Isto deve-se a que o comportamento do mástico poderá ser bastante influenciado por este uma vez que o betume irá funcionar como um ligante entre as partículas de fíler. Assim revela-se também importante estudar as propriedades do betume a utilizar, visto que estas condicionarão as propriedades básicas da mistura e servirão de comparação em relação às propriedades a observar no mástico.

Como tal, a afinidade e a interação entre os dois materiais constituintes do mástico, são fatores importantes a estudar. Para isso será necessário realizar misturas entre os materiais e assim avaliar as propriedades do mástico e as suas melhorias em relação às propriedades do betume virgem. Possibilitando assim uma verificação, através de comparação, do fíler que confere melhores características ao mástico originado pela conjugação de ambos os materiais e consequentemente

verificação das características do fíler que mais influenciam o comportamento do mástico betuminoso.



### **3. ESTUDO EXPERIMENTAL**

#### **3.1. Generalidades**

Para perceber e avaliar as características que realmente influenciam o comportamento de um mástico betuminoso, que por sua vez irá influenciar o comportamento da mistura betuminosa a quente, considera-se fundamental o desenvolvimento de um estudo experimental. Este estudo tem de ter em consideração o estudo dos diferentes materiais que compõem o mástico betuminoso individualmente, para além de posteriormente ser necessário se proceder ao estudo dos materiais associados, ou seja, do próprio mástico. Assim será necessário proceder a um estudo de caracterização física, química e mecânica dos diferentes fíleres a utilizar para verificar as características que na realidade afetam a resposta do mástico quando este é sujeito a solicitações. Para além disso é ainda necessário proceder ao estudo dos diferentes betumes a utilizar uma vez que estes conferem a base das características do mástico, sendo que o fíler poderá funcionar como um material de melhoria das mesmas. Neste estudo pretende-se avaliar a influência nas propriedades do mástico.

#### **3.2. Caracterização dos ligantes betuminosos**

Sendo o ligante betuminoso um constituinte essencial das misturas betuminosas devido à sua função de ligar os agregados e fornecer coesão e estabilidade às mesmas, torna-se necessário e imprescindível o estudo de diferentes betumes de modo a perceber o efeito do fíler nos seus comportamentos. Como já foi referido o material fíler ao ser adicionado ao betume irá ter uma tendência para adsorver o betume, fixando-o em torno de cada partícula. Diferentes tipos de betume podem apresentar diferentes comportamentos na presença do material fíler, podendo alguns deles não apresentar grandes variações em relação às suas propriedades iniciais e outros apresentarem variações maiores, quando se adiciona o fíler ao betume. Assim torna-se indispensável o estudo de diferentes tipos de betume.

Para este estudo considerou-se a utilização de quatro tipos diferentes de ligante betuminoso que se enumeram de seguida:

- Betume de penetração nominal “35/50”;
- Betume de penetração nominal “35/50 com 3% de aditivo” para melhorar a adesividade;
- Betume “PMB 45/80-65”;
- Betume de penetração nominal “50/70”.

A utilização do betume de penetração nominal “35/50” deve-se ao fato de este betume ser um dos betumes mais aplicados em Portugal, tendo como objetivo o estudo da influência que alguns tipos de fíler possam ter aquando da sua aplicação nas misturas. Caso se obtenham resultados positivos que

mostrem que a introdução de filleres alternativos conferem características semelhantes ou superiores à introdução de filler comercial, este poderá começar a ser substituído por outros.

O estudo com a aplicação do betume de penetração nominal “35/50 com 3% de aditivo” para melhorar a adesividade pretendeu avaliar o impacto que a introdução de um aditivo, normalmente utilizado em Portugal, teria no comportamento do mástico. Os agregados que geralmente apresentam problemas de adesividade são do tipo granítico, logo este é um aditivo frequentemente utilizado em estradas construídas no norte do país. Como tal, pretende-se estudar, com a introdução deste aditivo eventuais alterações das propriedades do mástico.

O betume “PMB 45/80-65” trata-se de um betume de penetração nominal 35/50 modificado com 3% a 6% de elastómeros termoplásticos. A utilização deste betume tem como objetivo avaliar possíveis alterações no comportamento do mástico betuminoso quando fabricado com betumes modificados.

Este tipo de polímero apresenta, a baixa temperatura, um comportamento elástico, mas quando existe um aumento de temperatura passa a apresentar um comportamento termoplástico.

Para se proceder a um estudo completo sobre este tema teriam de ser utilizados no estudo diferentes tipos de betume com diferentes tipos de modificações, sempre comparando os resultados com os obtidos com o betume base que dá origem aos betumes modificados.

Anota-se que este tipo de modificação feita aos betumes é realizada com o objetivo de otimizar o desempenho das misturas betuminosas quando estas são sujeitas a ações devido ao aumento do volume de tráfego e à sua agressividade. Assim ao se aplicar uma mistura betuminosa com um betume modificado com estes tipos de polímeros melhora-se as suas propriedades em termos de suscetibilidade térmica, resistência à fadiga, resistência às deformações permanente, coesividade e adesividade. No entanto esta modificação poderá apresentar alguns pontos negativos no que diz respeito à modificação do betume e subsequente armazenamento, à compactação de misturas betuminosas realizadas com este betume, ao processo de envelhecimento (Bernucci, *et al.*; Pais, *et al.*, 2008).

Segundo dados de 1999 os betumes modificados com polímeros utilizados em Portugal eram essencialmente constituídos por elastómeros termoplásticos, sendo destes 66% modificados com SBS e 33% com EVA (Bernucci, *et al.*), constituindo assim o betume “PMB 45/80-65” um betume modificado com um dos polímeros mais utilizados para a modificação de betumes utilizados em Portugal.

### **3.2.1. Ensaios efetuados para a caracterização dos betumes**

Dado que todos os betumes fornecidos para o presente estudo vinham acompanhados de uma ficha técnica na qual são apresentadas diversas características dos respetivos produtos, procedeu-se no presente estudo à realização do ensaio de temperatura de amolecimento pelo método de “anel e bola” conforme apresentado no Quadro 3.1. Refira-se que as características dos produtos são apresentadas nas respetivas fichas técnicas através de intervalos de valores, não sendo dado o valor obtido para o

lote de betume que é fornecido, dado que dentro de um mesmo lote se observam variações das características do betume.

No Quadro 3.1 apresenta-se o ensaio realizado sobre os diversos betumes utilizados.

**Quadro 3.1 – Resumo de ensaios para avaliação das características do betume**

Ensaio realizado	Norma utilizada	Objetivo
Determinação da temperatura de amolecimento – Método do anel e bola	NP EN 1427:2010	Pretende-se determinar a temperatura de amolecimento dos betumes a estudar para posteriormente se poder comparar com a temperatura de amolecimento dos mastiques produzidos com os mesmos betumes.

### 3.2.2. Resultados obtidos

No Quadro 3.2, Quadro 3.3 e Quadro 3.4 são apresentados os resultados fornecidos nas fichas técnicas dos betumes em estudo. No caso do betume alterado com a adição de 3‰ de aditivo para melhorar a adesividade, não se tem qualquer ficha técnica fornecida, visto que a adição deste produto foi levada a cabo no LNEC.

**Quadro 3.2 – Ficha técnica betume “35/50”**

Características	Unidade	Norma	Min.	Max.	Resultado
Penetração (25°C)	0,1mm	EN 1426	35	50	44
Índice de Penetração	-	EN 12591	-1,5	+0,7	-
Temperatura de amolecimento	°C	EN 1427	50	58	52,9
Ponto de fragilidade de <i>Fraass</i>	°C	EN 12593	-	-5	-
Solubilidade	%	EN 12592	99,0	-	-
Ponto de inflamação	°C	EN ISSO 2592	240	-	-
<b>Resistência ao endurecimento a 163°C (EN 12607-1)</b>					
Varição de massa (valor absoluto)	%	EN 12607-1	-	0,5	-
Penetração retida	%	EN 1426	53	-	-
Δ temperatura de amolecimento	°C	EN 1427	-	11	-

Quadro 3.3 – Ficha técnica betume “PMB 45/80-65”

Características	Unidade	Norma	Min.	Max.	Resultado
Penetração (25°C)	0,1mm	EN 1426	45	80	51
Temperatura de amolecimento	°C	EN 1427	65	-	70,4
Ponto de fragilidade de Fraass	°C	EN 12593	-	-15	-17(e)
Recuperação elástica a 25°C	%	EN 13398	70	-	91(e)
Estabilidade ao armazenamento Variação da temperatura de amolecimento	°C	EN 13399 EN 1426	-	5	4,2(e)
Estabilidade ao armazenamento Variação na penetração	0,1mm	EN 13399 EN 1427	-	9	0(e)
Ponto de inflamação	°C	EN ISSO 2592	235	-	335(e)
<b>Durabilidade depois do ensaio de envelhecimento (EN 12607-1)</b>					
Variação de massa	%	EN 12607-1	-	1	-0,05(e)
Penetração retida	%	EN 1426	60	-	96(e)
Aumento da temperatura de amolecimento	°C	EN 1427	-2,6	-	10(e)

(e) – valor de referência

Quadro 3.4 – Ficha técnica betume “50/70”

Características	Unidade	Norma	Min.	Max.	Resultado
Penetração (25°C)	0,1mm	EN 1426	50	70	66
Índice de Penetração	-	EN 12591	-1,5	+0,7	-
Temperatura de amolecimento	°C	EN 1427	46	54	49,4
Ponto de fragilidade de Fraass	°C	EN 12593	-	-8	-
Solubilidade	%	EN 12592	99,0	-	-
Ponto de inflamação	°C	EN ISSO 2592	230	-	-
<b>Resistência ao endurecimento a 163°C (EN 12607-1)</b>					
Variação de massa (valor absoluto)	%	EN 12607-1	-	0,5	-
Penetração retida	%	EN 1426	50	-	-
Δ temperatura de amolecimento	°C	EN 1427	-	11	-

No Quadro 3.5 são apresentados os resultados obtidos no ensaio de temperatura de amolecimento para os quatro tipos de betume.

Quadro 3.5 – Resultados obtidos para a temperatura de amolecimento anel e bola

Ensaio	Tipo de betume			
	Betume “35/50”	Betume “PMP 45/80-65”	Betume “35/50 com 3% de aditivo”	Betume “50/70”
Temperatura de amolecimento [°C]	55,5	71,6	54,0	53,3

É de verificar que existem algumas alterações aos valores obtidos para a temperatura de amolecimento anel e bola em relação aos valores fornecidos na ficha técnica, estas diferenças ocorrem

devido ao aquecimento a que o betume é sujeito para a realização dos ensaios visto que este material sofre envelhecimento acelerado quando é aquecido. Assim o valor a ser tomado para comparação com os resultados obtidos para os mastiques serão os do Quadro 3.5.

### 3.3. Caracterização do fíler

Como referido anteriormente no presente texto (2.4.3), o material fíler apesar de não ter uma definição coerente no meio científico devido a serem apresentadas diferentes definições para o mesmo, neste estudo será considerado como fíler todo o material passado do peneiro com abertura de malha de 0,125mm. Contudo alguns materiais utilizados apresentam uma pequena fração de material com uma percentagem retida neste peneiro, no entanto como são materiais comerciais e como a fração retida é pouco expressiva, respeitando os critérios adotados na Normalização Europeia e no atual Caderno de Encargos Tipo de Obra da EP, considera-se a utilização dos mesmos sem qualquer alteração para que não seja necessário proceder à sua modificação por parte dos produtores.

Para este estudo foram considerados nove tipos de fíleres tendo em vista a sua caracterização completa e um décimo material para o estudo da sua composição química. Assim foram utilizados os seguintes materiais:

- “Cal hidratada” H100;
- “Cal hidráulica” NHL5;
- Cimento Portland Tipo I 52,5R (“CEM I 52,5R”);
- “Fíler calcário”;
- “Fíler recuperado”;
- “Fíler pó de tijolo”;
- “Fíler de areia de rio” obtido através da moagem de uma amostra de areia de rio;
- “Cinzas volantes”;
- “Fíler de RCD” obtido através da moagem de uma amostra de Betão Britado;
- “Fíler granítico” obtido através de moagem de uma amostra de granito.

Os materiais “cal hidratada” H100, “cal hidráulica” NHL5 e cimento Portland tipo I 52,5R foram utilizados dado que são materiais que têm sido utilizado em diversos estudos anteriores, constituindo assim materiais de referência. Como estes materiais são fabricados segundo normas, tendo que cumprir certos requisitos, apresentam menor heterogeneidade quando comparados com outros materiais do mesmo tipo, mas cuja origem natural não obriga ao cumprimento de determinadas propriedades. Para além disso estes materiais apresentam-se muitas vezes como materiais que se adicionam a materiais naturais com o objetivo de melhorar as suas propriedades, como tal estes poderão ser utilizados como um material a utilizar para criar uma mistura ponderal de fíleres.

A escolha do cimento de Portland tipo I 52,5R (“CEM I 52,5R”) resulta de apenas se querer avaliar o efeito do cimento constituído essencialmente por clínquer, sem qualquer outro componente, tal como cinzas volantes, escória de alto-forno, sílica de fumo, entre outros.

O “fíler calcário” foi selecionado por se tratar de um fíler comercial para misturas betuminosas, tendo-se uma elevada experiência na utilização deste fíler e nos comportamentos por este manifestados quando introduzido na mistura betuminosa.

O “fíler recuperado” provém do despoeiramento das frações de agregado, sobretudo da mais fina aquando da secagem dos agregados durante o fabrico da mistura betuminosa. Este material é armazenado e posteriormente introduzido na mistura durante o seu fabrico. O “fíler recuperado” utilizado no presente estudo provém de agregados de natureza basáltica e calcária, podendo-se constatar a sua tonalidade acinzentada devido à mistura dos finos resultantes de dois tipos de rocha.

O “fíler pó de tijolo”, resultante da moagem de desperdício de telha obtido em fábrica segundo informações prestadas pela empresa fornecedora, e o “fíler de RCD” provém da moagem de agregado de “Betão Britado” utilizado no projeto SUPREMA com o estudo em curso no NIT/DT do LNEC. Segundo o ensaio realizado pela norma EN 933-11:2009 “*Test for geometrical properties of aggregates – Classification test for the constituents of coarse recycled aggregate*”, este material é constituído por 74% de materiais de betão e argamassas, 19% de agregados não ligados, pedra natural e agregados tratados com ligante hidráulico, 5,3% de elementos de alvenaria de materiais argilosos, elementos de alvenaria de silicatos de cálcio e betão celular não flutuante, 1,2% são materiais betuminosos e os restantes 0,4% trata-se de vidro, madeira, metais ferrosos e não ferrosos, borracha, gesso, partículas de argila e solo. Após se proceder à moagem do material as percentagens anteriormente apresentadas sofreram algumas oscilações dado que alguns materiais apresentaram alguma dificuldade na moagem devido à sua rigidez, por isso estas percentagens são meramente indicativas do material em estudo.

O “fíler pó de tijolo” e o “fíler de RCD” foram adicionados ao estudo por se pretender aumentar a percentagem de materiais reciclados e reutilizados em novas aplicações, diminuindo assim a percentagem de material que será depositada em aterros para materiais inertes.

Na UE, no ano de 2010, foram produzidos cerca de 850 milhões de toneladas de RCD, dos quais 5 milhões de toneladas foram produzidas em Portugal, sendo que 73% são resíduos de betão, tijolos, ladrilhos, telhas e materiais cerâmicos (17 01 classificação dos RCD) e em que apenas 44% destes são valorizados. Dos resíduos que são valorizados, desta valorização 75% é realizada na construção de estradas, no entanto, isto representa apenas 7% dos agregados consumidos nas mesmas, sabendo que se consome 30000 toneladas de agregado por quilómetro de estrada, logo trata-se ainda de percentagem muito baixa de valorização de resíduos. Para se atingir a meta de 70% de valorização de resíduos apresentada para 2020 terá de se aumentar o número de utilizações dos resíduos, garantindo assim a durabilidade e a resposta das obras às solicitações aplicadas (Gonçalves, 2013; Freire, 2013). Para tal a introdução destes materiais no estudo toma a sua importância.

O “fíler de areia de rio” foi introduzido no estudo apenas como material comparativo devido aos problemas que têm ocorrido em algumas estradas devido à aplicação de materiais graníticos que possuem um elevado teor em sílica. Como existe a dúvida da influência do teor em sílica no efeito rigidificante das misturas betuminosas a quente introduziu-se este material devido a ser um material

muito silicioso, funcionando como um branco para se perceber o efeito do teor em sílica no comportamento das misturas betuminosas (Kandhal, 1980; Quaresma, 2001).

Para além destes materiais introduziu-se no estudo um “fíler granítico”, proveniente da moagem de um agregado granítico, que servirá para quantificar a grandeza do valor do teor em sílica. Esta determinação apresenta a sua relevância dado a existirem estudos precedentes realizados no LNEC sobre a utilização de fíleres graníticos, em misturas betuminosas que apresentaram degradações aceleradas (Quaresma, 2001). Como estes estudos não contemplaram determinações químicas deste tipo de material foi utilizado o mesmo, podendo assim verificar-se a influência do teor em sílica no endurecimento rápido das misturas betuminosas a quente.

### **3.3.1. Ensaios realizados para a caracterização do material fíler**

Tendo em vista a realização de uma completa caracterização do material fíler, foi realizado um estudo laboratorial recorrendo a um conjunto de ensaios que contemplassem a determinação de características químicas, físicas e mecânicas do mesmo.

Para se avaliarem as características físicas do material procedeu-se à realização dos ensaios apresentados no quadro seguinte:

**Quadro 3.6 – Resumo de ensaios para avaliação de características físicas dos fíleres**

Ensaio Realizado	Norma Utilizada	Objetivo
Determinação da finura (método de <i>Blaine</i> )	NP EN 196-6:2010	Determinação da superfície específica dos fíleres. Esta característica pode influenciar o comportamento dos mastiques betuminosos devido ao betume que é adsorvido pelas partículas de fíler, logo quanto maior a superfície específica maior será a quantidade de betume adsorvido.
Avaliação dos finos – Ensaio do azul-de-metileno	NP EN 933-9:2011 Anexo A	Determinar o valor do azul-de-metileno que avalia a presença de materiais orgânicos e/ou argilosos. Os materiais argilosos podem ser expansivos na presença de água o que pode influenciar o comportamento dos mastiques betuminosos.
Avaliação dos finos – Granulometria do fíler (peneiração por jacto de ar)	EN 933-10:2009	Determinação da granulometria do material, com quantificação da percentagem de material com dimensão inferior a 0,063mm.
Determinação dos vazios do fíler seco compactado (Ensaio de <i>Rigden</i> )	NP EN 1097-4:2012	Determinar o valor em percentagem dos vazios do fíler seco compactado. Este valor pode influenciar o comportamento do mastique dado que o betume tem tendência a preencher estes vazios
Determinação do teor em água por secagem em estufa ventilada	NP EN 1097-5:2011	Determinar a quantidade de água presente no fíler para assim calcular o seu teor. Valor importante para outras determinações.
Determinação da massa volúmica do fíler. Método do picnómetro	NP EN 1097-7:2012	Determinação do valor da massa volúmica do fíler essencial para a determinação de outras propriedades do fíler.
Determinação da massa volúmica do fíler pela utilização do volumómetro de <i>Le Châtelier</i>	Adaptação da especificação LNEC E64-1979	
Ensaio de avaliação da forma das partículas de fíler	ASTM E 986	Determinação da forma e textura superficial das partículas de fíler

Para a caracterização química dos fíleres foi estudada a composição das amostras sobre determinados componentes que podem influenciar negativamente o comportamento das misturas betuminosas recorrendo-se assim à aplicação de técnicas laboratoriais que se resumem no Quadro 3.7.

**Quadro 3.7 – Resumo dos ensaios para avaliação de características químicas dos fíleres**

Ensaio Realizado	Norma Utilizada	Objetivo
Análise química dos fíleres.	Adaptação da norma NP EN 196-2:2006.	Determinação dos teores em sílica, óxidos de cálcio e determinação do pH. O estudo destes valores apresenta relevância dado existir a suspeita da influência da sílica e do pH no efeito rigidificante das misturas betuminosas e de suscetibilidade dos materiais que apresentam este composto à difícil adsorção do betume e consequente decaagem do betume que os envolve.
Análise química dos fíleres por espectrometria de emissão atômica por plasma acoplado induzido “ <i>Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry (ICP-AES)</i> ”.	Processo experimental REQUIMTE FCT-UNL com preparação de amostras segundo o ponto 13.2 da norma NP EN 196-2:2006.	Este processo apresenta um objetivo idêntico ao da análise química dos fíleres. No entanto tenta-se, através deste processo, estudar os componentes através de um método mais simples e rápido, com redução do erro associado ao anterior processo. Com a utilização deste processo tentou-se também não se proceder à utilização do ácido fluorídrico (HF), essencial para a determinação do teor em sílica pura pela norma NP EN 196-2:2006, uma vez que se trata de um ácido bastante volátil e perigoso, necessitando de condições especiais para o seu manuseamento.

Para além dos ensaios de caracterização física e dos ensaios de caracterização química, são também realizados ensaios de caracterização mecânica, que dependem da caracterização físico-química dos materiais e das interações físico-químicas com outros materiais. No caso em estudo teve-se em conta a interações dos fíleres com os diferentes betumes a utilizar, que estão definidos no capítulo 3.2 do presente texto, e com a água. Estes ensaios são ensaios bastante expeditos e apresentam-se descritos resumidamente no Quadro 3.8.

**Quadro 3.8 – Resumo dos ensaios para avaliação das características mecânicas por interação físico-química**

Ensaio Realizado	Norma Utilizada	Objetivo
Determinação da suscetibilidade à água dos fíleres para misturas betuminosas	EN 1744-4:2005	Pretende-se determinar a percentagem de fíler que é desagregado do mástico por ação da água. Conseguindo-se perceber também qual a capacidade de adsorção de betume por parte do fíler.
Ensaio de fíleres utilizados em misturas betuminosas – Viscosidade aparente (número de betume)	NP EN 13179-2:2010	Determinação da viscosidade aparente dos fíleres a empregar em misturas betuminosas. Pretende-se avaliar o acréscimo de viscosidade que o fíler ao ser adicionado ao betume irá conferir ao mástico.
Determinação do poder absorvente do fíler	Adaptação da norma francesa NF P 98-256-1 Juillet 1991	Determinar o poder absorvente do fíler, determinando a concentração volumétrica de betume no mástico quando a mistura se torna friável, ou seja, quando deixa de se comportar como um fluido newtoniano passando a ter um comportamento plástico. É possível também determinar a concentração volumétrica máxima de fíler admissível num mástico betuminoso.

A apresentação de ensaios é feita seguindo a numeração das normas, no entanto não se procedeu à realização dos ensaios por esta ordem, uma vez que não se trata da ordem lógica para a realização dos mesmos.

Os resultados obtidos, através da aplicação das técnicas laboratoriais, são apresentados seguindo a numeração das normas.

### **3.3.2. Resultados obtidos dos ensaios**

Com a realização dos ensaios propostos no subcapítulo 3.3 é possível obter resultados que contribuem para a caracterização do fíler. Nos pontos seguintes apresentam-se e discutem-se os valores obtidos para os diferentes tipos de fíleres objeto de estudo.

#### **Análise química dos fíleres**

Com base em estudos experimentais anteriores, foram suscitadas dúvidas quanto à interação química entre o fíler e o betume aquando da produção do mástico. Alguns dos componentes químicos que constituem o fíler podem provocar comportamentos no mástico, que por sua vez podem originar problemas nos pavimentos betuminosos devido ao endurecimento acelerado a que estes são sujeitos.

Um dos compostos químicos que levanta mais dúvidas sobre a sua influência no comportamento anormal dos pavimentos betuminosos é a sílica, como tal um dos componentes a ser determinado no presente trabalho. Este componente aparece normalmente associado à aplicação de

misturas betuminosas com agregado granítico em que, parte ou a totalidade do fíler utilizado também resulta da desagregação de rocha granítica para a produção de agregado. Os granitos são rochas que na sua constituição apresentam uma forte componente siliciosa, por isso tem-se vindo a fazer a associação entre os problemas que surgem a quando da utilização destes tipos de materiais e a componente siliciosa. Devido à problemática que surge quando são aplicados estes materiais foi já realizado um estudo anterior (Quaresma, 2001), em que se procedeu à análise de granitos que foram utilizados no fabrico de misturas betuminosas que após aplicação apresentaram precocemente algumas patologias. No entanto quando foi realizado este estudo não se procedeu a uma determinação da composição química destes materiais, tendo sido apenas realizados ensaios de caracterização física e mecânica. Assim considerou-se relevante contemplar o presente estudo com a caracterização química de um fíler de natureza granítica. Foram assim ensaiados 6 tipos de fíleres, “cinzas volantes”, “fíler de areia de rio”, “fíler calcário”, “fíler granítico”, “fíler de RCD” e “fíler recuperado”, tendo a composição dos restantes fíleres ter sido determinada com recurso à bibliografia existente.

Para além da composição química dos fíleres foi também realizada uma determinação de pH de todos os materiais em estudo visto que não existir qualquer referência na bibliografia sobre este parâmetro. Esta determinação foi realizada conforme enunciado no anexo c).

A avaliação do pH foi realizada para que fosse possível entender de que modo a acidez ou basicidade dos fíleres influencia o comportamento quando misturados com os betumes, sendo que, conforme referido na bibliografia (Kandhal, 1980) para fíleres que apresentavam pH mais baixo e que apresentavam teores de sílica mais elevados, as misturas apresentavam efeitos de decapagem, sendo que para fíleres com pH mais elevado, acima de 11, estes apresentavam maior suscetibilidade aos danos induzidos na mistura. Dadas estas constatações verifica-se a importância desta determinação.

No Quadro 3.9 apresentam-se os resultados obtidos através da realização de ensaios e de consulta de bibliografia para a caracterização química dos fíleres.

Na Figura 3.1 demonstram-se graficamente os resultados obtidos para a composição química avaliada.

Na Figura 3.2 mostram-se graficamente os resultados obtidos pelo procedimento para a determinação do valor do pH.

**Quadro 3.9 – Resultados obtidos na caracterização química dos fíleres**

Ensaio	“cal hidráulica”	“cal hidratada”	“CEM I 52,5R”	“cinzas volantes”	“fíler calcário”	“fíler recuperado”	“fíler de RCD”	“fíler pó de tijolo”	“fíler de areia de rio”	“fíler granítico”
Teor em sílica pura [%]	19,2 <sup>(a)</sup>	0,8 <sup>(b)</sup>	21,0 <sup>(c)</sup>	50,8	6,3	32,5	35,2	77,0 <sup>(a)</sup>	98,2	75,8
Teor em óxido de cálcio [%]	51,0 <sup>(a)</sup>	72,5 <sup>(b)</sup>	62,0 <sup>(c)</sup>	2,8	33,6	19,6	25,2	0,5 <sup>(a)</sup>	2,8	5,6
pH	12,7	12,8	13,0	8,8	12,5	11,5	11,3	9,6	10,1	9,9

(a) - (Livesey, 2003); (b) - (B. N. Minerals, 2010); (c) - (Silica Fume Association, 2012)

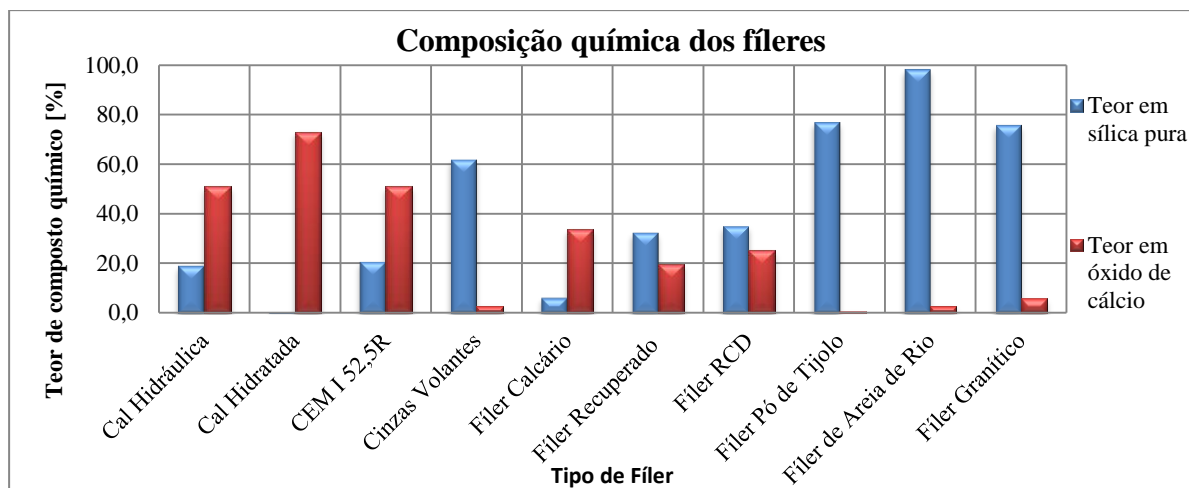


Figura 3.1 – Gráfico síntese da constituição química dos fíleres

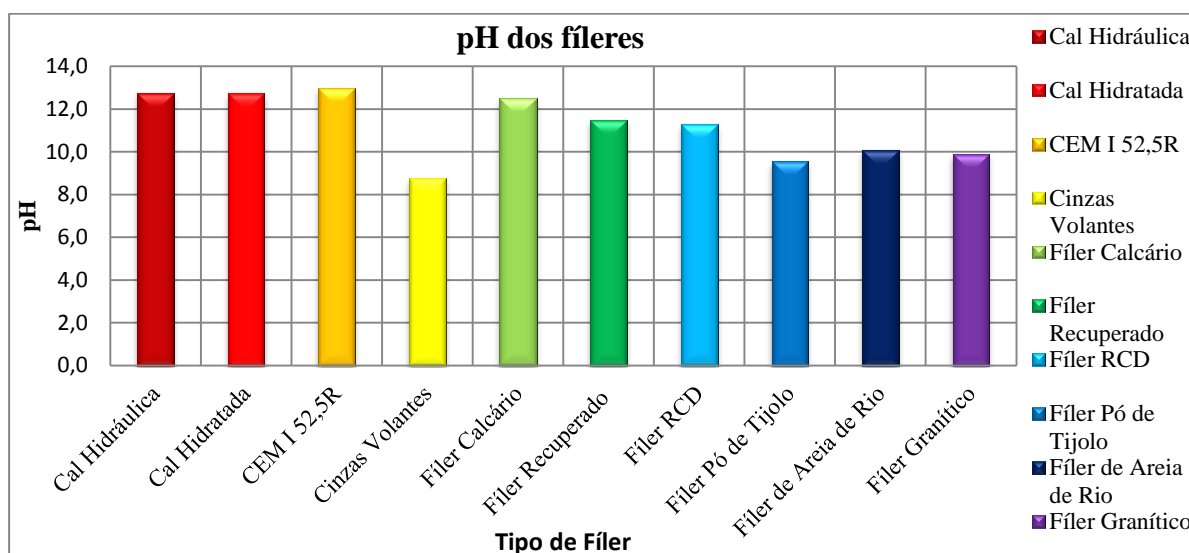


Figura 3.2 – Gráfico resumo do pH dos fíleres em exame

Ao observar o Quadro 3.9 e a Figura 3.1 é possível constatar que existem materiais que se destacam por possuírem valores elevados de um determinado composto químico. O “fíler de areia de rio” como era de esperar é o material que possui um teor mais elevado de sílica, sendo um material fundamental para a avaliação da influência da sílica. Tal como seria de esperar o “fíler calcário” é o que possui um valor mais baixo de sílica na sua constituição. Deste modo, no conjunto dos diferentes tipos de fíleres existem dois com um elevado teor em sílica e um material com um baixo teor em sílica, permitindo a obtenção de conclusões mais fundamentadas quanto ao efeito desta propriedade.

Outro componente que foi estudado foi o teor em óxido de cálcio dado ser um componente que tem vindo a ser avaliado em trabalhos experimentais anteriores (Chen, *et al.*, 2010; Chen, *et al.*, 2011). O estudo deste componente é relevante dado serem frequentemente utilizados materiais calcários na formulação das misturas betuminosas, sendo que o fíler considerado como comercial é usualmente fíler calcário.

Outro componente fundamental estudar seria o teor em carbonato de cálcio, uma vez que os calcários são essencialmente constituídos por este composto e dado ser referido pela norma NP EN 13043. No capítulo 4 deste texto será feita uma ressalva sobre este assunto.

A determinação do pH foi realizada conforme referido no anexo), tendo sido utilizada água destilada com um pH de 5,1. No caso da realização do ensaio sobre a “cal hidratada” não foi possível utilizar uma relação mássica de 1:1, devido ao fato de a mistura dos materiais ainda se apresentar seca por a água presente não ser suficiente, por isso foi utilizada uma relação de 1:2. Assim foi possível se proceder à determinação do pH da cal hidratada. Apesar desta diferença de preparação da mistura para a determinação do pH, o valor obtido foi considerado para o traçado da reta de tendência apresentada na Figura 3.3.

É possível verificar que existe uma relação entre o teor em sílica e o pH. O aumento do teor em sílica provoca um decréscimo do valor do pH, ou seja, quanto maior o teor em sílica mais ácido será o material. É possível observar esta relação na Figura 3.3.

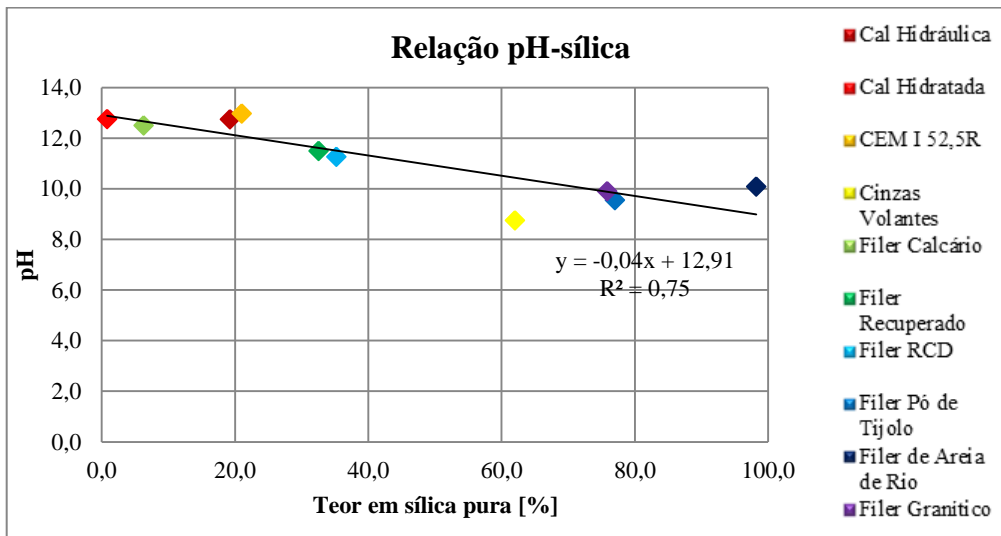


Figura 3.3 – Gráfico de relação do pH com o teor em sílica

Com base na observação da Figura 3.2 e do Quadro 3.9 é possível verificar que nenhum dos fíleres possui um pH inferior a 7, sendo assim todos eles básicos. O fíler que apresenta um pH mais baixo corresponde à amostra de “cinzas volantes” que apresenta um pH de 8,8, sendo assim o fíler que menor basicidade possui.

**Análise química dos fíleres por espectrometria de emissão atômica por plasma acoplado induzido “Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry (ICP-AES)”**

Durante a realização da análise química foi tentada a aplicação de outro processo de determinação da composição química dos materiais. A introdução deste novo processo deveu-se fundamentalmente ao objetivo de redução do tempo de ensaio e de redução do risco de acidentes

graves aquando da realização dos diversos procedimentos de digestão da amostra por ataques com ácidos, apresentando alguns deles um elevado grau de perigosidade. Assim foi introduzida uma análise por ICP-AES, conforme apresentado, sendo que o processo de digestão da amostra foi apresentado no anexo b), para conseguir facilitar o processo de determinação dos teores dos compostos químicos presentes nos materiais. A partir deste método foram obtidos os resultados presentes no Quadro 3.10.

**Quadro 3.10 – Resultados obtidos pelo processo de ICP-AES**

Ensaio \ Tipo de filler	“cal hidráulica”	“cal hidratada”	“CEM I 52,5R”	“cinzas volantes”	“filler calcário”	“filler recuperado”	“filler de RCD”	“filler pó de tijolo”	“filler de areia de rio”	“filler granítico”
Silício [mg/L]	(d)	(d)	(d)	1107	102	828	938	(d)	384	273
Cálcio [mg/L]	(d)	(d)	(d)	105	2450	828	1093	(d)	5,13	52,4
Teor em silício [%]	(d)	(d)	(d)	22,14	2,04	12,86	18,76	(d)	7,68	5,46
Teor em cálcio [%]	(d)	(d)	(d)	2,1	49	16,56	21,86	(d)	0,103	1,05

(d) – não foi avaliado

A caracterização química dos filleres obtida por este método é na realidade uma composição elementar, sendo conseguidos valores dos teores do elemento e não do composto químico, por isso no Quadro 3.10 são apresentados teores dos elementos cálcio e silício e não dos compostos sílica e óxido de cálcio. Esta análise elementar é possível dado que o plasma, definido no anexo b), quebra todas as ligações dos átomos, possibilitando a leitura, por parte do equipamento de ensaio da concentração de determinado átomo.

Dados os resultados obtidos, considera-se que este tipo de análise poderá ser viável visto que os problemas encontrados durante a execução do ensaio podem estar relacionados com o elemento químico e não com a ligação que esse elemento pode criar com outros.

Verificou-se no entanto que o modo de digestão dos filleres não era o mais correto, visto que, a solução feita apresentava material em suspensão, o que comprometeria a análise realizada uma vez que, o capilar que recolhe a amostra para análise é muito fino, não permitindo a passagem deste material. O ataque com ácido efetuado para a digestão da amostra não permite a dissolução da sílica e de silicatos, sendo o material em suspensão visível, na solução obtida, essencialmente sílica. Esta constatação é feita dado que ao se realizar a determinação da sílica pela norma, depois de ser feita a digestão da amostra pelo método definido no anexo b), leva-se esta solução à secura conforme indicado no anexo a) e posteriormente é realizada uma lavagem do material, seguida de uma filtração onde o material que se encontra em suspensão fica retido, sendo este material depois utilizado para a determinação do teor em sílica impura.

Assim foi verificado que este método de digestão da amostra não é o mais apropriado quando se pretende determinar o teor em silício, sendo necessário realizar um ataque com ácido fluorídrico de modo a eliminar qualquer material em suspensão, ou seja, para que seja rompida qualquer ligação com

o átomo de silício que tem tendência a formar ligações dando origem a silicatos e/ou sílica. Só assim seria possível realizar uma determinação elementar correta.

A percepção deste erro é bastante expedita, pela análise comparativa dos valores constantes do Quadro 3.10 e do Quadro 3.9. Apesar de o segundo quadro apresentar um teor em iões silício e outro quadro apresentar o composto sílica, pode ser verificado que os valores não são coerentes. Por exemplo para o “fíler de areia de rio” tem-se um teor em sílica pura de 98,2% e apresenta-se um teor de silício de 7,68%, sendo que, apesar de o primeiro se tratar do composto e o segundo do elemento não faz sentido que exista uma diferença tão considerável de valores, a não ser pelo explicado no parágrafo anterior.

No entanto quando é realizada a análise dos teores em óxido de cálcio e em cálcio, estes valores já fazem algum sentido apesar de não serem iguais. O calcário é essencialmente carbonato de cálcio, deste modo quando é realizada a digestão da amostra e realizado o ensaio de determinação pelo ICP-AES o cálcio determinado será todo aquele que está associado ao oxigénio, formando o óxido de cálcio e ainda aquele que está associado para além do oxigénio a átomos de carbono, formando o carbonato de cálcio. Para além destas associações existem outras formando outros compostos que também podem ser digeridos quando se procede à desagregação pelo peróxido de sódio e posterior ataque com ácido clorídrico concentrado.

Na Figura 3.4 é possível observar que existe uma relação boa entre o teor em cálcio e o teor em óxido de cálcio identificados laboratorialmente. No entanto, os valores do “fíler calcário” saem ligeiramente fora desta relação o que se pode dever à sua forte componente de carbonato de cálcio. Logo se for aplicada uma relação entre o teor em óxido de cálcio e o teor em cálcio presente na Figura 3.5, não considerando o “fíler calcário”, constata-se que esta ainda apresenta melhores resultados sendo o declive da reta de tendência aproximadamente unitário, sendo possível concluir que o teor em óxido de cálcio é aproximadamente igual ao teor de cálcio. Anote-se que estas diferenças mínimas podem estar relacionadas com o método utilizado para a determinação do óxido de cálcio, visto que as adições do titulante são realizadas em intervalos unitários de 1 mL, por isso não são contemplados todos os valores intermédios, o que causa algum erro. O método de ICP-AES, pelo contrário, é um método exato de determinação, uma vez que se mede a concentração de óxido de cálcio na ordem das casas decimais.

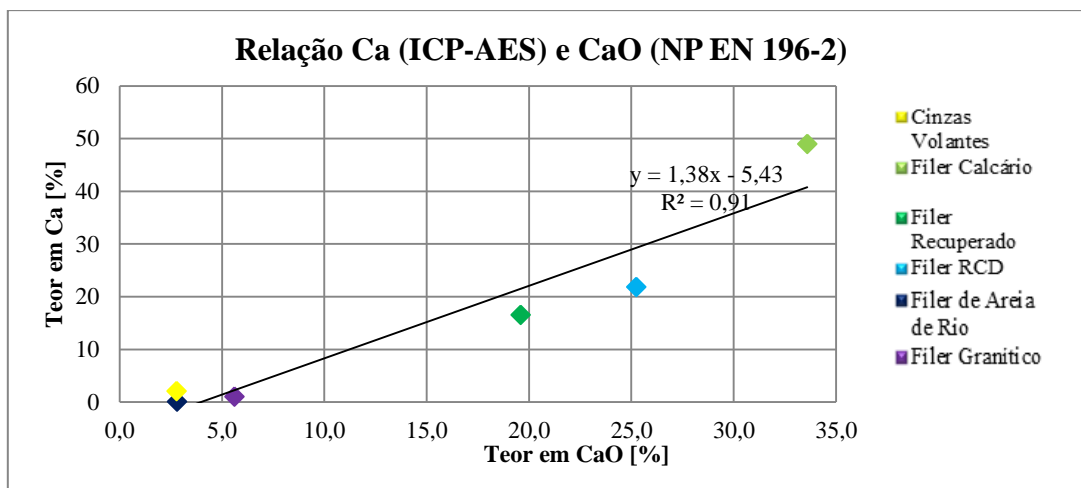


Figura 3.4 - Relação entre Ca e CaO considerando o “filer calcário”

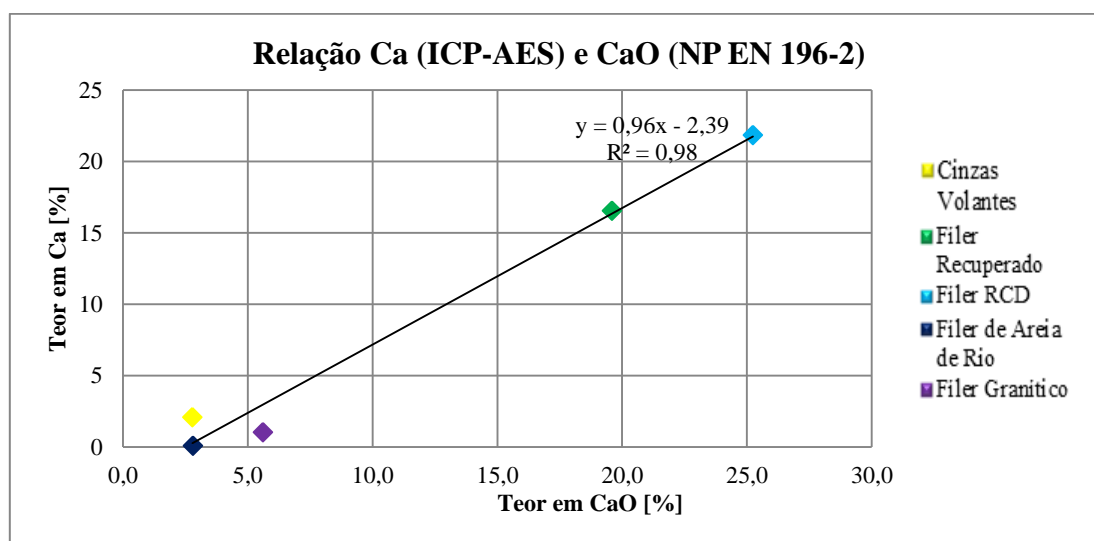


Figura 3.5 – Relação entre Ca e CaO não considerando o “filer calcário”

Após a primeira determinação realizada por ICP-AES, com a identificação da sílica, foi realizada outra determinação com o objetivo de determinar a sílica solúvel. Refira-se que neste caso já não apresentava qualquer problema em ser determinada por este método, visto que, se encontra dissolvida, por isso o material a analisar era um líquido homogêneo. Procedeu-se a esta determinação por este método uma vez que o método aconselhado pela norma ser bastante complexo, moroso e mais uma vez apresentava uma perigosidade elevada devido à utilização de diversos reagentes. Assim para a realização da análise por este processo foi utilizada a mesma solução que é usada na determinação da sílica solúvel segundo a norma NP EN 196-2:2006.

No Quadro 3.11 são apresentados os resultados obtidos, por ICP-AES, para o silício solúvel.

**Quadro 3.11 – Resultados obtidos por ICP-AES para o silício solúvel**

Ensaio \ Tipo de fíler	“cal hidráulica”	“cal hidratada”	“CEMI 52,5R”	“cinzas volantes”	“fíler calcário”	“fíler recuperado”	“fíler de RCD”	“fíler pó de tijolo”	fíler de areia de rio	“fíler granítico”
Silício [mg/L]	(d)	(d)	(d)	3,66	1,35	4,69	3,36	(d)	7,35	3,75
Teor em silício [%]	(d)	(d)	(d)	0,073	0,027	0,094	0,067	(d)	0,147	0,075

(d) – não avaliado

Tal como na análise anterior, com a aplicação deste método foi determinado o teor do elemento silício e não o teor em sílica. No entanto como os teores em sílica solúvel serão muito reduzidos, dado que este material é muito resistente e não ser dissolvido de uma maneira simples, esta será uma boa aproximação, apesar de que a contagem de silício poder corresponder a mais do que sílica, podendo também corresponder à presença de silicatos, por exemplo.

Da análise do Quadro 3.11 observa-se que os teores em silício são bastante reduzidos o que não afeta significativamente os teores em sílica pura, quando se tenta proceder à determinação da sílica total que corresponde como já foi referido no anexo a) à soma dos teores em sílica pura e sílica solúvel. Assim, admitindo que todo o silício determinado na última análise corresponde a sílica solúvel, ou seja, à ligação entre o ião Si e o ião O e não a qualquer outro tipo de ligações que o ião Si possa fazer, o teor em sílica solúvel é muito reduzido, podendo ser praticamente considerado como desprezível, e como existe a dúvida se todo o silício determinado corresponde a uma ligação que produz sílica, será considerado como desprezível neste estudo. Logo a sílica pura determinada será considerada como a sílica total existente nos correspondentes fíleres. Considera-se assim que os resultados obtidos anteriormente para a sílica pura são considerados como sendo os resultados obtidos para o teor em sílica total das amostras em estudo.

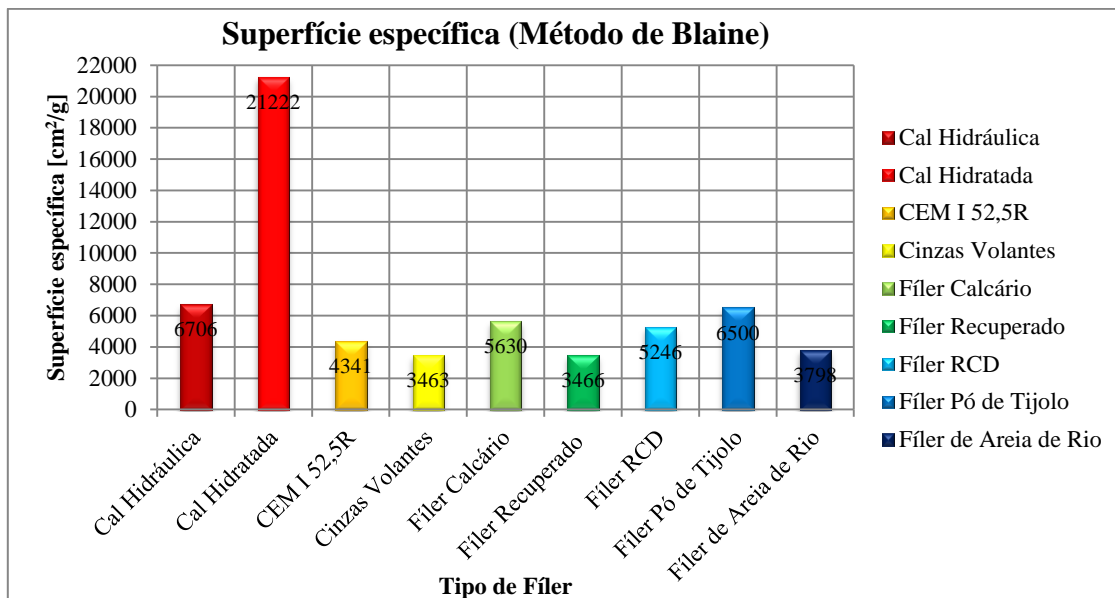
No capítulo 4 deste trabalho será apresentada uma proposta de alteração ao processo de determinação da composição química dos materiais.

#### **Determinação da finura (método de *Blaine*)**

Dada a influência da superfície do material no comportamento do mastique betuminoso, em resultado do fenómeno de adsorção do betume por parte da superfície das partículas de fíler, é evidente a necessidade da determinação da superfície específica dos fíleres em análise. No Quadro 3.12 são apresentados os resultados obtidos pela realização deste ensaio, sendo ainda apresentados de forma gráfica na Figura 3.6.

**Quadro 3.12 – Resultados do ensaio de determinação da finura pelo método de Blaine**

Ensaio \ Tipo de fíler	“cal hidráulica”	“cal hidratada”	“CEM I 52,5R”	“cinzas volantes”	“fíler calcário”	“fíler recuperado”	“fíler de RCD”	“fíler pó de tijolo”	“fíler de areia de rio”
Superfície específica [g]	6706	21222	4341	3463	5630	3466	5246	6500	3798



**Figura 3.6 – Gráfico de avaliação da superfície específica dos fíleres**

Ao analisar os resultados obtidos observa-se que a “cal hidratada” se destaca dos outros materiais, apresentando uma superfície específica muito elevada em relação aos outros fíleres analisados. Logo esta terá uma capacidade bastante superior de adsorção de betume quando comparada com os outros tipos de fíler.

Refira-se que no caderno de encargos da EP (EP, 2009) não são apresentados valores limites para esta propriedade, sendo apenas referido o limite de erro com que o fabricante terá que fornecer os dados do material. Deste modo todos os materiais ensaiados poderão ser aplicados.

### **Avaliação dos finos – Ensaio do azul-de-metileno**

A avaliação dos finos e da sua atividade através da realização do ensaio do azul-de-metileno pretende estimar a presença de materiais argilosos ativos ou orgânicos através da realização do ensaio da mancha verificando a ocorrência de uma auréola azul em volta da gota de material. Enquanto esta auréola não é visível significa que as partículas de material presentes na suspensão fixam todo o corante. Assim quanto maior a quantidade de partículas de argila potencialmente ativa ou material orgânico, maior será o valor do azul-de-metileno (VAM).

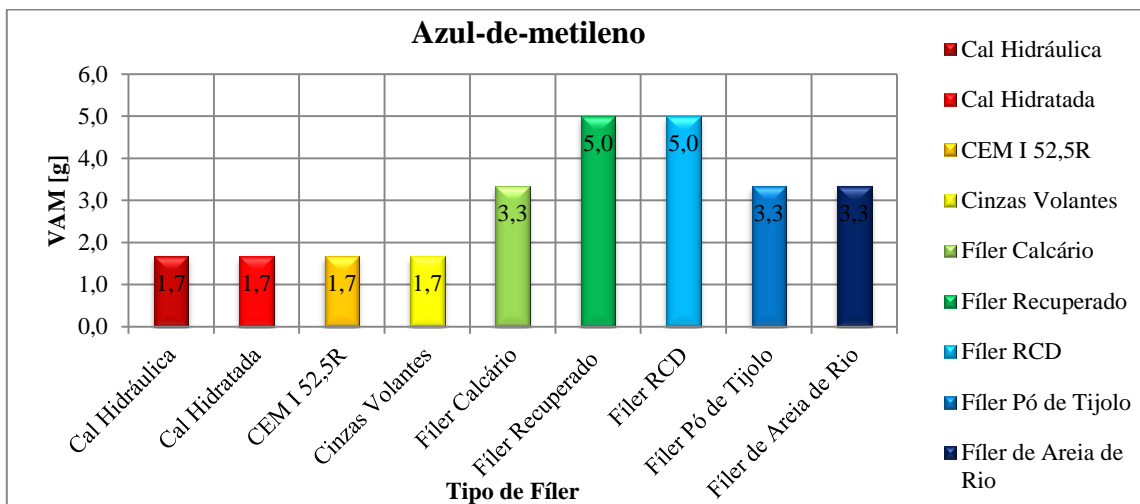
Deste modo o principal objetivo na avaliação deste parâmetro é a presença de argilas ativas, dado que estes materiais apresentam propriedades expansivas na presença de água. Logo ao serem introduzidos nas misturas betuminosas podem provocar deformações e alterações de módulos de

resistência, caso estes materiais não se apresentem completamente envolvidos em betume para que não seja possível o contacto com a água.

Os resultados obtidos encontram-se resumidos e apresentados no Quadro 3.13 e na Figura 3.7.

**Quadro 3.13 – Valores obtidos pelo ensaio do azul-de-metileno**

Ensaio \ Tipo de fíler	“cal hidráulica”	“cal hidratada”	“CEM I 52,5R”	“cinzas volantes”	“fíler calcário”	“fíler recuperado”	“fíler de RCD”	“fíler pó de tijolo”	Fíler de areia de rio”
VAM [g]	1,7	1,7	1,7	1,7	3,3	5,0	5,0	3,3	3,3



**Figura 3.7 – Valor do azul-de-metileno obtido para os fíleres em estudo**

Da análise dos valores apresentados Figura 3.7 e no Quadro 3.13 é possível constatar que os materiais se agrupam em três classes: uma em que o VAM é 1,7g correspondendo pois a uma menor quantidade de partículas ativas, outra em que o VAM é de 3,3g onde se tem uma quantidade maior de partículas ativas e uma outra em que o VAM é 5,0g, onde é mais representativa a percentagem de partículas ativas.

Ao serem avaliados os requisitos dos agregados para misturas betuminosas presentes na norma NP EN 13043:2004 “Agregados para misturas betuminosas e tratamentos superficiais para estradas, aeroportos e outras áreas de circulação” conclui-se que os valores obtidos são admissíveis para a utilização dos fíleres em estudo.

### Granulometria

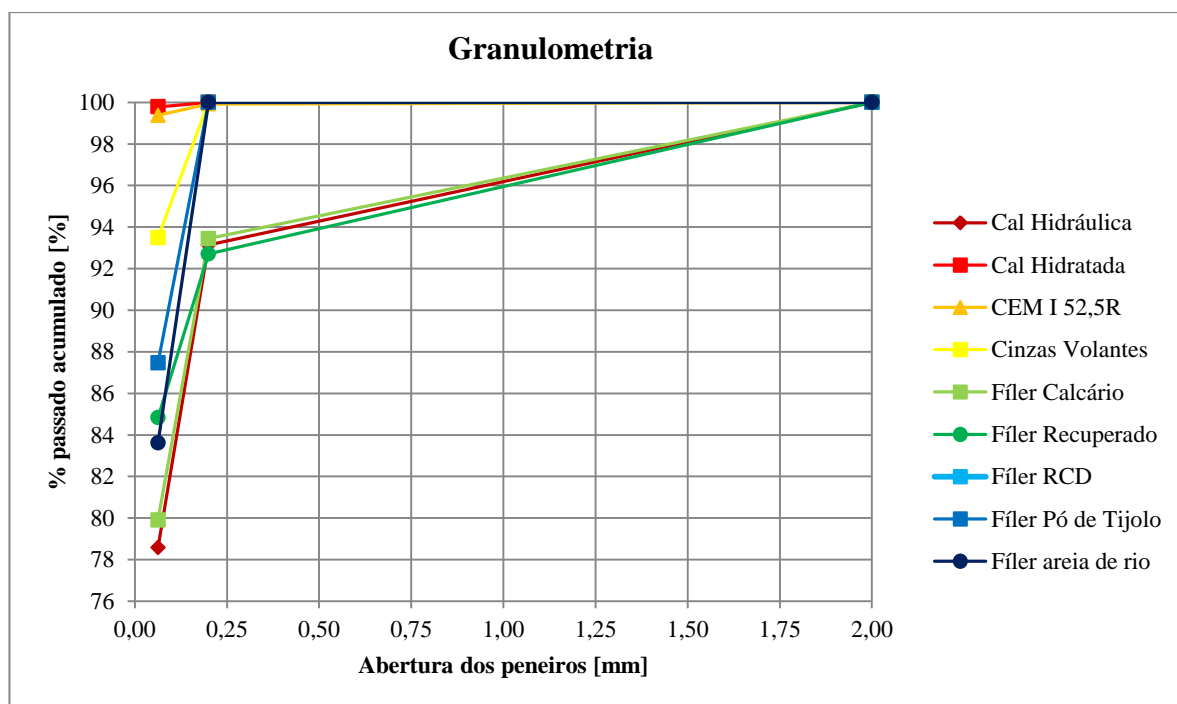
A avaliação da granulometria do fíler é indispensável, dado que só com esta avaliação é possível verificar se a definição considerada neste estudo, como sendo todo o material que passa no peneiro 0,125mm, é aplicável a materiais usualmente aplicados como fíleres. Para além disso é também importante perceber a quantidade de material que passa no peneiro 0,063mm, avaliando assim

a quantidade de finos presentes no material. Contudo este ensaio não permite avaliar as dimensões das partículas abaixo do peneiro 0,063mm.

Os resultados obtidos nos ensaios são apresentados no Quadro 3.14 e as respectivas curvas granulométricas podem ser observadas na Figura 3.8.

**Quadro 3.14 – Resultados obtidos por peneiração por jacto de ar**

Ensaio \ Tipo de fíler	“cal hidráulica”	“cal hidratada”	“CEM I 52,5R”	“cinzas volantes”	“fíler calcário”	“fíler recuperado”	“fíler de RCD”	“fíler pó de tijolo”	“fíler de areia de rio”
Passado #0,063mm [%]	79	100	99	93	80	85	82	87	84
Passado #0,20mm[%]	93	100	100	100	93	93	100	100	100
Passado #2,0mm [%]	100	100	100	100	100	100	100	100	100



**Figura 3.8 – Traçado de curvas granulométricas dos fíleres em estudo**

Ao observar a Figura 3.8 e o Quadro 3.14 obtidos a partir da análise de resultados do ensaio de determinação da granulometria por peneiração por jacto de ar, e comparando estes resultados com a definição de fíler utilizada neste trabalho experimental, verifica-se que existem três materiais que não cumprem os requisitos, sendo que cerca de 7% da massa desses materiais não passa no peneiro de abertura de malha 0,125mm. No entanto como estes materiais são materiais comerciais não se procedeu a qualquer alteração da sua granulometria para utilização no presente trabalho, aceitando-se assim as suas características apesar de não cumprirem a definição de fíler imposta anteriormente. Esta aceitação é justificada ao serem comparados os valores obtidos com os valores permitidos pela norma NP EN 13043:2004.

Da análise das curvas granulométricas é também possível verificar que existem dois materiais, a “cal hidratada” e o “CEM I 52,5R”, em que 100% e 99% das partículas passam no peneiro de abertura de malha 0,063mm, respetivamente, sendo assim considerados materiais muito finos. Quanto aos restantes materiais estes apresentam uma menor quantidade de partículas de dimensão inferior a 0,063mm, sendo este valor cerca de 80%.

A Figura 3.9 reflete mais uma vez, clarificando a percentagem de partículas de dimensão inferior a 0,063mm. Assim quanto maior a percentagem destas partículas mais fino é o fíler utilizado, numa avaliação até ao peneiro 0,063mm, sendo este o peneiro de menor dimensão que a avaliação da granulometria por os ensaios realizados permite. No entanto isto poderá não corresponder à verdade porque as partículas que passam por este peneiro apresentam uma vasta gama de dimensões possíveis, podendo quase da dimensão nula até à dimensão abaixo de 0,063mm. Como já foi referido anteriormente irá ser feita uma avaliação qualitativa quanto às dimensões das partículas.

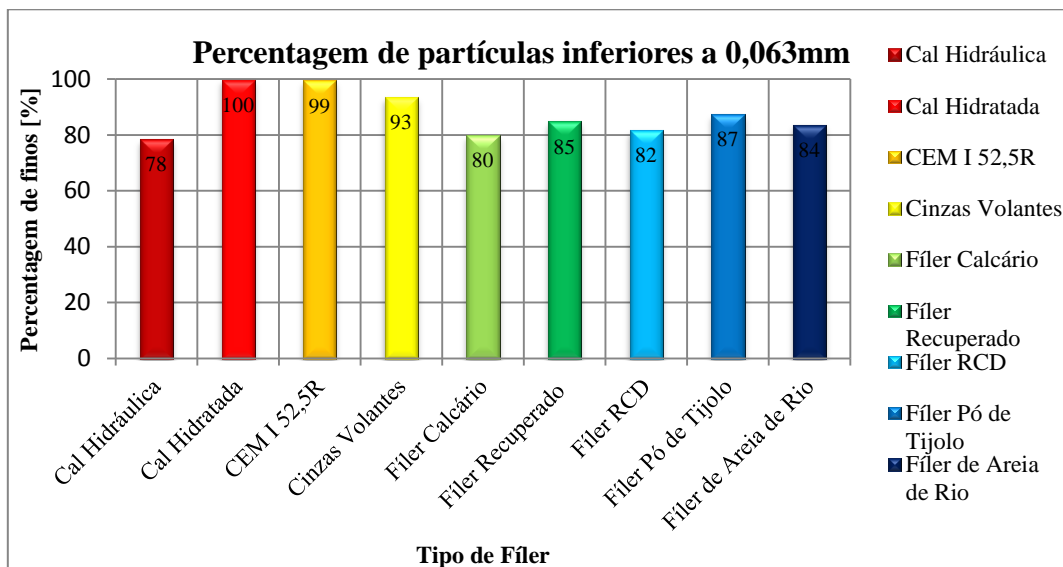


Figura 3.9 – Gráfico de avaliação da percentagem das partículas inferiores a 0,063mm

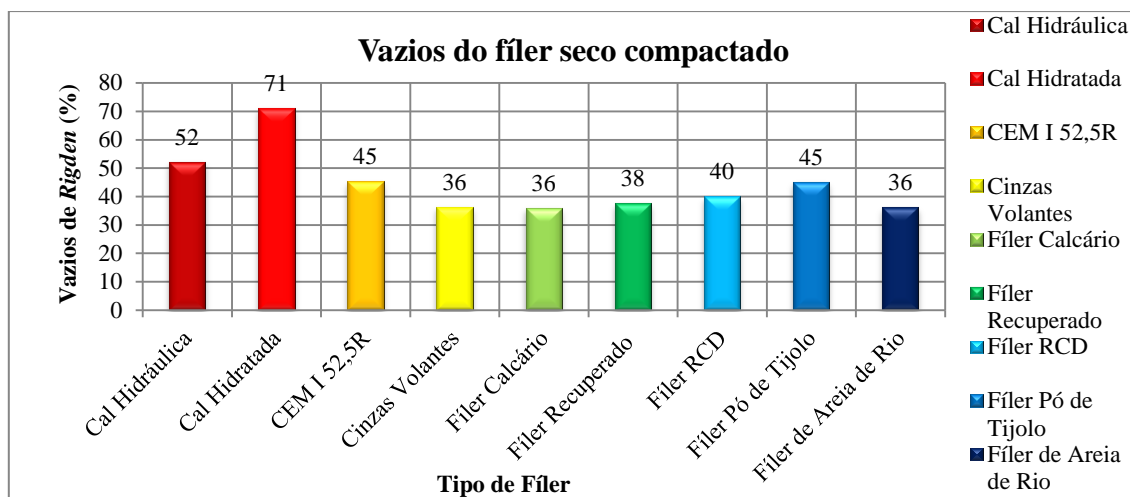
### Determinação dos vazios do fíler seco compactado

A determinação dos vazios do fíler seco compactado, também designado como vazios de *Rigden* permite avaliar a influência destes materiais no comportamento do mastique betuminoso, dado que o betume apresenta uma tendência para preencher os vazios do fíler, sendo que quanto maior a percentagem de vazios maior será a quantidade de betume necessária para preencher esses vazios.

No Quadro 3.15 e na Figura 3.10 apresentam-se os valores obtidos para os materiais em estudo.

**Quadro 3.15 – Resultados obtidos através do ensaio de *Rigden***

Ensaio \ Tipo de filler	“cal hidráulica”	“cal hidratada”	“CEM I 52,5R”	“cinzas volantes”	“filler calcário”	“filler recuperado”	“filler de RCD”	“filler pó de tijolo”	“filler de areia de rio”
Vazios de <i>Rigden</i> [%]	52	71	45	36	36	38	40	45	36



**Figura 3.10 – Gráfico resumo dos resultados obtidos dos vazios de *Rigden***

Como pode ser observado no Quadro 3.15 e Figura 3.10, a “cal hidratada” destaca-se por apresentar o maior valor de vazios de *Rigden*.

Refira-se que este material apresentou também a menor massa volúmica e a maior percentagem de finos. Comparativamente, a amostra de cimento apresenta um valor de vazios de filler seco compactado bastante inferior, sendo que tem apenas 1% menos de material fino do que a “cal hidratada”.

No subcapítulo 3.5 é feita uma análise quanto à relação entre a percentagem de finos e a massa volúmica com o valor do índice de vazios de *Rigden*.

### Teor em água

A realização da determinação do teor em água é um fator essencial para a realização de outros ensaios sendo necessário garantir que este é inferior a 2%. Caso esta não se verifique é necessário proceder à secagem das amostras ao ar. Os valores obtidos apresentam-se no Quadro 3.16.

**Quadro 3.16 – Resultados da determinação do teor em água**

Ensaio \ Tipo de filler	“cal hidráulica”	“cal hidratada”	“CEM I 52,5R”	“cinzas volantes”	“filler calcário”	“filler recuperado”	“filler de RCD”	“filler pó de tijolo”	“filler de areia de rio”
Teor em água [%]	0,79	1,36	0,21	0,00	0,05	0,36	0,87	0,22	0,00

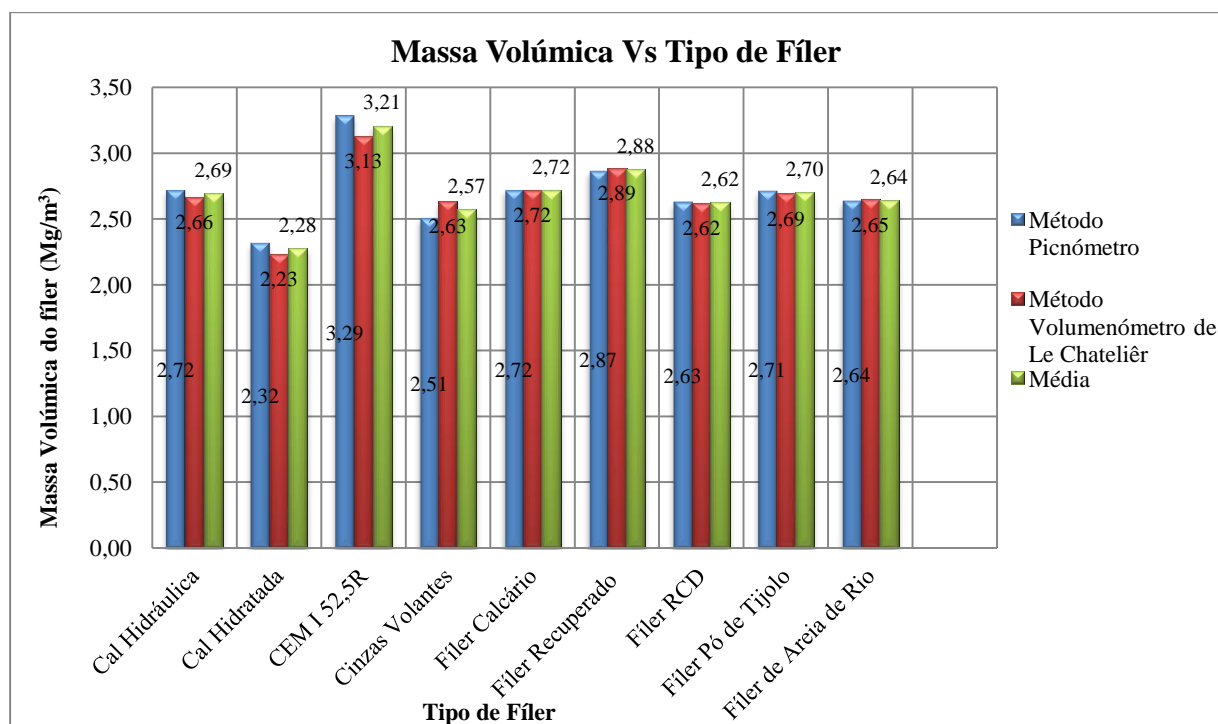
Ao avaliar os valores apresentados no Quadro 3.16 observa-se que todos estão abaixo do limite de 2%. É observado que a “cal hidratada” apresenta um coeficiente maior de higrofilia.

### Massa volúmica

Como já foi referido anteriormente no subcapítulo 3.3 foram aplicadas duas metodologias de ensaio para a determinação da massa volúmica do fíler, cujos resultados são apresentados no Quadro 3.17 e representados graficamente na Figura 3.11.

**Quadro 3.17 – Resultados obtidos na determinação da massa volúmica dos diferentes materiais**

Ensaio \ Tipo de fíler	“cal hidráulica”	“cal hidratada”	“CEM I 52,5R”	“cinzas volantes”	“fíler calcário”	“fíler recuperado”	“fíler de RCD”	“fíler pó de tijolo”	“fíler de areia de rio”
Massa volúmica (método picnómetro) [ $Mg/m^3$ ]	2,72	2,32	3,29	2,51	2,72	2,87	2,63	2,71	2,64
Massa volúmica (método volumómetro de Le Châtelier) [ $Mg/m^3$ ]	2,66	2,23	3,13	2,63	2,72	2,89	2,62	2,69	2,65
Massa volúmica (média) [ $Mg/m^3$ ]	2,69	2,28	3,21	2,57	2,72	2,88	2,62	2,70	2,64



**Figura 3.11 – Gráfico representativo de massas volúmicas obtidas e da média entre os valores obtidos por os ensaios**

Da análise dos resultados apresentados no Quadro 3.17 e na Figura 3.11, constata-se que existem diferenças nos valores obtidos pelas duas metodologias de ensaios para as amostras em estudo. No entanto para alguns materiais a diferença é nula como é o caso do “fíler calcário” e para outros materiais a diferença é de apenas uma centésima, como é o caso do “fíler de RCD” e do “fíler de areia de rio”. Contudo para outros materiais esta diferença é ligeiramente superior chegando ao máximo de 16 centésimas de diferença, para o “CEM I 52,5R”. A consideração do valor médio resultante dos valores obtidos pelas duas metodologias de ensaio teria como pressuposto atribuir a mesma preponderância a ambos os ensaios, o que pode não ser real.

Ao realizar o ensaio pelo método do picnómetro são obtidos três valores diferentes, dado que são realizados três provetes do mesmo material que, após a determinação da respetiva massa volúmica é feita a média dos valores obtidos, obtendo-se o valor final (Quadro 3.17). O mesmo não acontece quando é realizado o ensaio pelo método do voluménometro de *Le Châtelier*, sendo que para este apenas é realizado o ensaio sobre um provete, a que corresponde o valor da massa volúmica final. Para além disso este método depende muito do operador, visto que passa por observações visuais do voluménometro e por agitação manual para libertar o ar presente no material, ao invés do que se verifica no outro método de determinação da massa volúmica em que são realizadas essencialmente pesagens e o procedimento para retirar o ar dos vazios passa por aplicação de vácuo durante um dado período de tempo.

Assim ao longo do presente trabalho e para o cálculo dos resultados de outros ensaios, irá ser considerado o valor da massa volúmica obtido pelo método do picnómetro.

### **Determinação da forma e textura das partículas**

Já em estudos anteriormente realizados (Recasens, *et al.*, 2005; Pinilla, 1965; Kandhal, 1980) houve o interesse pela forma e dimensão das partículas constituintes do fíler. O estudo destas características ganha relevância devido ao fenómeno de adsorção do betume por parte das partículas de fíler. Deste modo, quanto menor e mais angulosa for a partícula maior será a sua superfície e consequentemente maior será a quantidade de betume adsorvida. Como tal, no presente estudo foram avaliadas todas as amostras de fíler tendo em vista efetuar uma análise comparativas destas propriedades.

Do anexo r) Figura\_a 42 até à Figura\_a 53, da Figura\_a 56 até à Figura\_a 59 e a partir da Figura\_a 65 até à Figura\_a 71 são apresentadas fotografias tiradas durante a observação ao *Scanning Electron Microscope* (SEM) dos fileres. Nas figuras intercalares a estas são exibidos gráficos obtidos por difração de Raio x para a determinação dos iões presentes nas porções assinaladas.

Para se poder proceder a uma análise rigorosa de avaliação das características observadas ao SEM, houve que estabelecer limites padrão para ser realizada uma correta e homogénea apreciação em relação à forma e textura das partículas. Para proceder a este tipo de avaliação com base em parâmetros padronizados foi utilizada a tabela apresentada na Figura 3.12. Apenas assim é possível garantir que todos os materiais sejam avaliados da mesma forma e que esta avaliação não dependa apenas da perceção do observador.

DESIGNAÇÃO		DESCRIÇÃO
	ESFÉRICA	
	ACICULAR	Em agulha
	ANGULAR	Arestas agudas
	CRISTALINA	Superfícies dos cristais visíveis
	DENDRÍTICA	Crescimento cristalino ramificado
	FIBROSA	Com fibras, regulares ou não
	FLOCULADA	Em forma de placa
	GRANULOSA	Isométrica irregular
	IRREGULAR	Sem simetria
	NODULAR	Conjunto de formas arredondadas

Figura 3.12 – Descrição de formas comuns das partículas (Pereira, 1995)

Com base na observação das captações apresentadas em anexo da Figura\_a 42 à Figura\_a 53, da Figura\_a 56 à Figura\_a 59 e da Figura\_a 65 à Figura\_a 71 e com base nas notações de forma das partículas apresentadas na Figura 3.12 (Pereira, 1995) foi elaborado o Quadro 3.18 onde é feita uma análise qualitativa quanto à dimensão das partículas, uma avaliação quanto à forma e uma observação quanto à textura da superfície das partículas em apreço. Para além disso foi ainda adicionada uma coluna com observações onde se registou algumas questões que dependem essencialmente quando à tendência que as partículas de fíler apresentam para se agregarem a outras.

**Quadro 3.18 – Caracterização dos filleres quanto à forma, textura e dimensão das partículas**

<b>Tipo de filler</b>	<b>Dimensão das partículas</b>	<b>Forma das partículas</b>	<b>Textura das partículas</b>	<b>Observações</b>
<b>“cal hidráulica”</b>	Dimensões diversas que variam entre 1µm e dimensões superiores a 200µm até 2,0mm	Forma granulosa a nodular	Textura rugosa	As partículas apresentam forte tendência para se aglomerarem
<b>“cal hidratada”</b>	Dimensões diversas que variam entre 1µm e 63µm	Forma nodular	Textura rugosa	As partículas apresentam-se na maioria das vezes aglomeradas o que impossibilita uma avaliação mais correta
<b>“CEM I 52,5R”</b>	Dimensões diversas que variam entre 1µm e 200µm	Forma angular	Textura lisa a pouco rugosa	As partículas apresentam alguma tendência a aglomerar
<b>“cinzas volantes”</b>	Dimensões variáveis entre 0,5µm e 200µm	Forma esférica	Textura lisa	As partículas apresentam uma forte tendência a aglomerar
<b>“filler calcário”</b>	Dimensões diversas que variam entre 1µm e dimensões superiores a 200 µm e inferiores a 2,0mm	Formas diversas variando entre forma angular e granulosa	Formas angulares apresentam textura lisa e forma granulosa apresenta textura rugosa	Apresentam fraca tendência para aglomerar
<b>“filler recuperado”</b>	Dimensões diversas variando entre 0,5µm e dimensões superiores a 200µm e inferiores a 2,0mm	Formas variáveis apresentando partículas angulares, granulosa maioritariamente apresentando-se também partículas esféricas	Formas angulares e esféricas apresentam superfícies lisas enquanto formas granulares apresentam superfícies rugosas	Apresentam fraca tendência para aglomerar
<b>“filler de RCD”</b>	Dimensões variáveis entre 0,5µm e 200µm	Forma essencialmente angular apresentando algumas partículas de forma granular	Formas angulares apresentam textura lisa e formas granulares apresentam textura rugosa.	Apresentam fraca tendência para aglomerar
<b>“filler pó de tijolo”</b>	Dimensões variáveis entre 0,5µm e 200µm	Forma angular	Textura rugosa	Não apresentam tendência a aglomerar.
<b>“filler de areia de rio”</b>	Dimensões variáveis de 1µm a 200µm	Forma angular	Textura lisa a pouco rugosa	Não apresenta tendência a aglomerar

Ao observar o Quadro 3.18 é possível verificar que alguns filleres apresentam heterogeneidade quanto à forma e à textura das partículas que os constituem. Esta variedade de formas e de texturas deve-se essencialmente aos materiais que compõem o filler, sendo que estes são constituídos por diferentes materiais com partículas com formas distintas. Para além da constituição dissemelhante dos filleres, o que influencia também a forma e a textura é o modo de obtenção daqueles materiais, uma vez que alguns dos materiais possuíam desde o início as dimensões que permitiam a sua utilização como

fíler, enquanto outros foram obtidos por processos de britagem para a formação de agregados mais grossos, sobrando depois o pó. Estas situações foram as verificadas nas duas amostras que apresentam estas diferenças: o “fíler calcário”, o “fíler recuperado” e o “fíler de RCD” que passaram por processos de britagem para obtenção de agregados mais grossos tendo o material sobranado sido utilizado como fíler. Sendo que também nos três casos referidos existe também uma heterogeneidade de compostos presentes na sua constituição.

No caso do “fíler recuperado” foram encontradas partículas de forma esférica o que é característico das cinzas volantes, ao serem analisadas algumas dessas partículas por difração Raio x aferiu-se a presença de cinzas volantes na constituição do “fíler recuperado”.

### Determinação da suscetibilidade à água dos fíleres para misturas betuminosas

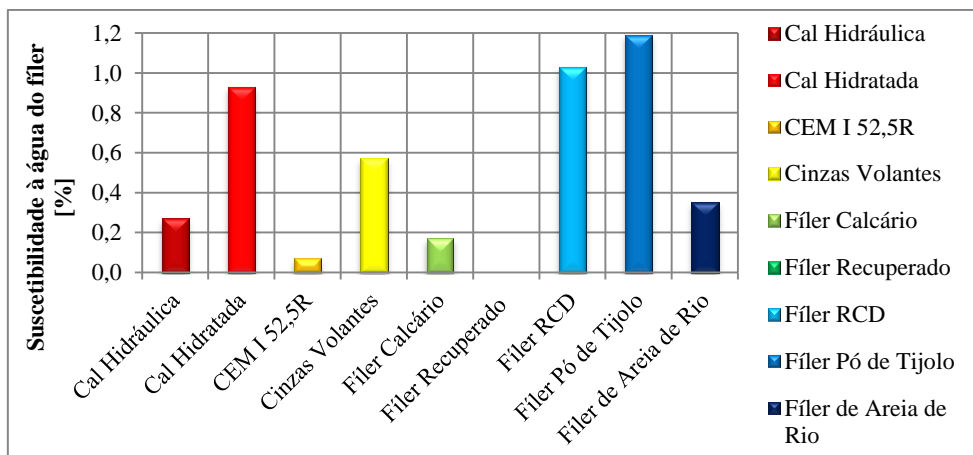
Com o objetivo de avaliar o modo como os fíleres a utilizar nas misturas betuminosas são afetados com a presença da água foi avaliada a sua suscetibilidade à mesma.

Esta determinação pretende determinar a facilidade com que o fíler se separa do betume, desagregando-se do mastique betuminoso, perdendo este as características conferidas pela presença do fíler.

No Quadro 3.19 são apresentados os resultados obtidos através da realização dos ensaios de determinação da suscetibilidade à água dos fíleres em estudo para incorporação em para misturas betuminosas. Na Figura 3.13 são apresentados os mesmos resultados mas de uma forma gráfica de forma a facilitar a comparação dos resultados obtidos.

**Quadro 3.19 – Resultados obtidos na determinação da suscetibilidade à água do fíler**

Ensaio \ Tipo de fíler	“cal hidráulica”	“cal hidratada”	“CEM I 52,5R”	“cinzas volantes”	“fíler calcário”	“fíler recuperado”	“fíler de RCD”	“fíler pó de tijolo”	“fíler de areia de rio”
Suscetibilidade à água [%]	0,3	0,9	0,1	0,6	0,2	0,0	1,0	1,2	0,3



**Figura 3.13 – Avaliação de resultados obtidos para a suscetibilidade à água dos diferentes fíleres**

Com base na observação do Quadro 3.19 e da Figura 3.13 verifica-se que os resultados obtidos são pouco significativos, uma vez que os valores obtidos têm influência dos erros experimentais associados ao ensaio, sendo estes resultados completamente irrelevantes. Assim considera-se que nenhum dos fíleres mostra suscetibilidade à água.

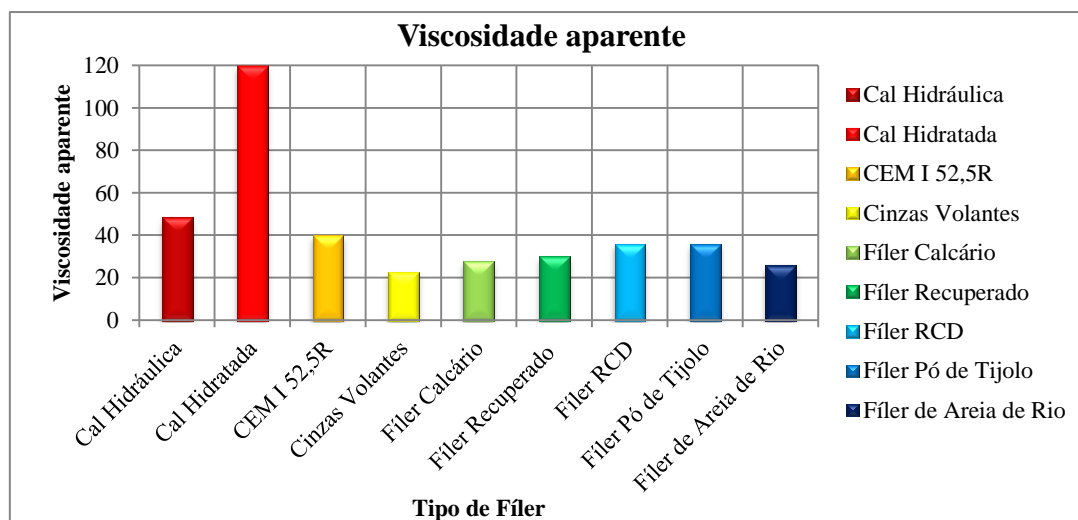
### Viscosidade aparente (número de betume)

Com a realização deste ensaio é pretendido fazer a avaliação da viscosidade aparente dos fíleres quando misturados com a água. É assim determinada a quantidade de água necessária para atingir uma certa penetração, sendo conseguida uma perceção da quantidade de betume necessária para uma determinada quantidade de fíler para que este se comporte como um fluido viscoso.

Quando maior for a viscosidade aparente ou número de betume, maior será a quantidade de betume necessária adicionar a uma determinada quantidade de fíler para que este o adsorva e mantenha o comportamento de um fluido newtoniano. Os resultados conseguidos para os materiais em estudo, através da realização deste ensaio são apresentados no Quadro 3.20 e na Figura 3.14 são representados graficamente para uma melhor avaliação das diferenças obtidas.

**Quadro 3.20 – Resultados obtidos para a viscosidade aparente dos fíleres**

Ensaio \ Tipo de fíler	“cal hidráulica”	“cal hidratada”	“CEM I 52,5R”	“Cinzas volantes”	“fíler calcário”	“fíler recuperado”	“fíler de RCD”	“fíler pó de tijolo”	“fíler areia de rio”
Viscosidade aparente	48	120	40	23	28	30	36	36	26



**Figura 3.14 – Gráfico relativo à viscosidade aparente dos fíleres**

Avaliando os resultados obtidos é verificado que a “cal hidratada” se destaca devido à sua elevada viscosidade aparente. A “cal hidráulica” apresenta um valor de viscosidade superior a 40, seguido do cimento. Considera-se que estes materiais apresentam valores mais elevados uma vez que

todos eles são ligantes hidráulicos, por isso apresentam uma reação de presa quanto misturados com a água.

Outro material que se destaca é o fíler constituído por “cinzas volantes”, que apresenta o menor valor de viscosidade aparente, sendo que este valor poderá dever-se à forma esférica das suas partículas, sendo facilmente hidratadas ao ponto de criar uma pasta que permite a atingir facilmente o intervalo de penetração referido pela norma de ensaio.

### Determinação do poder absorvente do fíler

A realização do ensaio do poder absorvente dos fíleres foi feita com base na adaptação da norma francesa NF P 98-256-1. Esta aconselhava a realização do ensaio recorrendo a um betume de penetração 60/70, no entanto dado que é difícil a obtenção deste tipo de betume, foi utilizado um betume de penetração nominal 50/70. Esta norma também aconselhava a utilização da fração passada no peneiro com abertura de malha de 80 µm, contudo, dado que no presente estudo foi considerado como fíler todo o material que passa no peneiro de abertura de malha 0,125mm, sendo ainda admitida alguma margem de tolerância, foi utilizada toda a fração admitida pelos fíleres.

Para além da realização do ensaio com as adaptações necessárias da norma foram ainda efetuados ensaios com todos os betumes referidos no subcapítulo 3.2 para assim se fazer uma avaliação expedita dos efeitos do betume utilizado no poder absorvente dos fíleres. Como será natural um betume mais viscoso admitirá uma menor quantidade de fíler, ao contrário de um betume mais fluído que terá uma tendência a admitir uma maior quantidade de fíler.

Na Figura 3.15 é possível observar os valores obtidos para o poder absorvente para cada um dos fíleres. O material que apresenta maior valor de poder absorvente é o fíler “cinzas volantes” com 63g sendo a “cal hidratada” o que apresenta o menor valor com 21g. Ao avaliar esta propriedade comparando-a com a viscosidade aparente dos fíleres, é verificado que existe uma relação inversamente proporcional, sendo que na Figura 3.16 está representada a relação entre o poder absorvente e o número do betume. Dado que se está perante ensaios relativamente expeditos para a avaliação das características dos fíleres, a consideração desta relação permitirá obter um dos parâmetros a partir da determinação do outro parâmetro.

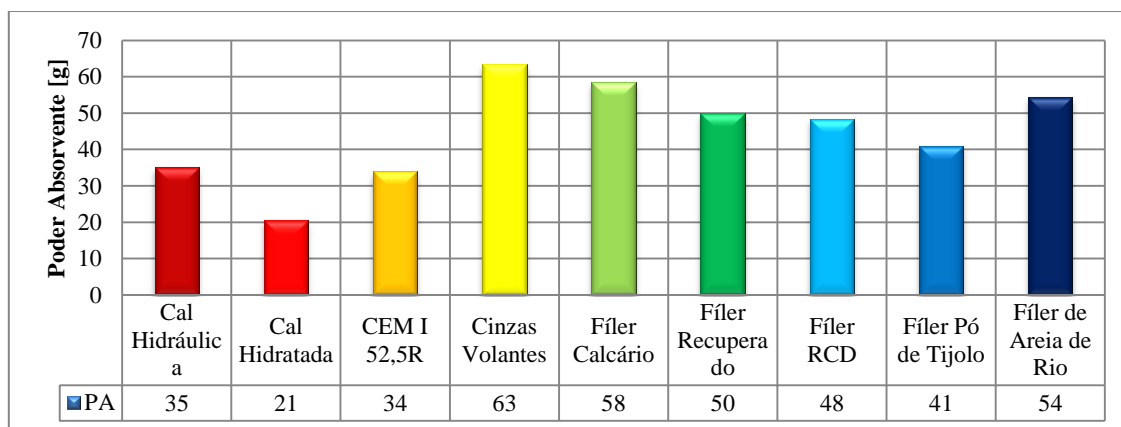


Figura 3.15 – Poder absorvente dos fíleres com adaptação da norma

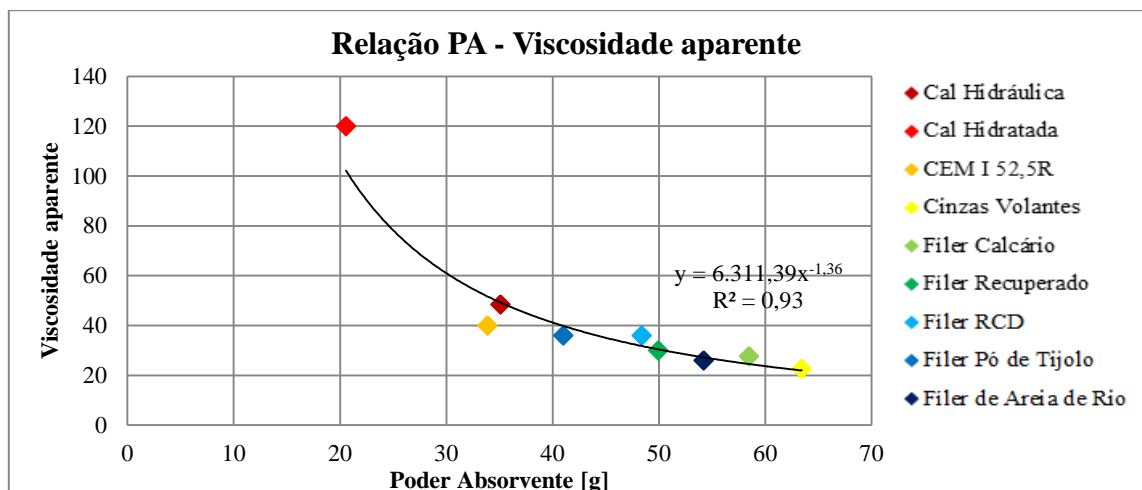


Figura 3.16 – Relação entre o poder absorvente e a viscosidade aparente dos fíleres

Através da realização dos ensaios de poder absorvente para todos os betumes em avaliação neste trabalho, foi possível verificar que para o betume “PMB 45/80-65” o poder absorvente os fíleres foi em geral menor ou igual ao betume de penetração “35/50”. O betume, ao sofrer este tipo de modificação apresenta-se mais viscoso do que o betume de penetração “35/50” sem qualquer tipo de modificação, logo este admite em geral uma menor quantidade de fíler para uma mesma quantidade de betume.

O mesmo não acontece quando é adicionado o aditivo para melhorar a adesividade. O poder absorvente do fíler tende em geral a ser igual ao superior ao do betume virgem que o originou. Logo para uma mesma quantidade de betume, a quantidade de fíler admitida é em geral igual ao superior à quantidade admitida pelo betume original.

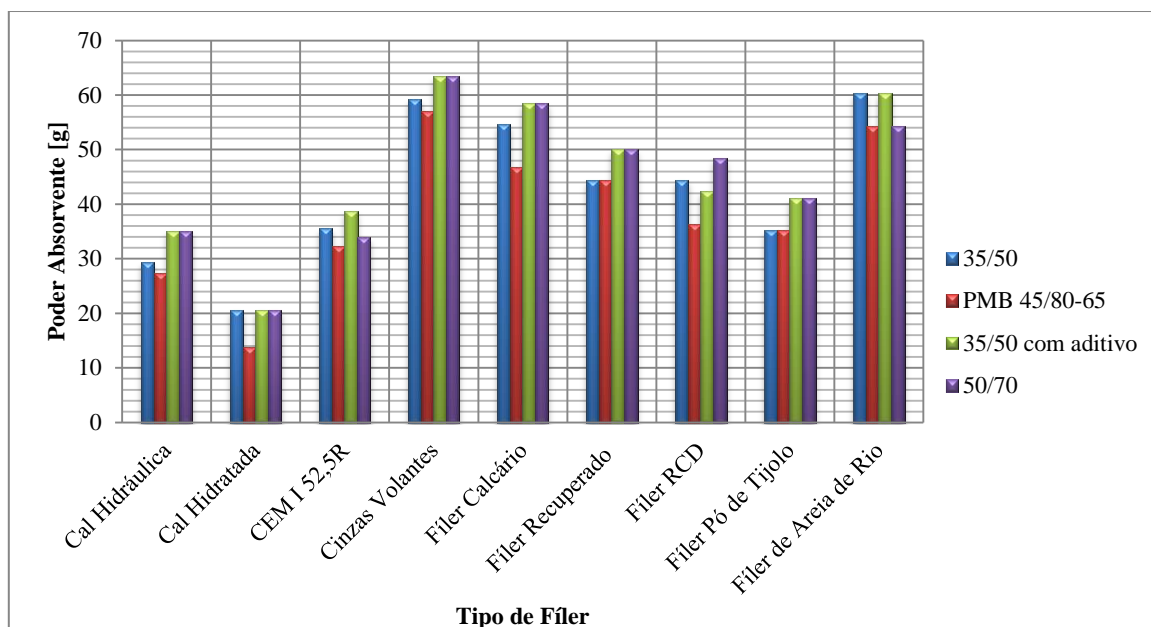
Ao serem comparados os resultados obtidos, presentes no Quadro 3.21 e representados na Figura 3.17, com a realização do ensaio com o betume de penetração “35/50” e com o betume de penetração “50/70”, verifica-se que não é geral o segundo apresentar um maior poder absorvente para cada tipo de fíler quando comparado com os resultados obtidos pelo primeiro ligante, para o mesmo tipo de fíler. Apesar do betume de penetração “50/70” ser um betume menos viscoso do que o betume de penetração “35/50”, no caso do “CEM I 52,5R” e do “fíler de areia de rio”, o segundo tipo de ligante apresentou um maior poder absorvente do que o primeiro betume, não sendo possível afirmar que um betume mais duro apresente um menor poder absorvente do que um betume mais mole.

Com a realização do ensaio da avaliação do poder absorvente para todos os betumes utilizados neste estudo é possível determinar qual a relação máxima fíler-betume admissível, ou seja, qual a relação máxima para que esta mistura ainda possua um comportamento viscoso. No Quadro 3.21 são apresentados os resultados obtidos para a razão volumétrica máxima fíler/betume.

Dos resultados apresentados no Quadro 3.21 observa-se que é a relação fíler-betume máxima varia conforme varia o tipo de betume e o tipo de fíler, não sendo possível generalizar uma relação fíler betume máxima.

**Quadro 3.21 – Resultados obtidos para o poder absorvente, com determinação da razão volumétrica f/b máxima**

Tipo de filer	Ensaio	“cal hidráulica”	“cal hidratada”	“CEMI 52,5R”	“cinzas volantes”	“fíler calcário”	“fíler recuperado”	“fíler de RCD”	“fíler pó de tijolo”	“fíler de areia de rio”
		PA [g]	PA [g]	PA [g]	PA [g]	PA [g]	PA [g]	PA [g]	PA [g]	PA [g]
“35/50”	PA [g]	29	21	35	59	55	44	44	35	60
	f/b máximo	0,76	0,53	0,92	1,43	1,41	1,15	1,15	0,85	1,56
“PMB 45/80-65”	PA [g]	27	14	32	57	47	44	36	35	54
	f/b máximo	0,71	0,36	0,84	1,48	1,21	1,15	0,94	0,91	1,40
“35/50 com 3% aditivo”	PA [g]	35	21	39	63	58	50	42	41	60
	f/b máximo	0,91	0,53	1,00	1,64	1,52	1,29	1,10	1,06	1,56
“50/70”	PA [g]	35	21	34	63	58	50	48	41	54
	f/b máximo	0,91	0,53	0,88	1,64	1,52	1,29	1,25	1,06	1,40



**Figura 3.17 – Avaliação do poder absorvente para os diferentes fileres**

### 3.4. Caracterização dos mastiques

Os mastiques tratam-se, como já foi referido ao longo do presente texto, de uma mistura composta por fíler, betume e ar. No entanto os componentes preponderantes nas propriedades manifestadas por esta mistura resumem-se a dois materiais, o betume e o fíler.

Para se perceber como cada um influencia o comportamento do mástico e quais são as principais características que afetam o comportamento do mástico procedeu-se ao estudo referido anteriormente nos subcapítulos 3 e 3.3.

Para se compreender de que modo os fíleres influenciam o comportamento dos mastiques e como o tipo de betume ou os polímeros utilizados para a modificação dos betumes disfarçam ou evidenciam mais a influência dos fíleres nos mastiques, foram produzidos trinta e seis mastiques diferentes, sendo que para cada betume se produziram nove mastiques, correspondentes a cada tipo de fíler em estudo, possibilitando analisar a influência nas características do mástico resultado das propriedades de cada fíler.

#### 3.4.1. Ensaio realizados para a caracterização do material mástico

Para a caracterização do mástico betuminoso são usualmente realizados ensaios que provêm dos ensaios realizados sobre betumes. Os resultados dos ensaios de caracterização dos mastiques são comparados com os obtidos da realização de ensaios sobre o betume que deu origem ao mástico. No Quadro 3.22 apresenta-se o ensaio realizado sobre os mastiques fabricados com as amostras de fíler em estudo.

**Quadro 3.22 – Resumo dos ensaios realizados sobre os mastiques**

Ensaio Realizado	Norma Utilizada	Objetivo
Determinação da variação da temperatura de amolecimento anel e bola	NP EN 13179-1:2010	Pretende-se determinar a temperatura de amolecimento do mástico através do método anel e bola. Posteriormente calcula-se a variação de temperatura entre a temperatura de amolecimento do mástico e a temperatura de amolecimento do betume que lhe deu origem. Assim é possível verificar o efeito do fíler sobre o betume.

#### 3.4.2. Resultados obtidos

Os mastiques foram produzidos conforme preconizados na NP EN 13179-1 com uma razão volumétrica fíler/betume de 0,6. No entanto para alguns mastiques não foi possível utilizar tal razão dado que esta razão ou era superior à razão f/b máxima apresentada no Quadro 3.21 ou era muito próxima da máxima o que produzida um mástico muito duro que impossibilitava a execução correta dos anéis. Os materiais para os quais não foi possível produzir os mastiques com esta proporção volumétrica encontram-se referenciados no Quadro 3.23. No Quadro 3.23 são apresentados os

resultados obtidos para na avaliação da temperatura de amolecimento de “anel e bola” dos mastiques betuminosos e a sua variação em relação ao betume virgem utilizado na sua produção.

**Quadro 3.23 - Resultados obtidos para os diferentes mastiques em estudo**

Tipo de fíler	Ensaio	“cal hidráulica”	“cal hidratada”	“CEM I 52,5R”	“cinzas volantes”	“fíler calcário”	“fíler recuperado”	“fíler de RCD”	“fíler pó de tijolo”	“fíler de areia de rio”
“35/50”	T <sub>ab mastique</sub> [°C]	73,20	67,6 <sup>(f)</sup>	75,0	62,3	66,2	65,6	67,3	69,7	65,7
	ΔT <sub>ab</sub> [°C]	17,6	12,1 <sup>(f)</sup>	19,5	6,7	10,6	10,0	11,7	14,2	10,2
“PMB 45/80-65”	T <sub>ab mastique</sub> [°C]	74,5 <sup>(f)</sup>	97,7 <sup>(f)</sup>	77,0 <sup>(f)</sup>	76,2	79,4	79,2	80,7	79,4	79,1
	ΔT <sub>ab</sub> [°C]	2,9 <sup>(f)</sup>	26,1 <sup>(f)</sup>	5,3 <sup>(f)</sup>	4,6	7,8	7,6	9,1	7,8	7,5
“35/50 com aditivo”	T <sub>ab mastique</sub> [°C]	81,2	77,7 <sup>(f)</sup>	82,1	65,2	66,0	67,8	69,8	72,1	66,4
	ΔT <sub>ab</sub> [°C]	27,2	23,7 <sup>(f)</sup>	28,1	11,2	12,0	13,8	15,8	18,1	12,4
“50/70”	T <sub>ab mastique</sub> [°C]	80,4	74,8 <sup>(f)</sup>	82,8	63,9	65,5	65,6	68,1	72,3	65,6
	ΔT <sub>ab</sub> [°C]	27,1	21,5 <sup>(f)</sup>	29,5	10,6	12,2	12,3	14,8	19,0	12,3

(f) – relação volumétrica f/b de 0,3

Os dois problemas evidenciados para os materiais para os quais não foi possível a utilização da razão volumétrica de 0,6 foram a impossibilidade de misturar todo o fíler no betume, por se exceder a concentração máxima como se pode observar na Figura 3.18, ou então por se ter uma concentração inferior à máxima e que produz um mastique imoderadamente rígido o que não permite a modelação dos anéis, como se pode verificar na Figura 3.18.



**Figura 3.18 – À esquerda, exemplo do betume não absorve todo o fíler; à direita, dificuldade no processo de moldagem dos anéis com um mastique menos fluído**

Na Figura 3.19 estão representados os valores obtidos para temperatura de amolecimento “anel e bola” para o betume de penetração nominal “35/50” e para os mastique produzidos com o mesmo ligante betuminoso. A razão volumétrica fíler/betume empregada foi a de 0,6 para todos os materiais, excetuando-se a “cal hidratada” que possui uma razão  $f/b_{\text{máxima}}$  inferior a 0,6 apresentada no Quadro 3.21, tendo sido utilizada uma proporção volumétrica fíler/betume de 0,3.

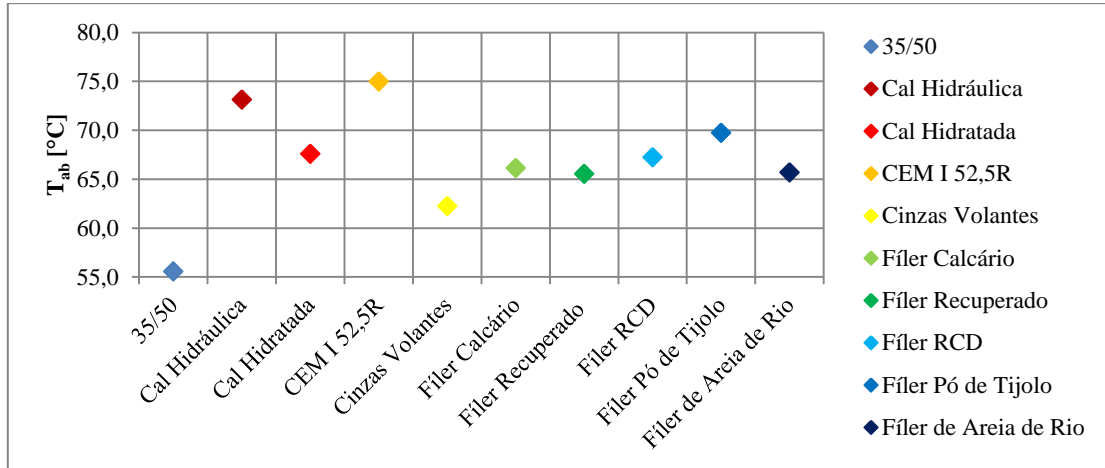


Figura 3.19 – Avaliação da temperatura de amolecimento anel e bola para o betume “35/50” e para os respectivos mastiques

Da análise da Figura 3.19 é possível observar que o mastique que apresentou uma maior temperatura de amolecimento foi o realizado com o “CEM I 52,5R”, com a relação volumétrica  $f/b$  de 0,6. É também possível apurar que, apesar de se utilizar metade da concentração volumétrica para a “cal hidratada”, esta possui um valor para a temperatura de “anel e bola” superior a outros materiais, sendo apenas menor do que o “CEM I 52,5R”, a “cal hidráulica” e o “fíler pó de tijolo”, que possuem concentrações superiores.

Para uma melhor percepção e análise das variações de temperatura de amolecimento produzidas pela introdução de fíler ao betume deve ser observada a Figura 3.20, onde são apresentadas as variações de temperatura de amolecimento em relação ao betume virgem.

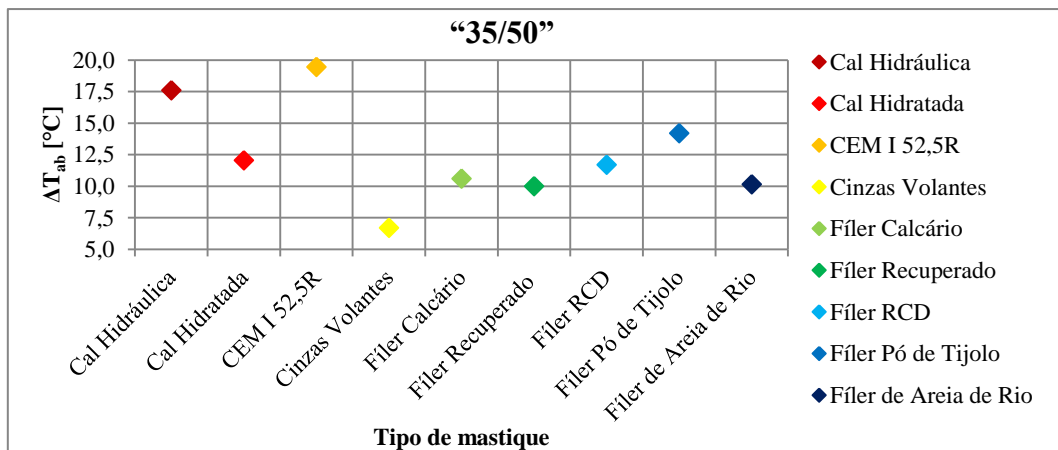


Figura 3.20 – Avaliação das variações de temperatura obtidas para os diferentes mastiques produzidos com o betume de penetração “35/50”

Na Figura 3.21 são apresentados os resultados obtidos no caso da produção de mastiques com o betume “PMB 45/80-65”.

Tal como com os mastiques produzidos com o betume de penetração nominal “35/50” foi utilizado o requisito presente na norma NP EN 13179-1 de utilizar uma razão volumétrica de f/b de 0,6. No entanto para o betume “PMB 45/80-65” isto não foi possível, para 3 dos materiais em estudo aplicar aquela relação, referindo-se a “cal hidráulica”, a “cal hidratada” e o “CEM I 52,5R”, tendo sido utilizada para estes materiais uma relação f/b de 0,3.

Na Figura 3.22 podem ser observados os resultados da variação de temperatura de amolecimento causada pela introdução de fíler no betume, em relação ao betume virgem sem qualquer tipo de adição de materiais a não ser a modificação realizada em central a quando da sua produção.

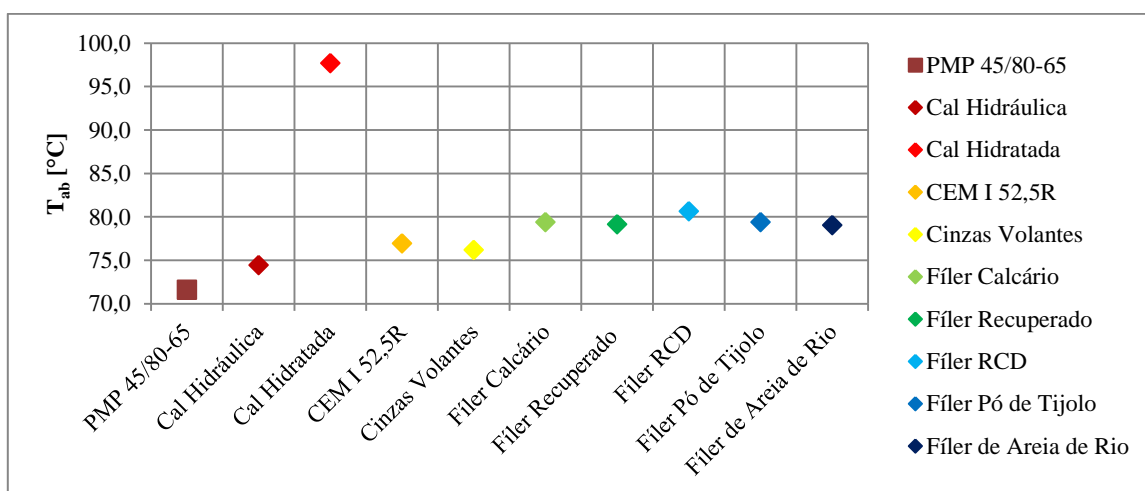


Figura 3.21 - Avaliação da temperatura de amolecimento “anel e bola” para o betume “PMB 45/80-65” e para os respetivos mastiques

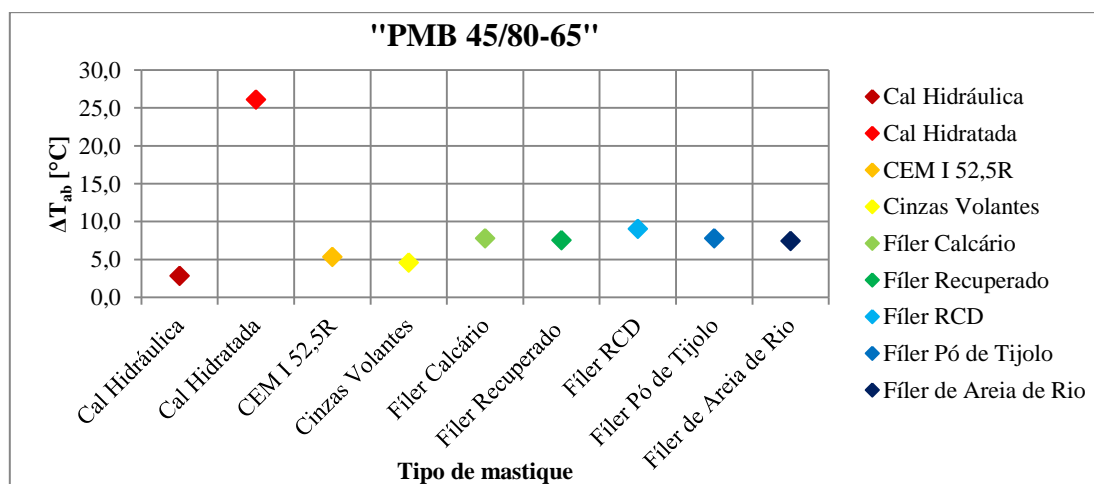


Figura 3.22 - Avaliação das variações de temperatura obtidas para os diferentes mastiques produzidos com o betume “PMB 45/80-65”

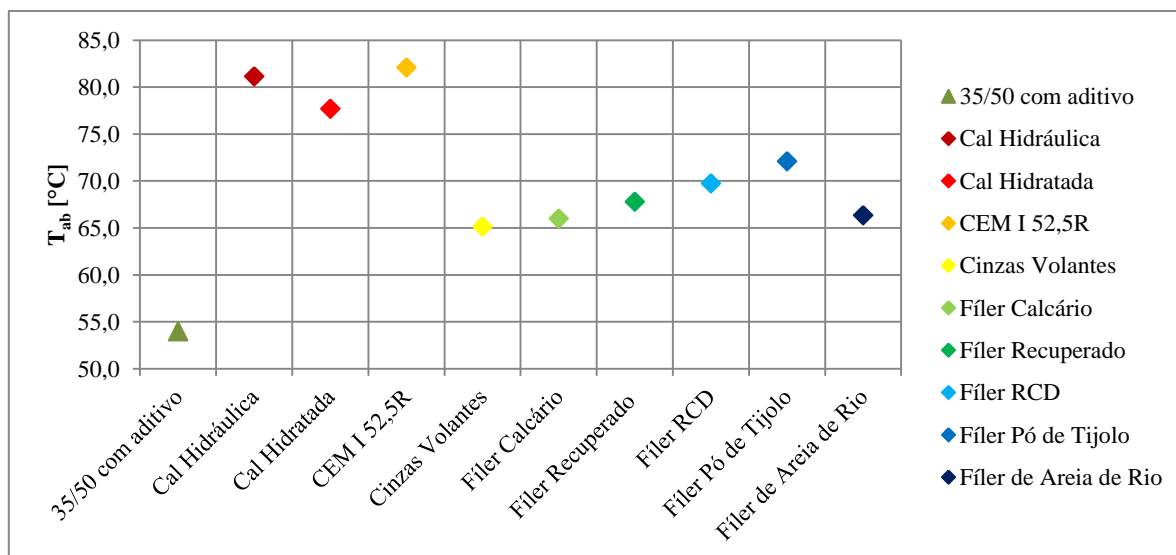
Analisando a Figura 3.21 e Figura 3.22 é possível constatar que para este betume o acréscimo de temperatura verificado para todos os materiais estudados, excetuando-se a “cal hidratada”, variam entre cerca de 5°C e 10°C em relação ao betume virgem. Esta pequena variação na temperatura de

amolecimento evidencia que betumes mais rígidos, possuindo temperaturas de amolecimento mais elevadas, detêm menor suscetibilidade à adição de fíler. Assim sendo os fíleres a adicionar conferem pouca influência no seu comportamento quando aplicados em misturas betuminosas a quente.

No entanto haverá que ter em atenção a exceção que ocorreu com a utilização destes betumes para a produção de mastiques. A “cal hidratada” apresentou uma variação muito superior à média para este betume, sendo necessário recorrer a um meio de glicerina para proceder à realização do ensaio para a determinação da temperatura de amolecimento de “anel e bola”.

Considerando como pouco relevante a diferença de resultados que podem ser obtidos para os diferentes tipos de banhos para aquecimento utilizados, observa-se que o resultado obtido para o mástico produzido com uma concentração volumétrica de “cal hidratada” de 0,3 é bastante elevado em relação aos restantes valores. Esta variação considerável de temperatura de amolecimento deve-se a uma interação criada entre o betume modificado e a “cal hidratada” onde se terá dado uma modificação da matriz betuminosa, ocorrendo um rearranjo das moléculas, criando-se uma estrutura mais forte.

Na Figura 3.23 apresentam-se os resultados obtidos para os mastiques produzidos com o betume de penetração nominal “35/50 com adição de 3% de aditivo” para melhorar a adesividade. Para todos os mastiques produzidos com este betume foi utilizada a razão volumétrica f/b de 0,6 imposta pela norma anteriormente referida, excetuando-se o mástico de “cal hidratada” que foi produzido com uma proporção de 0,3.



**Figura 3.23 - Avaliação da temperatura de amolecimento “anel e bola” para o betume virgem “35/50 com 3% de aditivo” para melhorar a adesividade e para os mastiques**

Da observação da Figura 3.23 é possível salientar que, tal como para o betume de penetração “35/50”, o mástico que maior acréscimo de temperatura apresenta em relação ao betume virgem é o mástico produzido com “CEM I 52,5R”, seguido da “cal hidráulica” e da “cal hidratada”.

Os restantes materiais apresentam o mesmo comportamento, quando comparados os resultados da Figura 3.19 e da Figura 3.23, excetuando-se o “fíler calcário” que, apesar das temperaturas obtidas

para os mastiques produzidos com o betume de penetração nominal “35/50” são inferiores às temperaturas obtidas com o betume de penetração nominal “35/50 com 3% de aditivo” para melhorar a adesividade.

Na Figura 3.24 são apresentados os resultados das variações de temperatura de amolecimento obtidas para os mastiques produzidos com o betume de penetração nominal “35/50 com 3% de aditivo” para melhorar a adesividade.

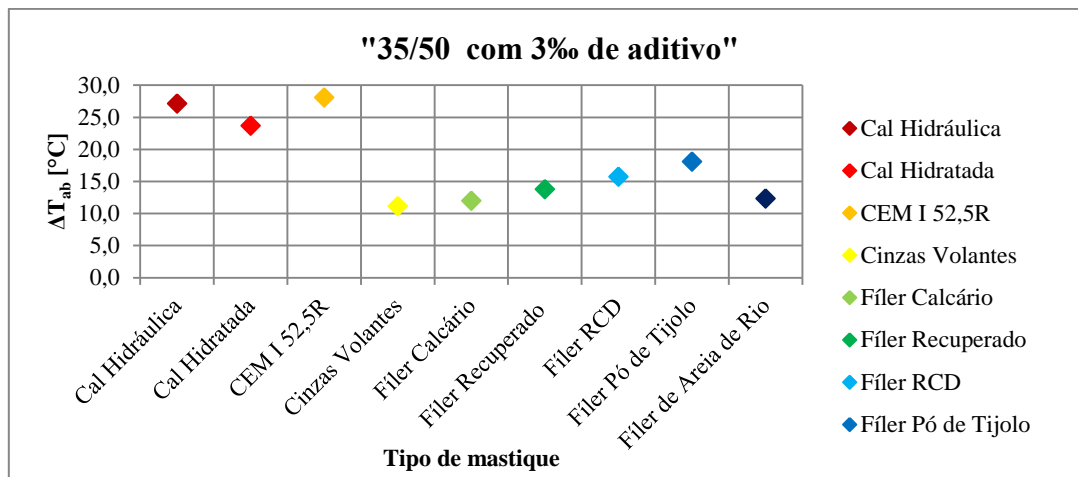


Figura 3.24 - Avaliação das variações de temperatura obtidas para os diferentes mastiques produzidos com o betume de penetração “35/50 com adição de 3% de aditivo” para melhorar a adesividade

Com base nesta análise comparativa dos resultados obtidos com o betume de penetração nominal “35/50” e o betume de penetração nominal “35/50 com aditivo” para melhorar a adesividade e, tendo em conta que o betume base utilizado é o mesmo, é possível constatar que, apesar de o aditivo para melhorar a adesividade ter apenas como função o aumento de adesividade aplicado numa proporção mássica de 3%, provoca alterações na estrutura matricial do betume. Estas alterações originam a diminuição da temperatura de amolecimento do betume sem a adição de fíler, mas por sua vez provocam um aumento das temperaturas de amolecimento dos mastiques betuminosos.

A Figura 3.25 apresenta os valores obtidos da temperatura de amolecimento para cada um dos betumes e respetivos mastiques.

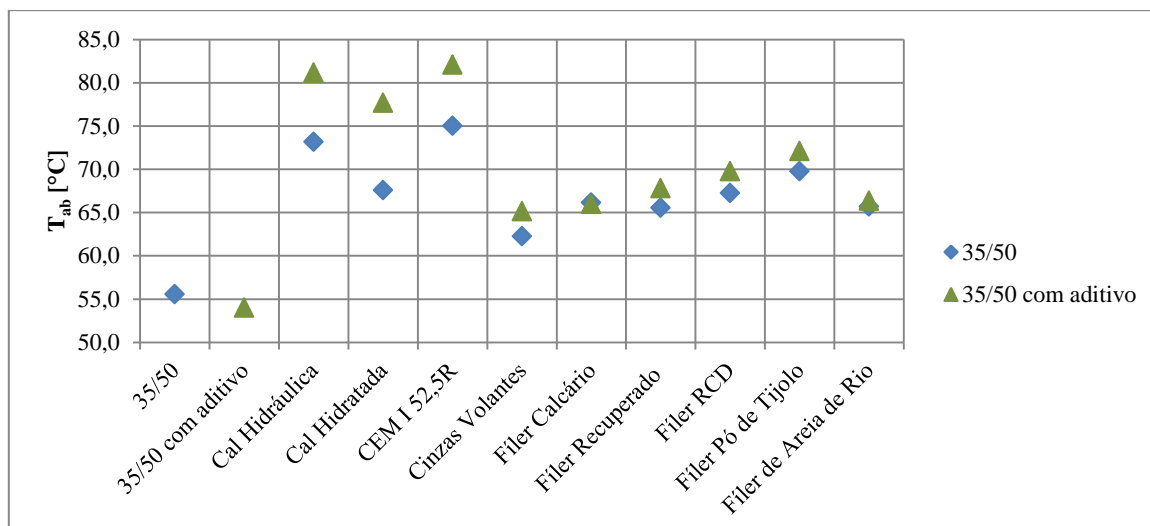


Figura 3.25 – Análise de resultados obtidos para o betume “35/50” e respectivos mastiques e para o betume “35/50 com 3 % de aditivo” e respectivos mastiques

Observando a Figura 3.25 é possível aferir que existem diferenças quanto às temperaturas de amolecimento com e sem o aditivo para melhorar adesividade. Para uma melhor percepção do valor das diferenças entre os valores obtidos é apresentado na Figura 3.26 um gráfico onde são colocadas as diferenças entre os resultados obtidos com a adição do aditivo para melhorar a adesividade e os resultados alcançados sem a sua introdução.

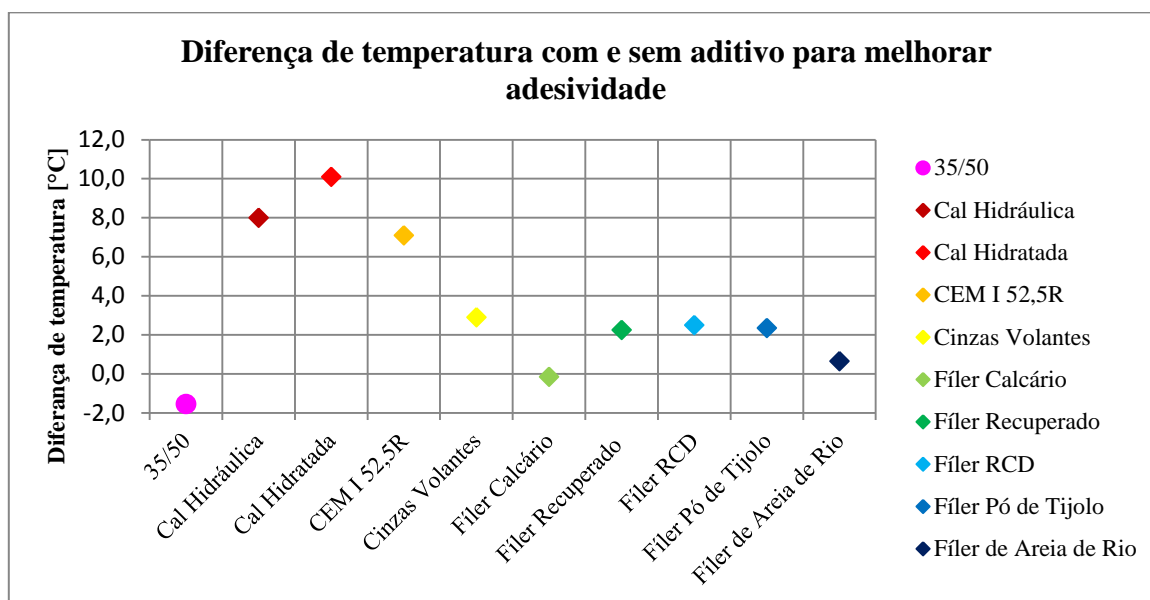


Figura 3.26 – Diferença entre as temperaturas de amolecimento anel e bola obtidas com betume com e sem aditivo para melhorar a adesividade

O primeiro ponto da esquerda, apresentado no gráfico da Figura 3.26, apresenta a diferença entre o resultado obtido para a temperatura de amolecimento “anel e bola” para o betume de penetração nominal “35/50 com o aditivo” de adesividade a 3‰ e o valor apurado para a temperatura de amolecimento para o betume de penetração nominal “35/50”, os restantes valores expõem a diferença obtida entre os valores obtidos para os mastiques estudados.

Dado que para a “cal hidratada” foi sempre utilizada uma proporção volumétrica de 0,3 é possível realizar uma análise comparativa para os resultados obtidos para o mastique em que aquele material foi incorporado.

É de verificar que, no caso da avaliação da diferença da temperatura de amolecimento para o betume esta é negativa, dado que, como referido anteriormente, com a introdução do aditivo para melhorar a adesividade se verificou uma diminuição da temperatura de amolecimento do betume. Isto não ocorre no caso dos mastiques, excluindo-se o mastique produzido com “fíler calcário”, tendo este sido único material que apresentou uma variação negativa pouco significativa, de 0,2°C. No caso dos outros fíleres todos evidenciaram diferenças positivas apesar de no caso do “fíler de areia de rio”, este acréscimo de temperatura ser reduzido, de 0,6°C. O fíler que apresentou a adesão superior foi a “cal hidratada” com um valor de diferença próximo de 10°C, seguido da “cal hidráulica” com cerca de 8°C e o “CEM I 52,5R” com um valor perto de 7°C.

As diferenças constatadas devem-se a alterações da configuração do arranjo da estrutura molecular do betume e das ligações com o fíler aquando da produção do mastique. Para uma análise mais aprofundada das principais razões que conduzem a estas diferenças considera-se que deveria ser desenvolvido um estudo a desenvolver em trabalhos futuros.

Por último são apresentados os resultados obtidos para os mastiques produzidos com o betume de penetração nominal “50/70”, o qual já foi utilizado para estudos anteriores realizados no LNEC (Quaresma, 2001). Para além deste estudo, também foram desenvolvidos trabalhos pelo Centre de *Recherches Routières na Bélgica* (CRR, 1987) com o mesmo tipo de betume. No subcapítulo 3.5 deste trabalho é apresentada uma análise comparativa entre os resultados obtidos neste estudo e os resultados obtidos em outros estudos para este tipo de betume.

Na Figura 3.27 são apresentados os resultados obtidos para o betume “50/70” e para os mastiques respetivos. Todos os mastique apresentam uma razão volumétrica f/b de valor 0,6, com exceção do mastique com “cal hidratada” que possui uma proporção de 0,3, dada a impossibilidade de execução da execução proporção de 0,6.

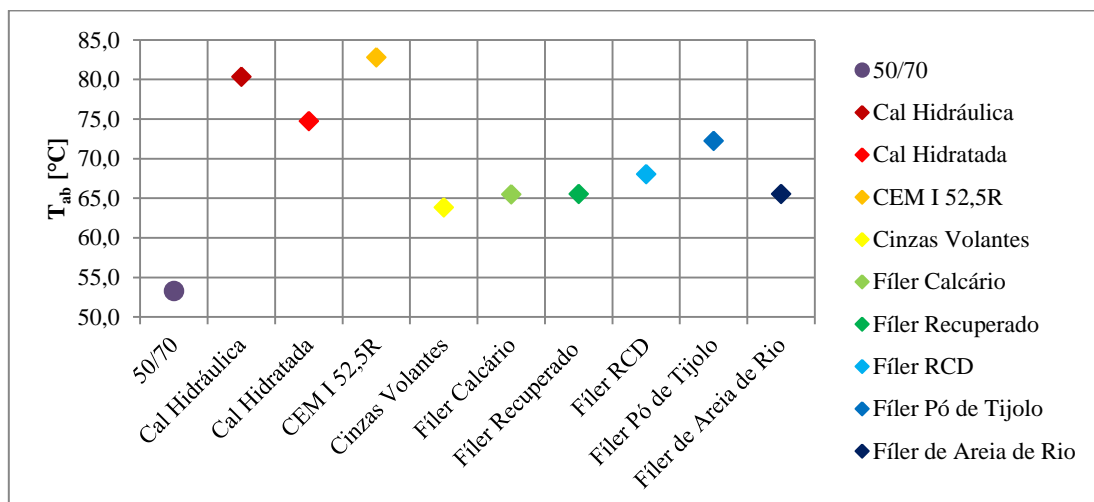


Figura 3.27 - Avaliação da temperatura de amolecimento anel e bola para o betume virgem 50/70 e para os mastiques produzidos com o mesmo

Analisando a Figura 3.27 observa-se que, mais uma vez o mástico de “CEM I 52,5R” é o que apresenta a temperatura de amolecimento mais elevada, e ainda uma maior variação em relação ao betume virgem, como se pode observar na Figura 3.28, onde é mostrado a variação da temperatura  $\Delta T_{ab}$  determinado para os diversos mastiques. Os resultados obtidos para este mástico são seguidos pela “cal hidráulica” e pela “cal hidratada”.

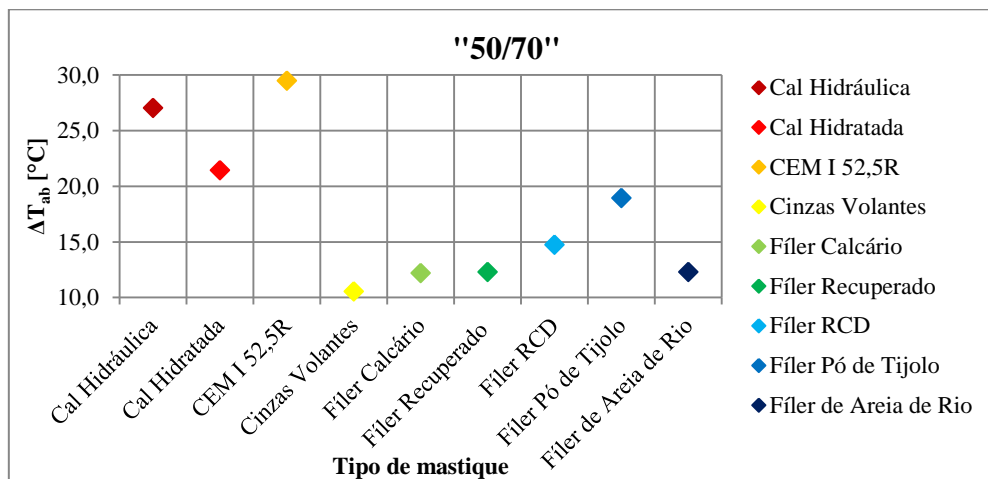


Figura 3.28 - Avaliação das variações de temperatura obtidas para os diferentes mastiques produzidos com o betume de penetração “50/70”

Para os restantes fíleres, observa-se existir uma semelhança no andamento dos gráficos constantes da Figura 3.28, da Figura 3.20 e da Figura 3.24, apesar das diferenças nos valores de  $\Delta T_{ab}$  obtidos para os diferentes betumes base.

### 3.5. Análise de resultados

Após a determinação experimental das propriedades das amostras de fíler em estudo e dos mastiques respetivos, procedeu-se a uma análise comparativa dos resultados obtidos, avaliando a existência de relações entre as propriedades avaliadas e verificando os fatores que influenciam o comportamento dos mastiques betuminosos.

#### **Avaliação da relação entre a superfície específica, a finura do material e o índice de vazios de Rigden**

Sabendo que a superfície específica de um material depende da granulometria do mesmo, considerou-se pertinente a análise da relação entre a finura do fíler e a sua superfície específica. Como tal na Figura 3.29 apresenta-se a avaliação da relação entre a percentagem de finos e a superfície específica do material.

Com base na observação dos resultados obtidos para a superfície específica do material e para o índice de vazios de Rigden, verifica-se que existe uma relação que pode ser visualizada na Figura 3.30.

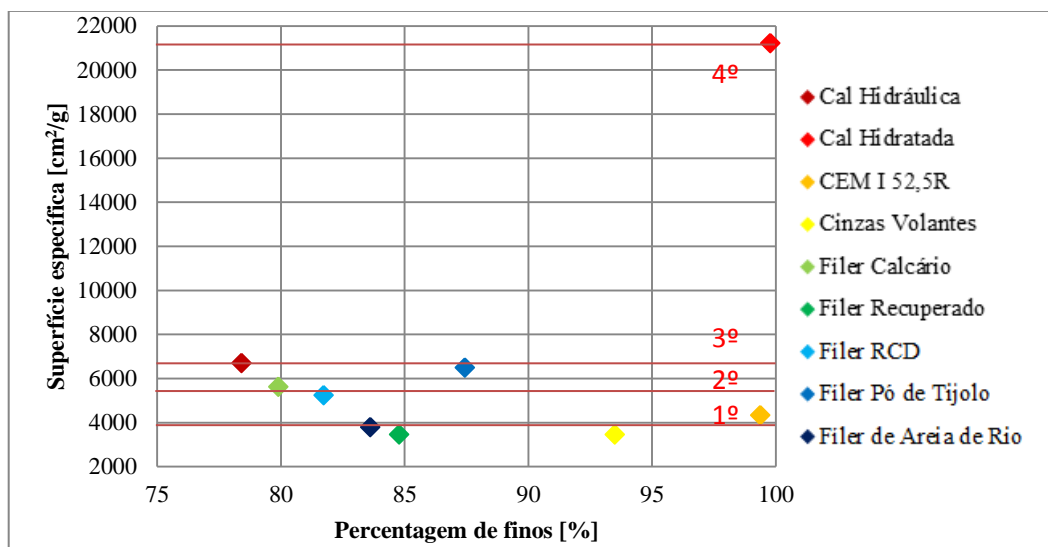


Figura 3.29 – Avaliação da relação entre a percentagem de finos e a superfície específica

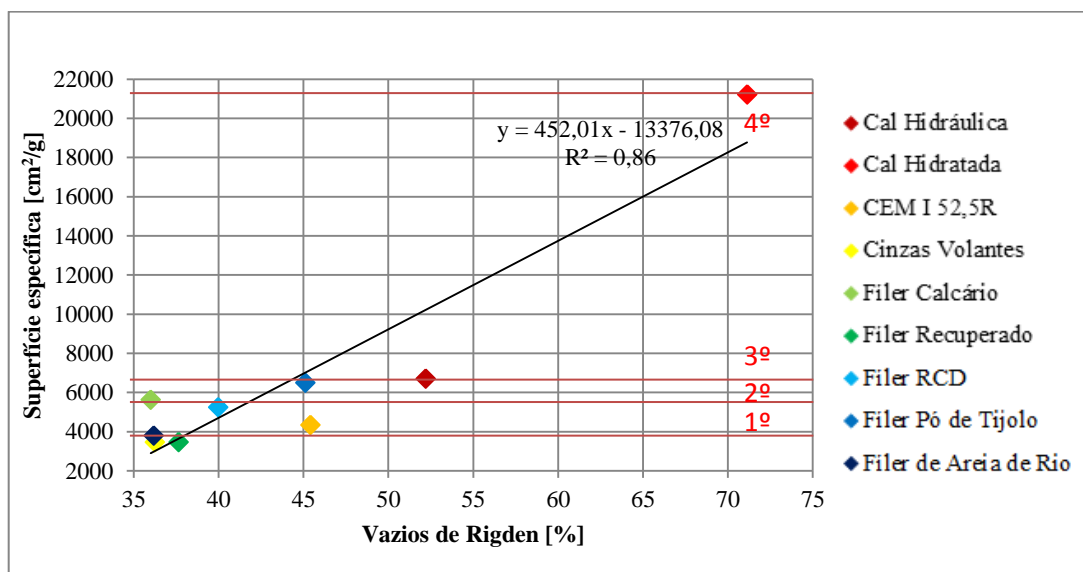


Figura 3.30 – Avaliação da relação entre a superfície específica e os vazios de Rigden

Com base na observação da Figura 3.29 é evidente a inexistência de qualquer relação entre a percentagem de finos e a superfície específica do material, no entanto verifica-se que existe uma tendência para os resultados surgirem por patamares.

Com a análise da Figura 3.27 comprova-se a existência de relação entre as duas propriedades. É também possível atestar que os resultados se apresentam por patamares tal como na Figura 3.26. Assim definiram-se 4 patamares em ambas as figuras.

Avaliando os dados da Figura 3.29 e da Figura 3.30 e comparando estes resultados com a avaliação efetuada no Quadro 3.18 sobre a forma e textura das partículas é possível verificar que existe uma divisão dos resultados nos 4 patamares anteriormente referidos.

No primeiro patamar estão presentes o “fíler de areia de rio”, o “fíler recuperado”, as “cinzas volantes” e o “CEM I 52,5R”. Estes materiais apresentam respectivamente, forma angular com textura lisa a pouco rugosa, partículas de forma esférica com textura lisa e partículas de forma angular com textura rugosa, forma esférica com textura lisa e forma angular com textura lisa a pouco rugosa.

No segundo patamar estão presentes o “fíler calcário” e o “fíler de RCD”. Ambos os materiais apresentam forma angular de textura lisa e forma granulosa de textura rugosa.

No terceiro patamar encontram-se presentes o “fíler pó de tijolo” e a “cal hidráulica”. Apresentando respectivamente estes materiais forma angular com textura rugosa e forma granulosa a nodular com textura rugosa.

No quarto patamar apenas se encontra presente a “cal hidratada”, este material possui uma forma nodular de textura rugosa, sendo as partículas completamente amorfas.

Com o objetivo de verificar a existência da relação entre a superfície específica e a textura das partículas, foi elaborado o gráfico presente na Figura 3.31.

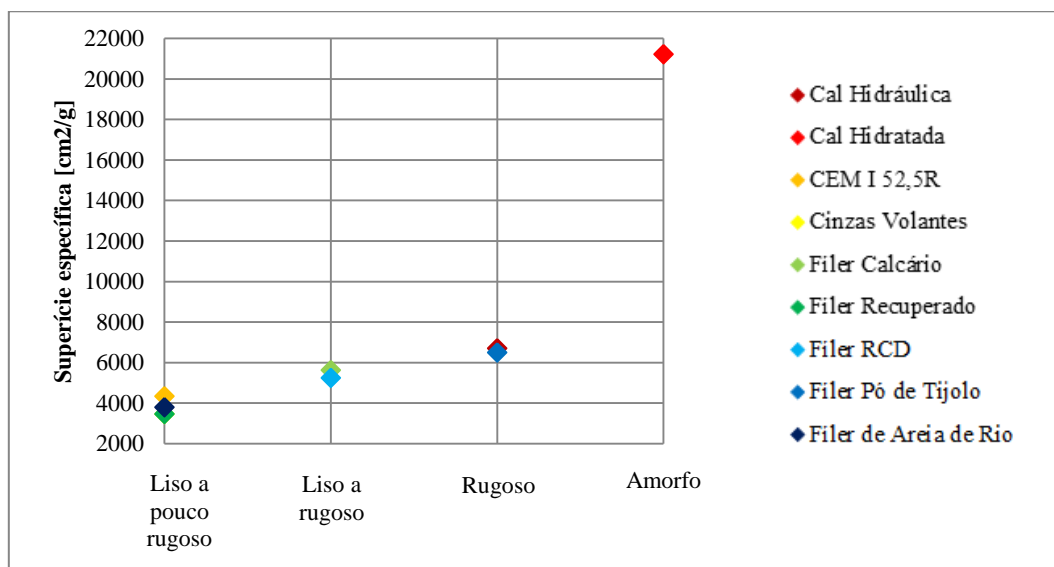


Figura 3.31 – Avaliação da relação entre a superfície específica e a textura das partículas

Observando a Figura 3.31 confirma-se a existência dos 4 patamares já referidos anteriormente, segundo a textura das partículas, apresentando as partículas mais lisas superfícies específicas menores, ao contrário das mais rugosas, que apresentam superfícies específicas bastante mais elevadas.

Assim conclui-se que a superfície específica do material é influenciada pela forma e textura das partículas, além de ser influenciada pela finura do material. Quanto mais irregular e menor dimensão tenham as partículas maior superfície específica tem o material. Ainda é possível constatar que, com o aumento do índice de vazios de *Rigden* aumenta a superfície específica.

#### Avaliação do índice de vazios de *Rigden*

Na Figura 3.32 e na Figura 3.33 avalia-se a relação da percentagem de finos e da massa volúmica com o índice de vazios de *Rigden*, respectivamente.

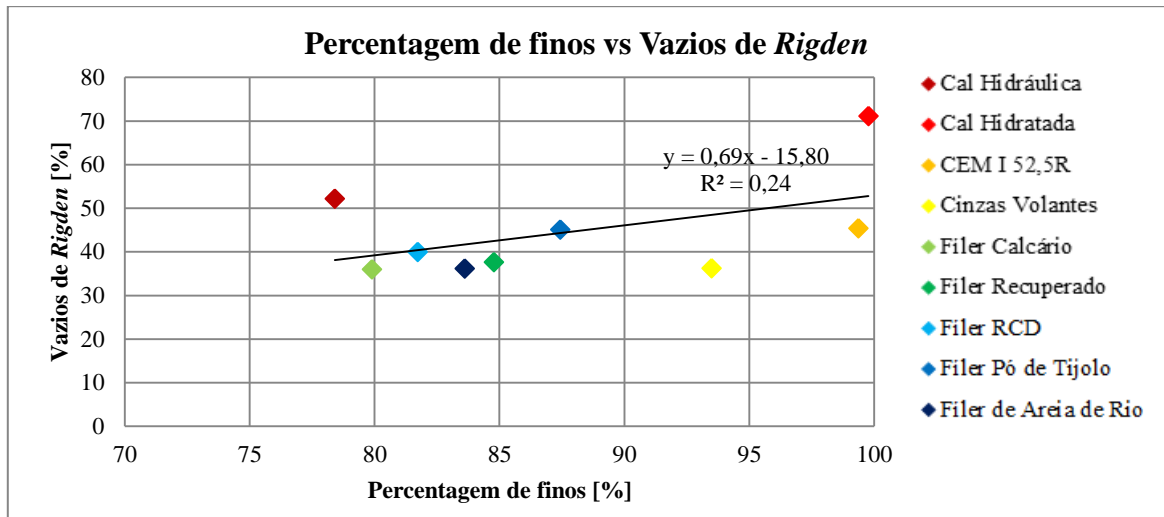


Figura 3.32 – Avaliação de relação entre percentagem de finos e vazios de *Rigden*

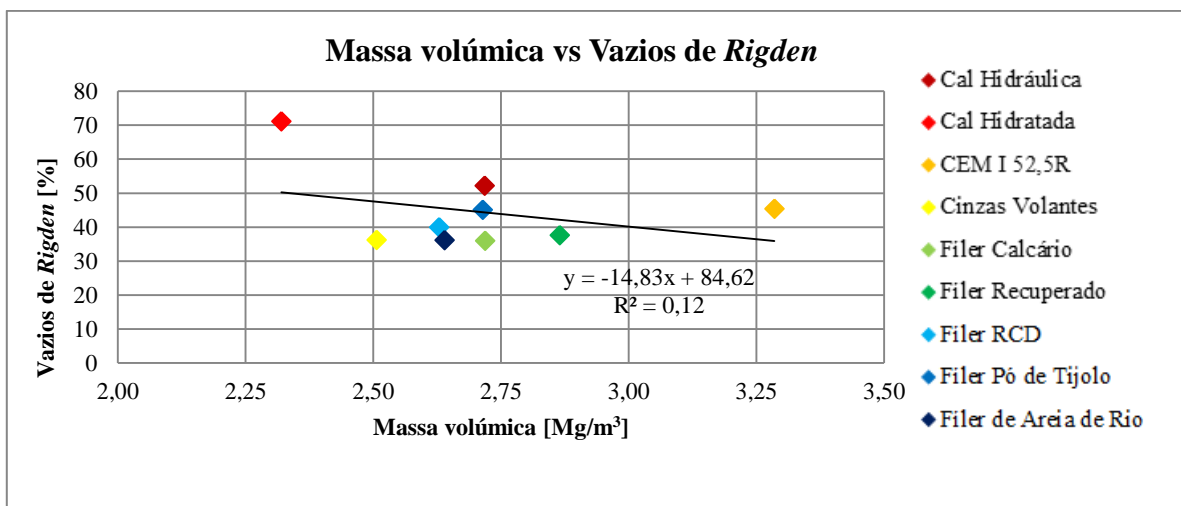


Figura 3.33 – Avaliação da relação entre a massa volúmica e o índice de vazios de *Rigden*

Analisando ambas as figuras pode ser verificado que tanto a massa volúmica, que apesar de entrar na expressão de cálculo do valor de vazios de *Rigden*, presente na equação 7.7, como a percentagem de finos presentes na amostra não apresentam uma relação direta com os vazios do filer seco compactado.

### Avaliação da relação da viscosidade aparente com outras propriedades

Analisando comparativamente os resultados determinados para o ensaio da superfície específica e os resultados determinados por outros ensaios em que se procede a outros tipos de avaliação é verificado que existe relações entre eles.

Ao comparar os valores obtidos para a superfície específica dos materiais com este ensaio observa-se que a “cal hidratada” foi o material que se destacou nos dois ensaios e que o andamento do gráfico apresenta semelhanças. Na Figura 3.34 é apresentada a relação que pode ser efetuada entre estas duas características dos materiais. Observando esta figura pode ser verificado que existe uma

relação evidente entre estas duas características, apresentando a reta de correlação um fator muito próximo da unidade o que mostra que existe na realidade uma relação entre as duas características.

Para além desta relação também pode ser estabelecida uma relação entre os vazios do filler seco compactado e a viscosidade aparente, como a observada na Figura 3.35.

Estas duas relações podem ser compreendidas fisicamente. A água a ser adicionada ao filler terá uma tendência em preencher os vazios deste, logo quanto maior o volume de vazios maior será a quantidade de água necessária para o preencher. Para além disso, ao associar o fenómeno de adsorção do betume por parte do filler enunciado em vários pontos do presente texto, onde a superfície das partículas era importante, tem-se que quanto maior seja a superfície específica maior será a quantidade de água necessária para que as partículas fiquem saturadas em água e originem uma pasta com determinada consistência que cumpra a penetração desejada.

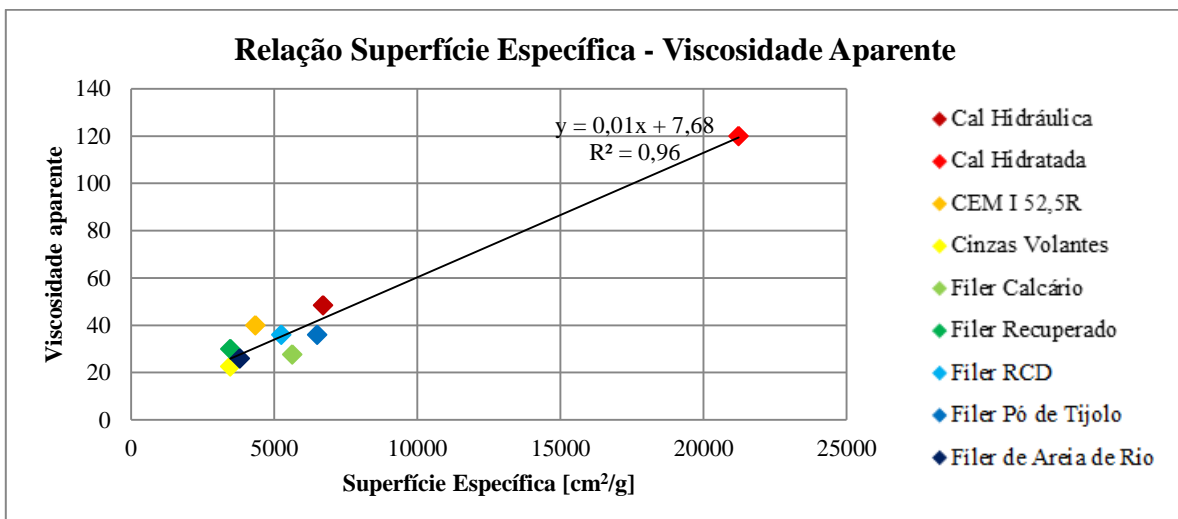


Figura 3.34 – Relação entre a superfície específica e a viscosidade aparente

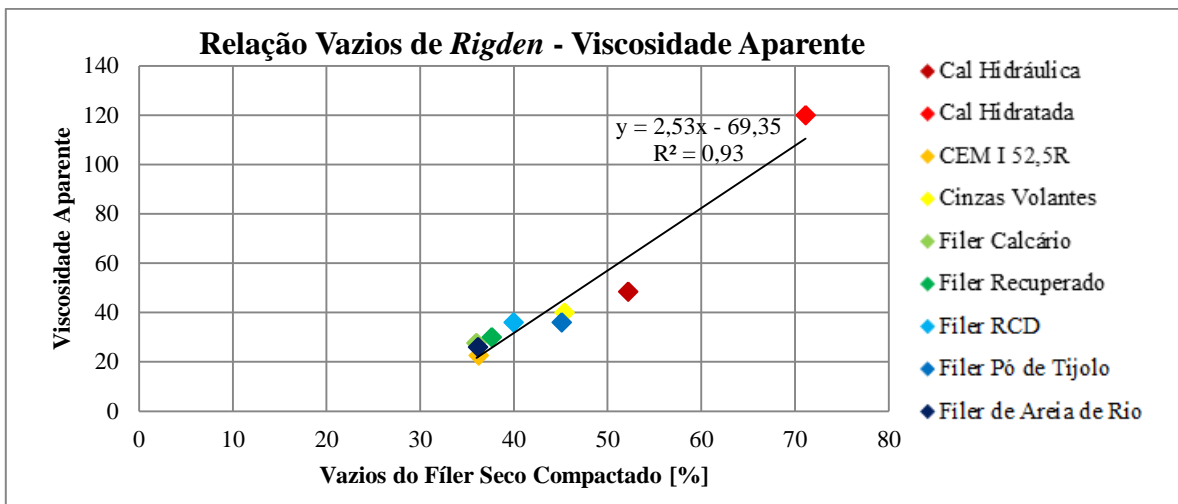


Figura 3.35 – Relação entre os vazios de Rigden e a viscosidade aparente

**Avaliação da variação da razão volumétrica f/b máxima admissível com a variabilidade dos materiais**

A avaliação da variação da razão volumétrica máxima, pretende perceber como esta oscila quando não só se altera o tipo de fíler, mas também o tipo de betume. As propriedades de ambos os materiais fazem com que existam variações quanto à quantidade de fíler admissível para uma amostra de betume.

Na Figura 3.36 apresenta-se a avaliação relação entre a razão volumétrica f/b máxima com a viscosidade aparente dos fíleres, considerando a variação do tipo de betume utilizado para proceder à determinação desta razão.

Na Figura 3.37 é feita a avaliação da relação entre a razão volumétrica f/b máxima com a viscosidade aparente dos fíleres não tendo em conta o tipo de betume utilizado, com o objetivo de estabelecer uma relação geral quanto à quantidade volumétrica máxima de fíler admissível para uma determinada quantidade de betume através da viscosidade aparente do fíler.

Na Figura 3.38 é apresentada uma relação como a observada na Figura 3.29, avaliando-se no entanto a relação com o índice de vazios de *Rigden*.

Igualmente na Figura 3.32 expõe-se uma relação semelhante à apresentada na Figura 3.37 apenas trocando a propriedade de fíler a relacionar, sendo agora o índice de vazios de *Rigden*.

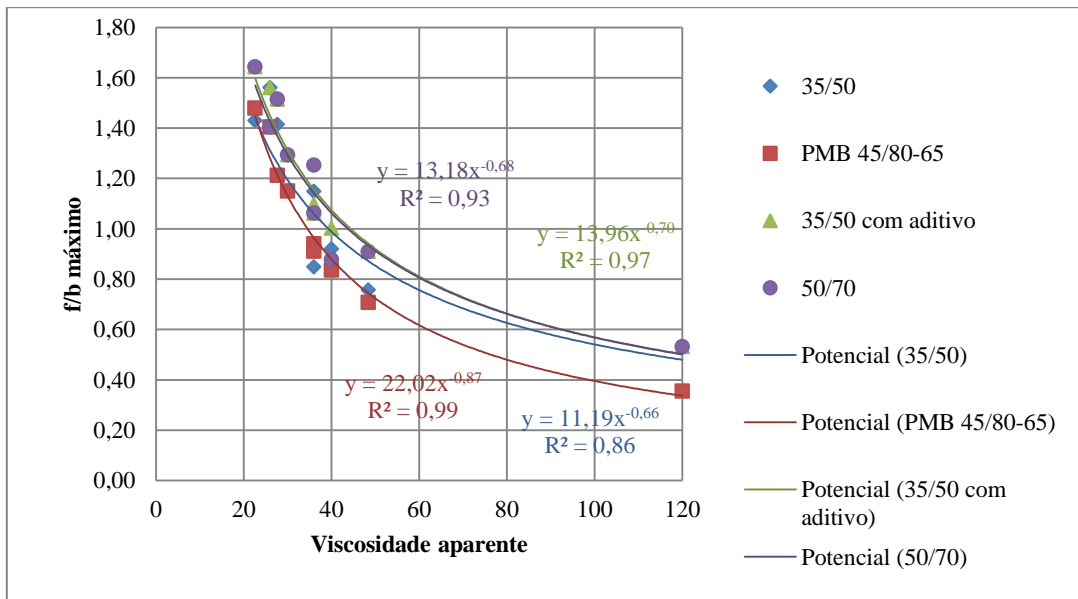


Figura 3.36 – Avaliação da relação entre a viscosidade aparente com a razão f/b máxima, por tipo de betume

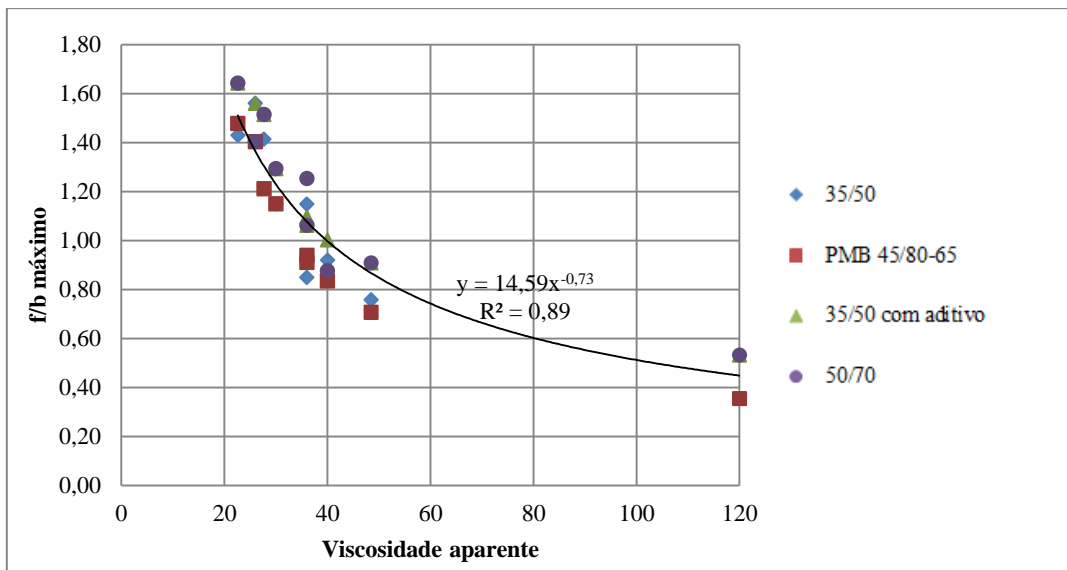


Figura 3.37 – Avaliação da relação viscosidade aparente com a razão f/b independente do tipo de betume

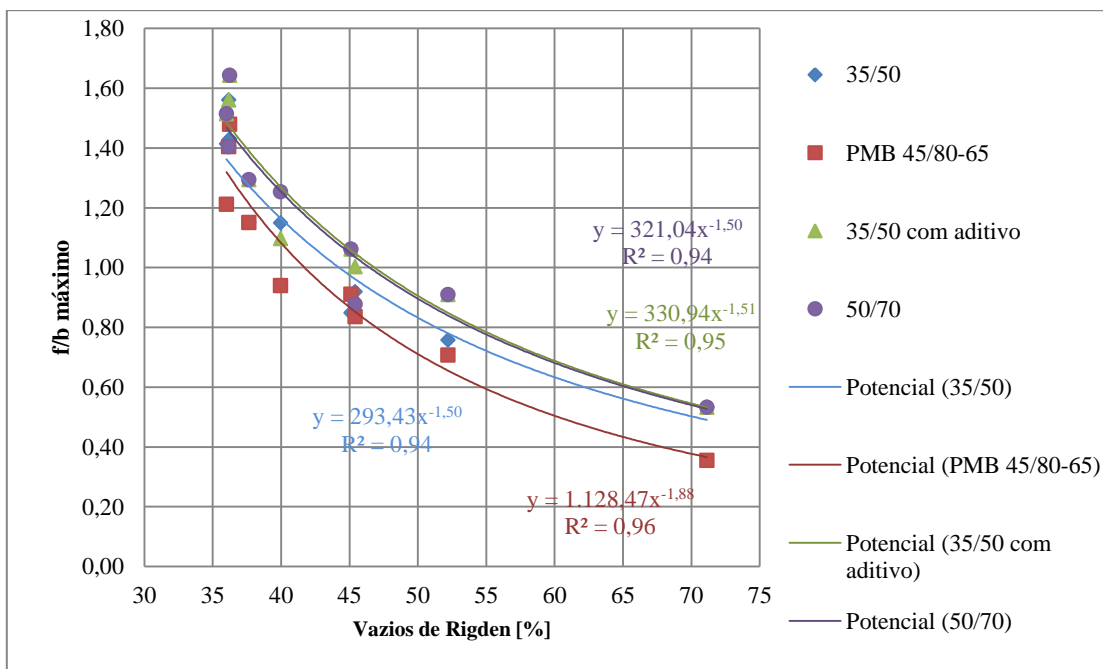


Figura 3.38 – Avaliação da relação entre os vazios de Rigden com a razão f/b máxima, por tipo de betume

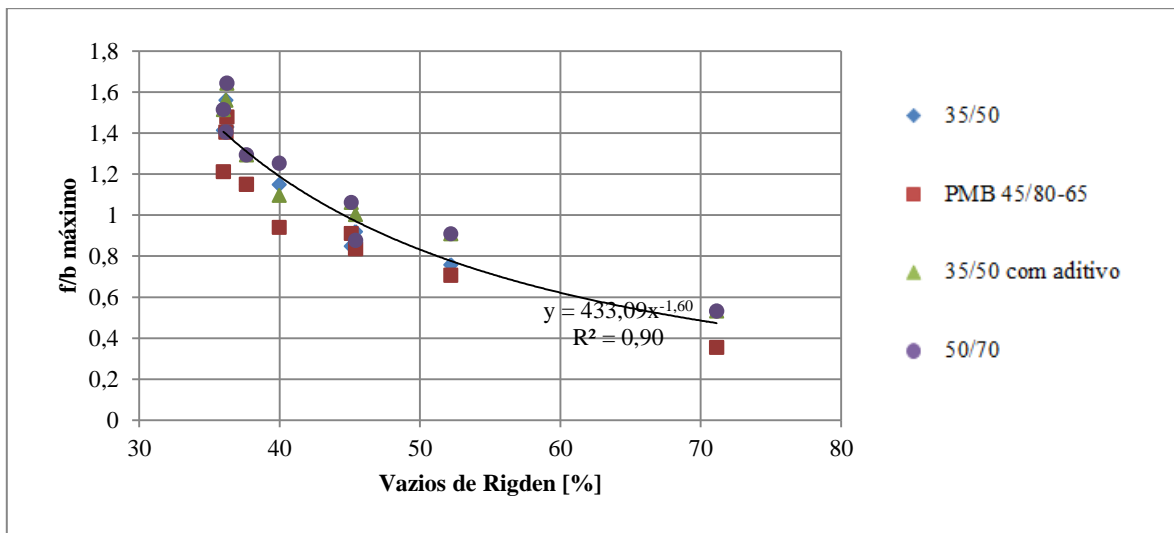


Figura 3.39 - Relação entre vazios de Rigden e razão filer-betume máxima, independente do tipo de betume

Da análise da Figura 3.36 e da Figura 3.38 é possível verificar que existe uma relação entre a viscosidade aparente dos fíleres e a razão máxima f/b e como consequência entre a relação entre a viscosidade aparente e os vazios de Rigden, pode ser também apurada uma relação entre os vazios do filer seco compactado e a razão máxima f/b. Estas duas relações devem-se essencialmente ao betume apresentar a tendência de preencher os vazios presentes no filer, deste modo quanto maior o número de vazios que o filer possua menor será a razão f/b máxima, ou seja, menor será a quantidade de filer a adicionar para uma mesma quantidade de betume.

Na Figura 3.40 é possível averiguar a existência de uma relação entre a superfície específica do filer e a razão f/b máxima admissível por tipo de betume.

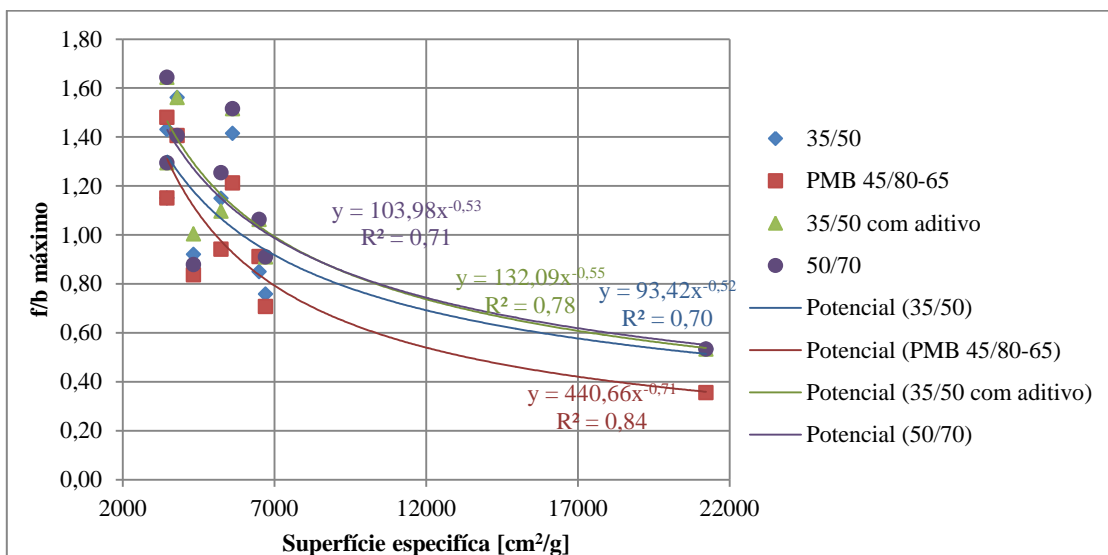


Figura 3.40 – Relação entre a superfície específica e a razão f/b máxima, por tipo de betume

Com a análise da Figura 3.40 é possível aferir que a relação entre a superfície específica e a razão volumétrica f/b máxima admissível é inferior às relações anteriormente referidas. A qualidade da aproximação da curva de tendência é inferior à obtida no caso do índice de vazios de Rigden e no caso do número do betume, o que traduz que esta característica possui uma menor influência quando se tenta perceber qual a quantidade máxima de filler a adicionar a um determinado volume de betume.

### Avaliação da influência do teor em sílica no efeito rigidificante dos mastiques

Após a determinação dos resultados do teor em sílica dos fíleres e da verificação da variação da temperatura de amolecimento de “anel e bola” dos mastiques é possível avaliar se o teor deste composto produz um efeito rigidificante nos mastiques betuminosos.

Na Figura 3.41 é possível avaliar o efeito do teor em sílica no efeito rigidificante do mástico.

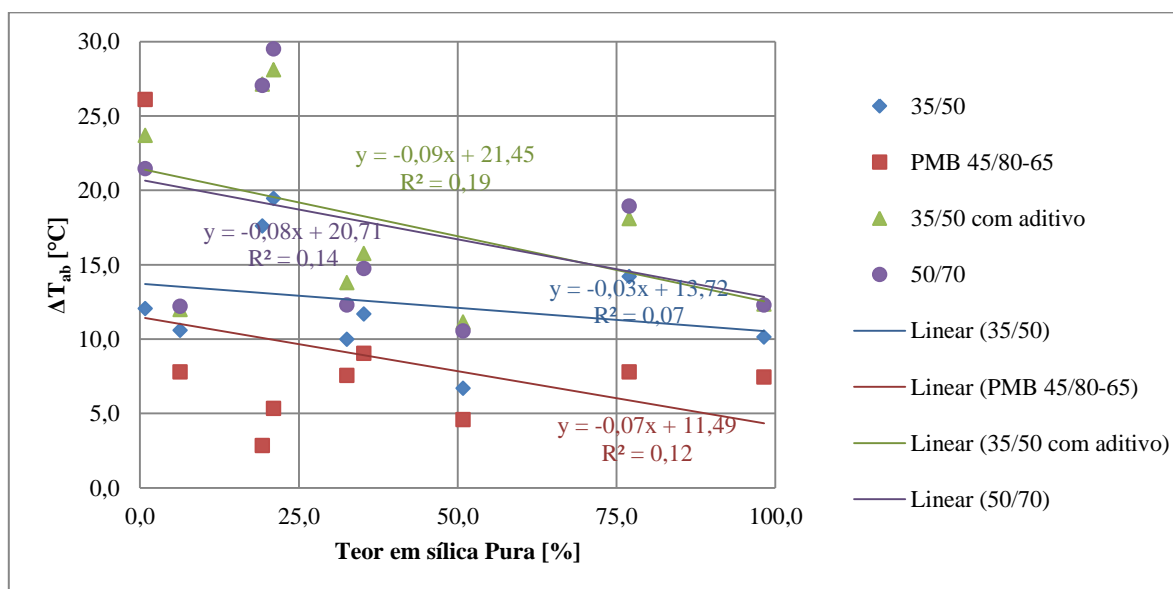


Figura 3.41 – Avaliação da influência do teor em sílica no efeito rigidificante do mástico

Com base na observação da Figura 3.41 é possível verificar que não existe qualquer relação entre a variação de temperatura de amolecimento do mástico betuminoso e o seu teor em sílica, logo não existe qualquer relação entre o teor em sílica e o efeito rigidificante que se suspeitava que este produzisse.

Para além do estudo do teor em sílica foi realizado o estudo do teor em óxido de cálcio. Assim na Figura 3.42 pretende-se analisar a relação do teor em óxido de cálcio com a variação da temperatura de amolecimento de “anel e bola” obtida.

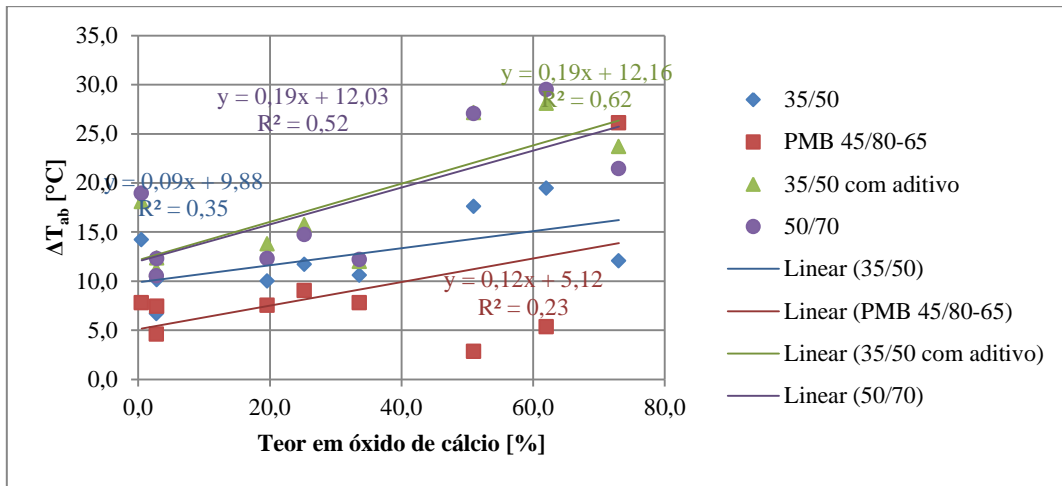


Figura 3.42 – Avaliação do efeito do teor em óxido de cálcio na variação de temperatura de amolecimento de “anel e bola”

Analisando o gráfico da Figura 3.42 conclui-se que não existe qualquer relação direta entre o teor em óxido de cálcio e o aumento da temperatura anel e bola dos mastiques, não existindo assim uma relação entre este composto e o efeito rigidificante no mástico.

Com base na verificação da inexistência de relação entre o teor em sílica e a variação de temperatura de amolecimento de “anel e bola” é possível constatar que, a disparidade de resultados obtidos para a variação de temperatura de amolecimento de “anel e bola” para as amostras de filer granítico utilizadas no estudo de fileres por parte do LNEC (Quaresma, 2001), não apresentam relação com o teor em sílica dos mesmos.

Dado isto, é possível afirmar que as patologias precoces manifestadas pelos pavimentos onde foram aplicados estes materiais não apresentam qualquer relação com o teor em sílica do filer utilizado.

#### **Avaliação da influência do pH na suscetibilidade à água do filer**

Conforme referido no presente trabalho, em estudos anteriores (Kandhal, 1980) é questionada a influência do pH na suscetibilidade à água dos fileres. Assim na Figura 3.43, pretende-se analisar o efeito do pH nesse fenómeno.

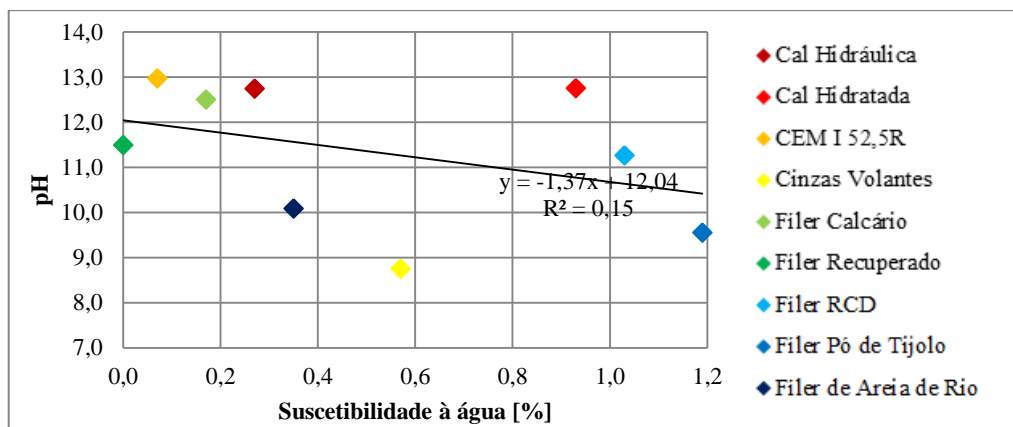


Figura 3.43 – Avaliação da relação entre a suscetibilidade à água dos fíleres e o seu pH

Com base na avaliação da Figura 3.43 apura-se que não existe qualquer relação entre a suscetibilidade à água dos fíleres e o valor do pH dos mesmos. Assim é de atestar que esta característica não reflete qualquer efeito na desagregação do betume em relação às partículas de fíler.

#### Comparação da variação da temperatura de amolecimento de “anel e bola”

Como já referido no subcapítulo 3.4.2 foram realizados outros estudos sobre mastiques produzidos com o betume de penetração 50/70.

O estudo realizado no *Centre de Recherches Routières* (CRR, 1987) pretendia estudar o efeito rigidificante da adição a um betume de um dado volume de fíler, com base na avaliação da variação da temperatura de amolecimento, dependendo da relação volumétrica fíler/betume e do índice de vazios de *Rigden*.

Na Figura 3.44 é apresentado o ábaco que determina qual a relação entre a variação da temperatura de amolecimento de “anel e bola” com a razão volumétrica fíler betume e com o índice de vazios de *Rigden*.

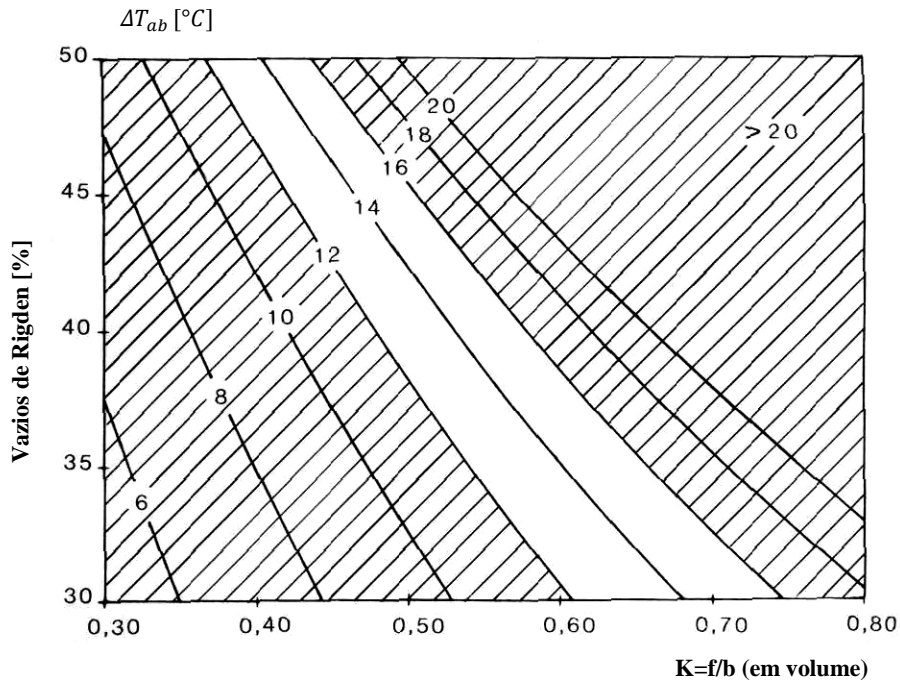


Figura 3.44 – Variação da temperatura de amolecimento de “anel e bola” com a razão volumétrica f/b e com o índice de vazios de Rigden (CRR, 1987)

Esta relação de três variáveis pode também ser expressa através da equação 3.1, tentando esta estimar o acréscimo da temperatura de amolecimento sabendo qual o valor do índice de vazios de Rigden e a razão volumétrica fíler/betume a aplicar ao mastique (Quaresma, 2001).

$$\frac{f}{b} = \frac{(100-IVR) \times \Delta T_{ab}}{1021,2 + \Delta T_{ab} \times IVR} \quad (3.1)$$

Com base na equação 3.1 foi realizada uma estimativa da variação da temperatura de amolecimento anel e bola, conhecendo os valores do índice de vazios de *Rigden* apresentados no subcapítulo 3.3.2 e utilizando a razão volumétrica fíler/betume de 0,6 apresentada na norma NP EN 13179-1, com exceção da “cal hidratada” que possui uma proporção menor de 0,3, devido a ser verificado que não era possível produzir mastiques com este material com razões volumétricas maiores.

Na Figura 3.45 são apresentados os resultados previstos pela equação 3.1 para os mastiques estudados.

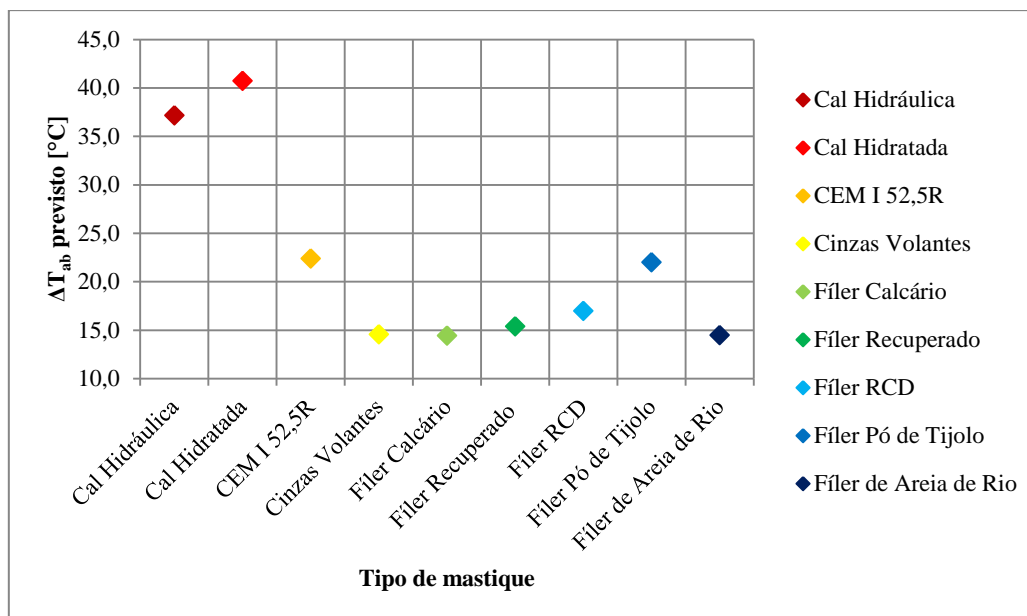


Figura 3.45 – Valores previstos para  $\Delta T_{ab}$  com base na Erro! A origem da referência não foi encontrada.

Pela observação do gráfico da Figura 3.45 e recordando o gráfico da Figura 3.28 é possível perceber que existem materiais para os quais os valores das estimativas agora realizadas não se aproximam dos valores realmente determinados, sendo que mais se destacam são a “cal hidratada” e o “CEM I 52,5R”. Para uma melhor visualização e percepção da aproximação dos valores estimados em relação aos obtidos, deve-se observar o gráfico presente na Figura 3.46 onde é possível verificar a relação dos mesmos.

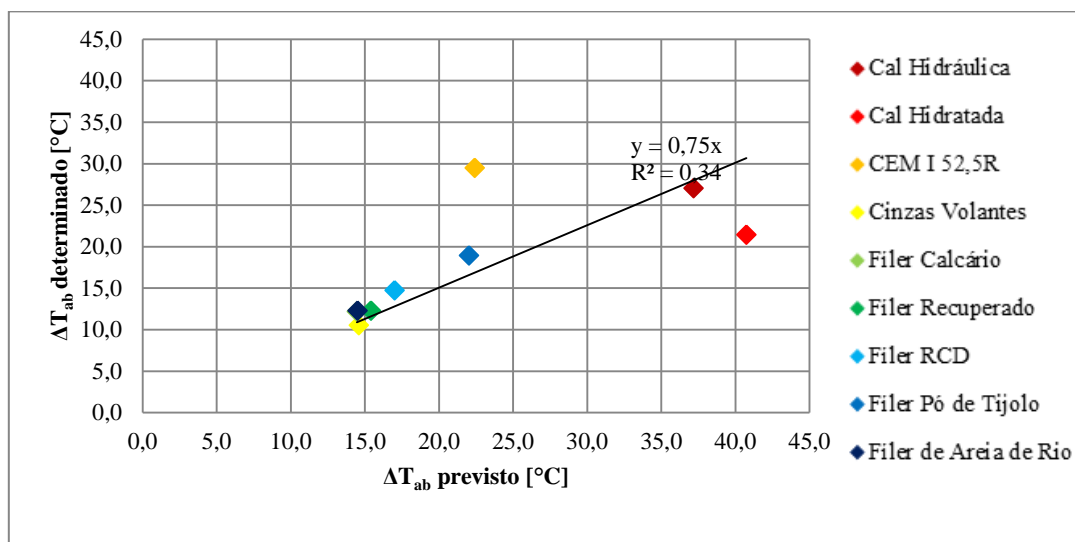


Figura 3.46 – Comparação dos resultados de  $\Delta T_{ab}$  obtidos por ensaios com os resultados previstos pela Erro! A origem da referência não foi encontrada.

Analisando o gráfico apresentado na Figura 3.46 verifica-se existir uma fraca relação entre os valores determinados e os valores previstos utilizando a equação 3.1. Assim é possível constatar que a expressão de cálculo utilizada e presente no Caderno de Encargos Tipo de Obra da EP não traduz

corretamente os resultados com uma aproximação confiável para a determinação da variação da temperatura anel e bola, provocado pelo efeito do fíler adicionado ao betume.

Para finalizar este ponto é apresentado na Figura 3.47 um gráfico com todos os resultados obtidos para os mastiques conforme o tipo de betume utilizado. Para este gráfico é de verificar que os pontos apresentados a vermelho vivo são os mastiques resultante de uma razão volumétrica fíler/betume de 0,3, sendo que as formas dos pontos correspondem ao tipo de betume.

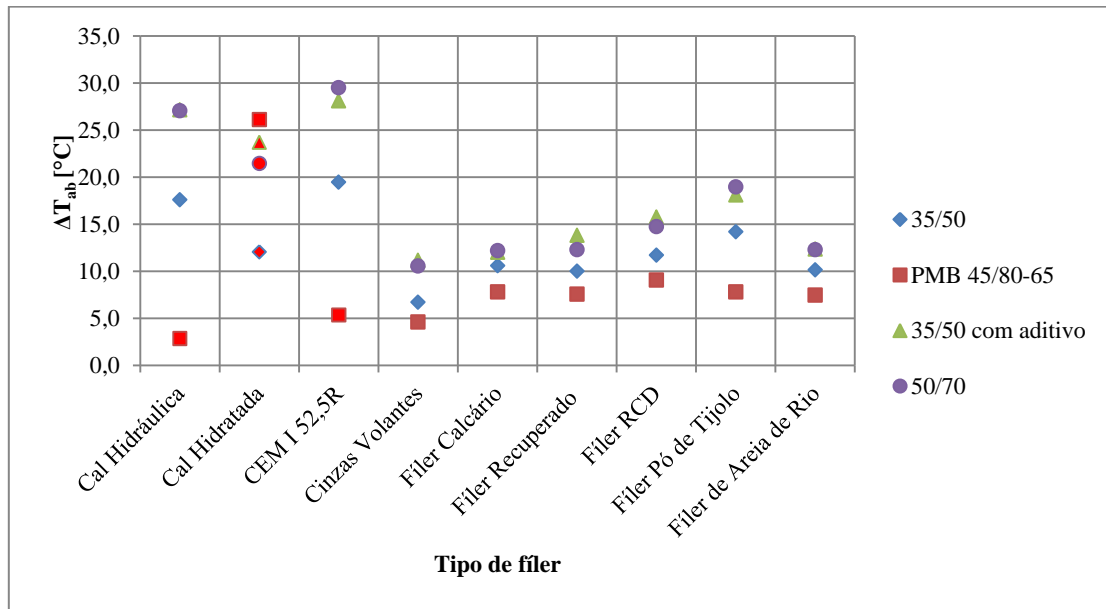


Figura 3.47 – Valores de  $\Delta T_{ab}$  obtidos para os diferentes mastiques para uma razão volumétrica  $f/b=0,6$  com exceção dos pontos a vermelho que possuem uma razão  $f/b=0,3$

Analisando o gráfico da Figura 3.47 podem ser retiradas diversas ilações sobre o comportamento dos mastiques conforme o tipo de betume utilizado e o tipo de fíler adicionado. Numa primeira observação constata-se que tanto o betume de penetração nominal “35/50” como o betume de penetração nominal “35/50 com uma concentração de 3% do aditivo” de melhoramento de adesividade e o betume de penetração nominal “50/70”, demonstraram um comportamento semelhante em relação aos mastiques, ou seja, todos os gráficos apresentam sensivelmente o mesmo andamento. No entanto registam-se diferentes variações de temperaturas quando se compara diferentes mastiques para um mesmo tipo de fíler utilizado, o que significa que os diferentes betumes não apresentam a mesma sensibilidade em relação aos efeitos do fíler.

É também de destacar o comportamento registado no caso dos mastiques produzidos com o betume “PMB 45/80-65”, com este a apresentar um comportamento diferente dos mastiques produzidos pelos restantes betumes. É também de evidenciar a variação de temperatura que ocorreu no caso do mástico com “cal hidratada” produzido com uma razão volumétrica fíler/betume de 0,3, visto que no caso dos restantes mastiques os acréscimos de temperatura rondaram valores entre cerca de 5°C e 10°C e no caso da “cal hidratada” o aumento de temperatura registado foi de 26,1°C.

Deve igualmente ser dada atenção ao facto de que apenas para este betume foi necessário recorrer a uma proporção volumétrica fíler/betume de 0,3 para três tipos diferentes fíleres dado apresentarem as dificuldades acima enumeradas e demonstradas através da Figura 3.18.

Atesta-se que o fíler “CEM I 52,5R”, com exceção do mastique realizado com o betume “PMB 45/80-65”, foi o fíler que apresentou uma maior variação de temperatura para cada betume, sendo sempre seguido da “cal hidráulica” e posteriormente da “cal hidratada”.

As “cinzas volantes” apresentaram sempre os resultados mais baixos no que diz respeito à variação de temperatura para todos os mastiques produzidos.

Quanto aos fíleres que deram origem aos restantes mastiques, é de verificar que o “fíler pó de tijolo” apresentou a variação de temperatura mais elevada para todos os mastiques produzidos para cada betume, com exceção do mastique constituídos por betume “PMB 45/80-65”.

Este fíler é seguido do “fíler de RCD” que possui no caso da utilização do betume “PMB 45/80-65” a maior variação de temperatura no caso dos restantes fíleres, sem contar com os três primeiros já enunciados. No caso dos restantes betumes este fíler possui as variações de temperatura que se seguem ao “fíler pó de tijolo”.

Em relação aos restantes fíleres estes apresentam temperaturas muito semelhantes, apesar do “fíler calcário” ter apresentado temperatura ligeiramente superiores no caso dos mastiques com betume de penetração nominal “35/50”, betume “PMB 45/80-65” e com betume de penetração nominal “50/70”. Sendo que, no caso do betume de penetração nominal “35/50 com 3‰ de aditivo” este apresenta uma menor variação de temperatura em relação aos outros dois fíleres.

Quanto ao “fíler recuperado” e ao “fíler de areia de rio”, ambos exibem valores bastante semelhantes, com exceção dos mastiques produzidos com o betume de penetração nominal “35/50 com 3‰ de aditivo” onde o mastique produzido com “fíler recuperado” apresenta maior variação de temperatura do que o mastique produzido com “fíler de areia de rio”, que possui uma variação de temperatura próxima do mastique produzido com “fíler calcário” para o mesmo betume.

Para além das constatações efetuadas para os mastiques em relação aos tipos de fíler podem-se também retirar algumas conclusões em relação ao tipo de betume utilizado.

Ao observar o Quadro 3.5 é passível de constatação que o betume que possui a menor temperatura de anel e bola é o betume de penetração nominal “50/70”, seguido do betume de penetração nominal “35/50” com 3‰ de aditivo, betume de penetração nominal “35/50” e finalmente o betume “PMB 45/80-65”. É possível classificar o betume como mais mole o que possui uma menor temperatura de amolecimento de “anel e bola” até a um betume menos mole que possui uma maior temperatura de amolecimento. Com base nesta classificação e na observação da Figura 3.47 conclui-se que os betumes mais moles possuem maior sensibilidade ao efeito dos fíleres, visto que foi para os betumes mais moles que todos os mastiques apresentaram maiores variações de temperatura, por tipo de fíler. Refira-se a exceção do mastique produzido com “cal hidratada” e betume “PMB 45/80-65”. Para este betume que apresenta a maior temperatura de amolecimento de “anel e bola” os acréscimos de temperatura foram sempre bastante reduzidos, variando sempre na ordem dos 5°C a 10°C, mais uma vez com exceção do mastique produzido com “cal hidratada” para o mesmo betume.

Com base em estudos, já referidos, realizados pelo *Centre de Recherches Routères*, foi verificado que as misturas betuminosas que apresentaram melhores comportamentos, conferem ao mastique um aumento da temperatura de amolecimento compreendido entre 12°C e 16°C. Esta condição permite que o mastique seja suficientemente rígido para garantir a estabilidade da mistura, não apresentando o mastique uma excessiva quantidade de fíler, sendo suficientemente rico em betume para garantir bons comportamentos do ponto de vista da resistência à fadiga e que permita uma boa impermeabilidade. (Francken, *et al.*, 1985; CRR, 1987)

Sabendo que aqueles estudos foram realizados com recurso a um betume de penetração nominal 50/70 são apresentados na Figura 3.48, na Figura 3.49 e na Figura 3.50 avaliações comparativas entre os resultados obtidos com o betume de penetração nominal “50/70” com os restantes betumes envolvidos no presente estudo. Com isto é pretendido perceber a existência de uma relação entre a variação de 12°C a 16°C que permite melhores resultados para o caso do betume de penetração “50/70” com as variações de temperatura a obter no caso de outros betumes.

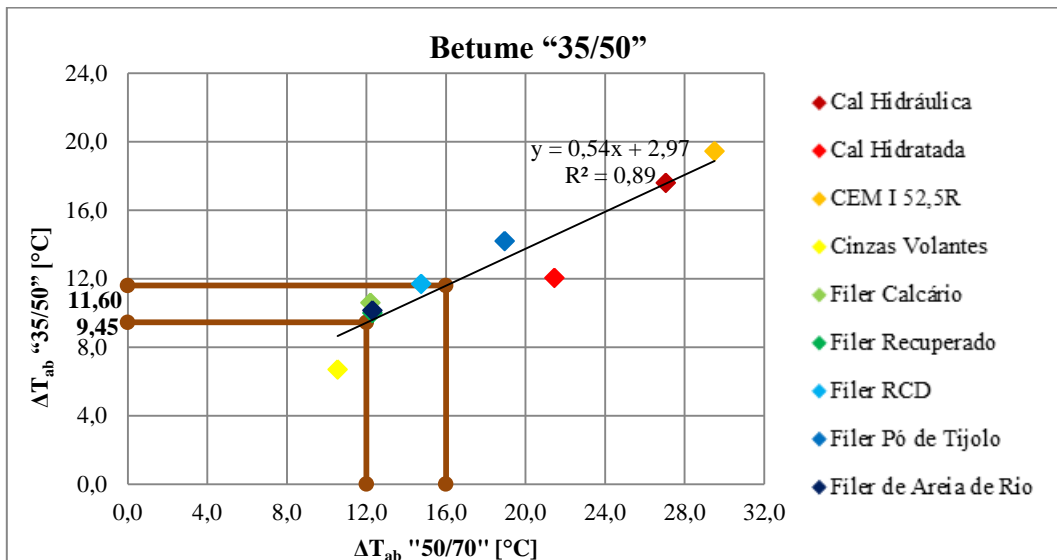


Figura 3.48 – Comparação de resultados de  $\Delta T_{ab}$  entre betume “50/70” e o betume “35/50”

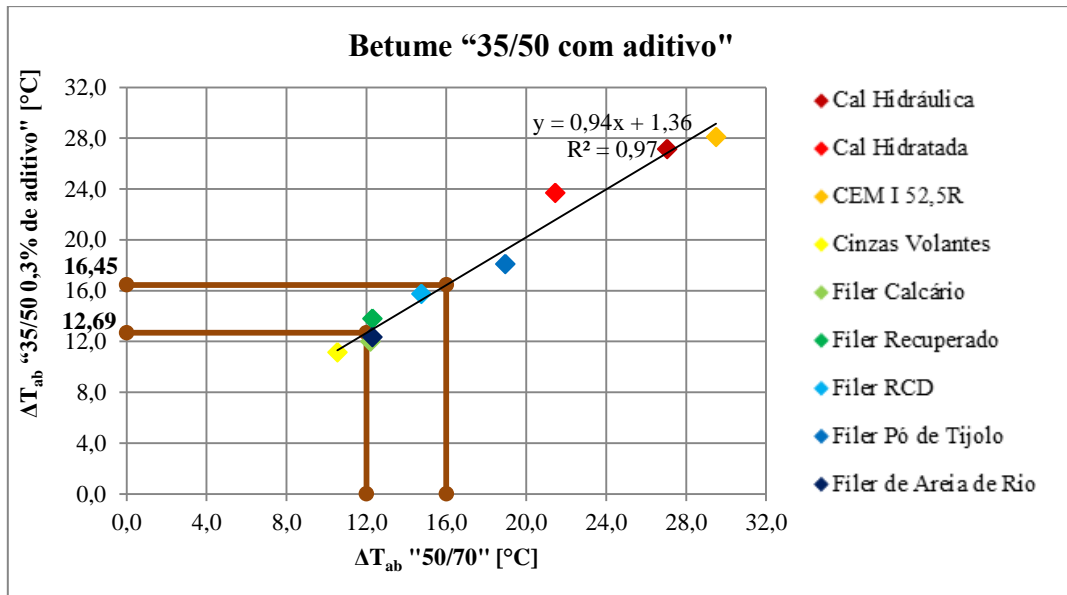


Figura 3.49 - Comparação de resultados de  $\Delta T_{ab}$  entre betume "50/70" e o betume "35/50 com 0,3% de aditivo"

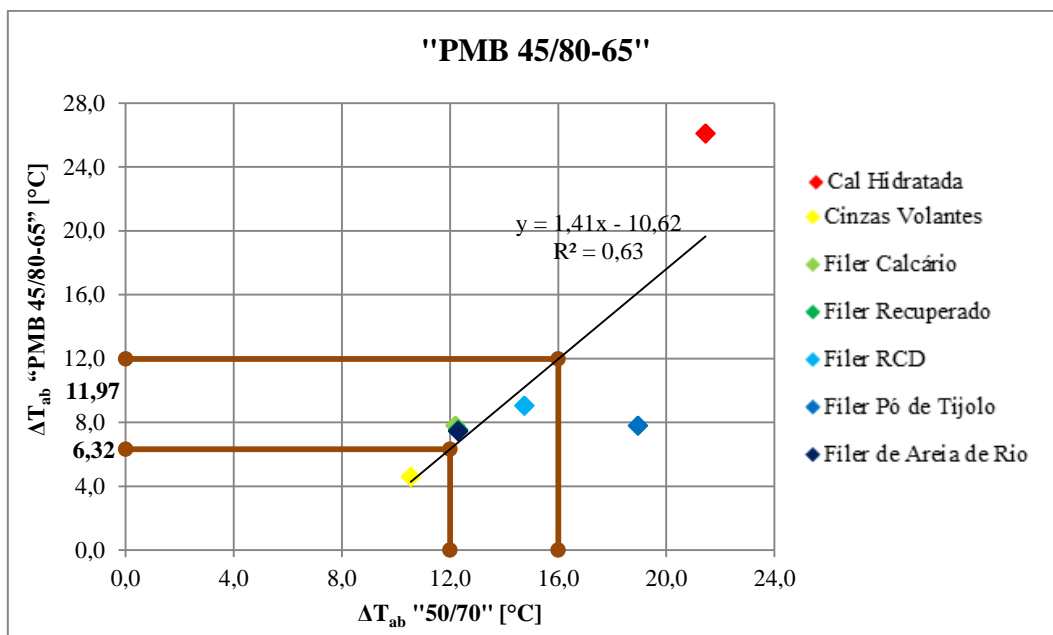


Figura 3.50 - Comparação de resultados de  $\Delta T_{ab}$  entre betume "50/70" e o betume "PMB 45/80-65"

Com base na avaliação efetuada da Figura 3.48 verifica-se as variações de temperatura obtidas para o betume de penetração nominal "50/70", para uma mesma razão f/b, são diferentes das obtidas para o betume de penetração nominal "35/50". Avaliando a relação entre as temperaturas obtidas e sabendo que os melhores resultados dos mastiques com betume de penetração nominal "50/70" são alcançados para variações de temperatura de amolecimento entre 12°C e 16°C, é possível deduzir quais as variações de temperatura ideais para que se tenha o mesmo comportamento para mastiques com betume de penetração nominal "35/50". Com base neste tipo de dedução foi obtido um intervalo diferente para o betume de penetração nominal "35/50", sendo este dado por 9,45°C e 11,60°C.

O mesmo foi realizado para o betume de penetração nominal “35/50 aditivado com 0,3% de aditivo”, apresentado na Figura 3.49, onde se constata que as variações obtidas por este betume e pelo betume de penetração nominal “50/70” são muito semelhantes, para razões volumétricas f/b iguais. Assim as variações de temperatura obtidas com base na dedução de temperaturas são muito semelhantes às variações de temperatura do betume “50/70”, sendo este intervalo dado por 12,69°C e 16,45°C.

As retas de tendência obtidas para os dois betumes referidos anteriormente apresentam uma boa correlação, sendo o valor de  $R^2$  muito próximo de 0,9 no primeiro caso e muito próximo de 1 no segundo. Isto não acontece quando se analisa o betume “PMB 45/80-65”, sendo que a reta de correlação não representa a generalidade dos valores obtidos, apresentando um valor para  $R^2$  de aproximadamente 0,6. No entanto, o mesmo tipo de análise foi realizada para este betume, sendo obtido um intervalo de variações de temperatura entre 6,32°C e 11,97°C inferior ao intervalo aconselhado para o betume de penetração nominal “50/70”.

A variabilidade de resultados apresentados pelos mastiques formados pelo betume “PMB 45/80-65” deve-se essencialmente às modificações que ocorrem na matriz do betume pela introdução de elastômeros termoplásticos. Estes para além de alterarem as propriedades do betume modificam também o tipo de interação que ocorre entre o betume e o fíler, sendo de notar a variação da temperatura de amolecimento que ocorreu no mástico produzido com uma razão volumétrica f/b de 0,3 de “cal hidratada”. De todos os mastiques produzidos foi este que apresentou a temperatura de amolecimento mais elevada, o que revela que para além do fenómeno de adsorção que ocorreu devido às características físicas, existiu possivelmente interação química entre os dois materiais, tornando a adsorção mais intensa; o que levou a este aumento de temperatura de amolecimento.

A alteração da interação entre o betume e o fíler pela introdução de polímeros e outros compostos ao betume deve ser mais aprofundada, de modo a possibilitar perceber quais os efeitos que cada material e modificação introduzidos produzem no comportamento da mistura betuminosa e nas interações que ocorrem ao nível do mástico.

Para além deste assunto deve também ser avaliado, se as variações de temperaturas previstas por este estudo comparativo entre o estudo realizado para mastiques produzidos com o betume de penetração nominal “50/70” e mastiques produzidos com razões volumétricas fíler/betume iguais para outros tipos de betume correspondem às variações de temperatura onde se obtêm os comportamentos mais satisfatórios. Para tal dever-se-ão obter mastiques suficientemente rígidos que garantam a estabilidade da mistura, sem que contenham uma quantidade excessiva de fíler que não permita obter uma quantidade suficiente de betume livre de forma a garantir bons comportamentos do ponto de vista de resistência à fadiga e uma boa impermeabilidade da mistura.

Estes assuntos encontrar-se-ão, abordados no capítulo 4 do trabalho com maior detalhe.

**Avaliação da variação da temperatura de amolecimento de “anel e bola” com textura superficial das partículas**

Na Figura 3.51 apresenta-se a avaliação das variações de temperatura de amolecimento de “anel e bola” obtidas para os diferentes mastiques com os fíleres que não produzem qualquer tipo de reação química quando adicionados com a água (“cal hidráulica”, “cal hidratada”, “CEM I 52,5R”), tendo estes sido comparados com a textura da superfície das partículas do material.

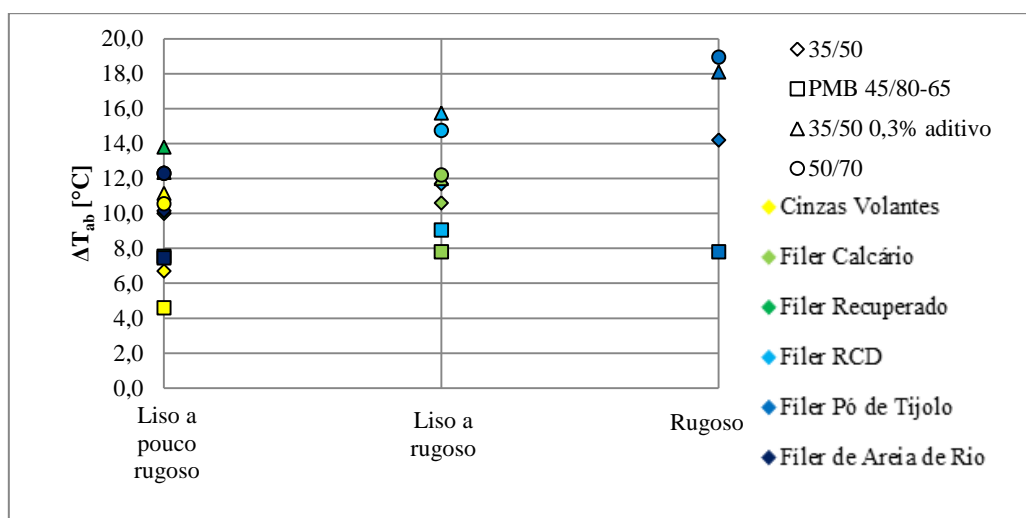


Figura 3.51 – Avaliação da variação de temperatura de “anel e bola” com a textura superficial das partículas de fíler

Com base na observação da Figura 3.51 é possível verificar que a textura superficial da partícula influencia a variação da temperatura de amolecimento de “anel e bola” obtida, visto que, em geral, excetuando o caso do mástico produzido com “fíler pó de tijolo” e “PMB 45/80-65”, quanto maior a rugosidade da partícula maior é a variação da temperatura de “anel e bola”. Isto revela uma interação física entre o fíler e o betume, influenciada pela rugosidade da superfície das partículas de fíler.

Tendo-se verificado que variação da temperatura de amolecimento de “anel e bola” do mástico possui uma relação com a sua superfície específica sendo esta possível verificar na Figura 3.52.

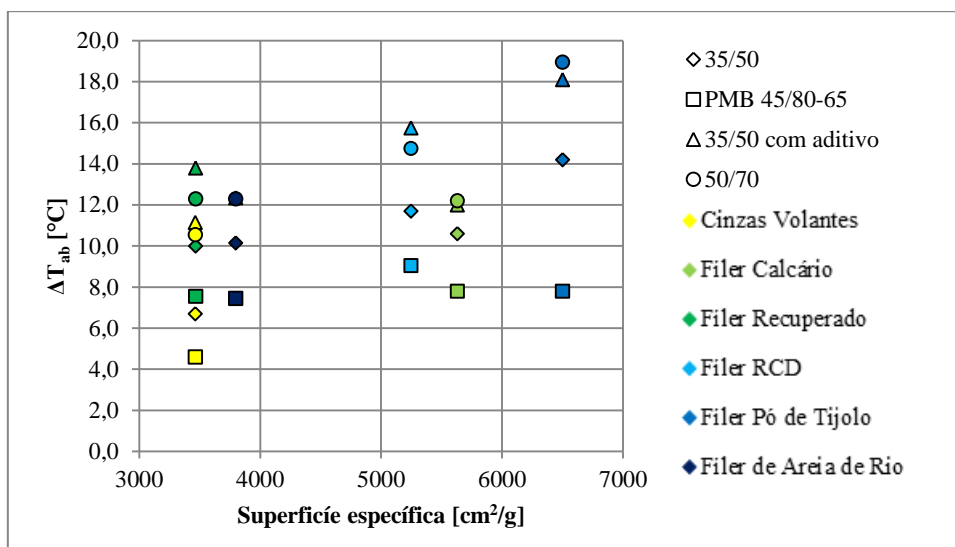


Figura 3.52 – Avaliação da variação da temperatura de amolecimento anel e bola com a superfície específica

Observando a Figura 3.52 é possível verificar que se obtém o mesmo tipo de comportamento da Figura 3.51, devido à relação enunciada entre superfície específica e a textura superficial das partículas.

Em ambas as figuras não foram avaliados os comportamentos dos materiais que provocam reação com a água devido a estes materiais possuírem um comportamento distinto dos restantes.

Na Figura 3.53 é possível avaliar a relação da variação da temperatura de “anel e bola” com a textura superficial das partículas, considerando todos os fíleres do estudo.

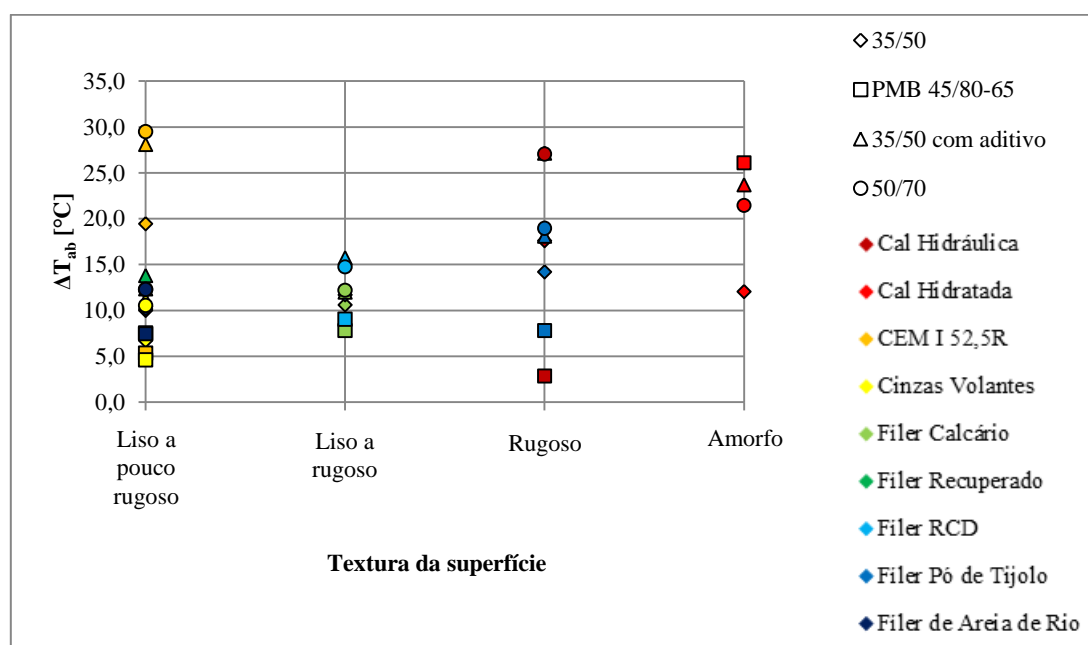


Figura 3.53 – Avaliação da variação da temperatura de amolecimento anel e bola com textura superficial, considerando todos os fíleres

Com base na observação da Figura 3.53, constata-se que para o caso dos materiais que produzem reações com a água estes apresentam um comportamento diferente. A afinidade que estes materiais criam com o betume não se baseia apenas numa ligação física, visto que o seu comportamento é bastante diferente dos outros materiais. Estes três materiais (“cal hidráulica”, “cal hidratada” e “CEM I 52,5R”) detêm uma relação físico-química, com alguns grupos do betume ou dos polímeros adicionados, o que leva a estas diferenças de comportamento. Como exemplo verifica-se que, para o caso “CEM I 52,5R” este apesar de possuir uma textura lisa a pouco rugosa, mostrou uma variação de temperatura de “anel e bola” superior ao do “filler pó de tijolo” que apresenta uma superfície rugosa.

Assim verifica-se a existência de ligações químicas que possuem maior intensidade do que as ligações físicas.

## 4. CONSIDERAÇÕES FINAIS

### 4.1. Principais conclusões alcançadas

O presente estudo pretendeu avaliar a influência do fíler no comportamento dos mastiques betuminosos. Este material ao ser aplicado numa mistura betuminosa desempenha duas funções, sendo uma delas o preenchimento dos vazios entre os agregados, e a outra, de maior relevância e sobre a qual se baseia esta análise, o de conduzir a alterações no respetivo comportamento, aumentando a sua viscosidade conforme a concentração volumétrica de material adicionado. Este material para além do aumento da viscosidade provoca alterações no comportamento do mastique betuminoso (mistura de fíler com betume) devido às interações físico-químicas e mecânicas entre estes dois materiais.

Desde o início do século XX que têm sido realizados estudos sobre os mastiques betuminosos, no entanto, devido à complexidade das interações entre o fíler e o betume existe ainda alguma dificuldade no entendimento quanto à contribuição de ambos os materiais no mastique betuminoso e dos efeitos deste no comportamento da mistura betuminosa.

Para o presente estudo foram analisados nove tipos de fíleres de diferentes origens sendo destes dois provenientes da britagem de materiais rochosos, três são produtos comerciais com fabrico industrial, três são subprodutos industriais e um é um resíduo de construção e demolição (RCD).

A introdução de subprodutos industriais e de resíduos de construção e demolição foi feita com o objetivo de valorizar os resíduos, dando-lhes uma nova aplicação económica e ambientalmente sustentável, evitando assim que estes sejam depositados em aterros.

Dada a necessidade de avaliar quais as propriedades do fíler que influenciam o comportamento do mastique betuminoso, foram avaliadas as seguintes características do fíler:

- Composição química dos fíleres;
- Superfície específica;
- Atividade dos finos;
- Granulometria;
- Índice de vazios do fíler seco compactado ou índice de vazios de *Rigden*;
- Teor em água;
- Massa volúmica;
- Forma e textura das partículas que constituem o material;
- Suscetibilidade à água do fíler;
- Poder absorvente do fíler;
- Viscosidade aparente do fíler.

Dado que existia a necessidade de perceber a influência do fíler nos mastiques betuminosos, foram introduzidos quatro tipos de betumes, sendo destes dois betumes puros, um betume modificado com um polímero e um betume aditivado com um aditivo para melhorar a adesividade.

Como os betumes são materiais de produção industrial concebidos de modo a respeitar os documentos normativos europeus, fazem-se acompanhar de fichas técnicas onde são apresentados os

valores que quantificam as suas propriedades. No entanto, no presente estudo, estes materiais foram alvo da determinação da temperatura de amolecimento de “anel e bola” de modo a permitir uma comparação do seu comportamento quando adicionados aos diferentes tipos de fíler estudados.

Tendo em vista o estudo da influência do fíler no mástico betuminoso, e dados os diferentes tipos de fíler selecionados, foram produzidos trinta e seis mastiques, com uma razão volumétrica fíler/betume fixa de 0,6, excetuando-se alguns casos onde não era possível produzir mastiques com esta concentração de fíler, tendo sido utilizada uma razão volumétrica f/b de 0,3.

As ações de ambos os materiais (fíler e betume) nos mastiques betuminosos foram avaliadas com recurso ao ensaio de determinação da variação da temperatura de amolecimento de “anel e bola”.

Com base na análise de resultados obtidos durante o presente estudo, foram extraídas diversas conclusões:

- O teor em sílica do fíler não produz qualquer efeito no comportamento do mástico betuminoso;
- O teor em óxido de cálcio não mostra qualquer efeito no comportamento do mástico betuminoso;
- A acidez ou basicidade do fíler não produz, qualquer efeito no comportamento do mástico betuminoso nem na suscetibilidade do fíler à água;
- A forma e a textura das partículas influenciam a temperatura de amolecimento do mástico betuminoso, sendo que quanto mais irregulares são as partículas maior a variação da temperatura de amolecimento do mástico;
- A superfície específica do fíler influencia o comportamento do mástico betuminoso, aumentando a variação de temperatura de amolecimento de “anel e bola” para valores mais elevados;
- O índice de vazios do fíler seco compactado é um dos principais fatores que condiciona a razão volumétrica máxima fíler/betume;
- O mesmo acontece quando se avalia a viscosidade aparente do fíler, uma vez que o índice de vazios do fíler seco compactado influencia também a viscosidade aparente do fíler, dado que qualquer líquido adicionado ao fíler tenderá a preencher os vazios por este deixados;
- As propriedades dos mastiques betuminosos não dependem apenas das propriedades específicas dos fíleres, sendo que estas dependem também da afinidade que determinados betumes possuem com determinados fíleres, assim a ligação entre o betume e as partículas de fíler depende de interações físico-químicas, não se podendo ter como base apenas o estudo de propriedades físicas dos materiais para aferição do comportamento dos mastiques betuminosos.

Verificou-se ainda que, em Portugal é utilizada uma metodologia de formulação do mástico betuminoso definida na década de oitenta, na Bélgica, sendo que este método foi determinado com recurso a um betume de penetração nominal 60/70, atualmente inexistente no âmbito da Normalização Europeia para betumes. Atualmente, como alternativa designa-se como um betume de penetração

nominal 50/70. Anote-se que o Caderno de Encargos Tipo de Obra da EP (EP, 2009) aconselha esta formulação para os betumes tradicionalmente aplicados a nível nacional. Esta aplicação generalizada da fórmula mostra não ser a mais correta dado os resultados alcançados neste trabalho e apresentados em 3.5.

Para além da aplicação generalizada da expressão proposta, refere-se que esta provém de estudos antigos suportados apenas em considerações sobre o índice de vazios de *Rigden*. Porém ao observar os resultados obtidos neste estudo experimental e avaliando as análises de resultados efetuadas é possível verificar que apenas a determinação desta propriedade do fíler não é suficiente para avaliar o comportamento do mastique betuminoso. Existe assim a necessidade de se proceder a estudos experimentais com o intuito de serem desenvolvidas novas metodologias de formulação de mastiques betuminosos, como é apresentado no subcapítulo 4.2 deste trabalho.

Em suma, com a realização deste estudo experimental e das conclusões que dele resultaram foi possível esclarecer algumas questões referidas na bibliografia, tendo ainda sido viabilizada a possibilidade de introdução de novos materiais nos mastiques betuminosos, nomeadamente materiais alternativos provenientes da reciclagem de materiais de construção e demolição, contribuindo assim para a diminuição da taxa de resíduos não reutilizados.

Considera-se pois que o presente estudo constitui uma contribuição para o desenvolvimento de novas metodologias de formulação de mastiques betuminosos com a introdução de novos materiais, levando, em última instância à reformulação da expressão atualmente utilizada no Caderno de Encargos Tipo de Obra da EP para a formulação de mastiques betuminosos.

## 4.2. Trabalhos futuros

Após a realização deste trabalho e as principais conclusões alcançadas verifica-se a necessidade do desenvolvimento de uma metodologia de formulação do mastique betuminoso, considerando as propriedades dos seus materiais constituintes mais relevantes (fíler e betume), de forma a melhorar o comportamento das misturas betuminosas, em particular no que respeita à rigidez, flexibilidade, resistência à fadiga e às deformações permanentes, trabalhabilidade e durabilidade.

Para atingir este objetivo é fundamental estudar/compreender/avaliar os seguintes pontos:

- Interação físico-química entre os diferentes fíleres e betumes, puros e modificados; fenómeno de adsorção/absorção dos grupos funcionais do betume na superfície das partículas de fíler; interação das partículas de fíler com a estrutura de modificação do betume com diferentes aditivos;
- Comportamento reológico e mecânico do mastique e da respetiva mistura betuminosa, para diferentes combinações de fíler e betume;
- Resistência ao envelhecimento do mastique e da mistura betuminosa, quando sujeitos a diferentes condições ambientais;
- Capacidade autorregeneradora do mastique e da mistura betuminosa;

- Utilização de fíleres de origem não tradicional como os resíduos de materiais diversos (pó de tijolo, resíduos de demolição e construção, etc.).

Na definição das novas metodologias deverão ser propostos indicadores de propriedades índice ou características do fíler e do betume a adotar na metodologia de formulação do mástico para atingir um nível definido de desempenho da mistura betuminosa.

Para além disso aconselha-se também a realização do aprofundamento da análise química dos fíleres, com objetivo de revisão da norma NP EN 196-2, passando a utilizar-se um processo alternativo que induz a menores erros de determinação. Passando-se a utilizar a análise química por Espectrometria de Emissão Atômica por Plasma Acooplado Induzido.

Considera-se também importante a avaliação do teor em carbonato de cálcio presente nos fíleres utilizados para a formulação de mastiques betuminosos, visto que se trata de uma das características, enunciadas pela norma, a avaliar. (IPQ, 2004)

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

## Bibliografia

**Airey, G. e Rahimzadeh, B. 2004.** *Combined bituminous binder and mixture linear rheological properties.* Construction and Building Materials. Vol. 18, pp. 535-548.

**B. N. Minerals. 2010.** Hydrated Lime Powder. *B. N. Minerals.* Consulta efectuada Junho 2013: <http://www.bnminerals.com/hydrated-lime-powder.htm>.

**Bardini, V., Klinsky, L. e Junior., J. 2009.** *A importância do fíler para o bom desempenho de misturas asfálticas.* São Carlos : MINERVA.

**Bernucci, L., et al.** Programa Asfalto na Universidade. *Programa Asfalto na Universidade.* Consulta efetuada em Julho de 2013: <http://www.ufrgs.br/petengcivil/Arquivos/Materiais/aula06-modificada-asfaltos.pdf>.

**Branco, F. 1996.** *A importância do ensaio de adsorção de azul de metileno no controlo da qualidade dos agregados.* II Jornadas da Indústria Mineral Portuguesa, Lisboa.

**Branco, F., Pereira, P. e Santos, L. P. 2006.** *Pavimentos Rodovários.* Coimbra : Edições Almedina.

**Buttler, W. G., et al. 1999.** *Understanding asphalt mastic behavior through micromechanics.* Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board. Vol. 1681, pp.157-169.

**Chen, M., et al. 2010.** *Utilization of recycled brick powder as alternative filler in asphalt mixture.* Construction and Building Materials. Vol. 25, pp. 1532-1536.

**Chen, M., Lin, J. e Wu, S. 2011.** *Potential of recycled fine aggregates powder as filler in asphalt mixture.* Construction and Building Materials. Vol. 25, pp. 3909-3914.

**Craus, J., Ishai, I. e Sides, A. 1978.** *Some Physico-Chemical Aspects of the Effect and the Role of the Filler in Bituminous Paving Mixtures.* Journal of the Association of Asphalt Paving Technologists. 1978. Vol. CD Rom. Vol.47.

**CRR. 1997.** *Code de bonne pratique pour la formulation des enrobés bitumineux, CRR Recommandation R69/97.* Bruxelas : Centre de Recherches Routières.

**CRR. 1987.** *Code de bonne pratique pour la formulation des enrobés denses, Recommandation R67/1987.* Bruxelas : Centre de Recherches Routières.

**Csanyi, L. H. 1962.** *Functions of Fillers in Bituminous Mixes.* Board Bulletin 329: Highway Research, pp. 1-5.

**Curtis, C. W., Ensley, E. K. e Epps, J. 1993.** *Fundamental Properties of Asphalt-Aggregate Interactions Including Adhesion and Adsorption.* SHRP-A-341. National Research Council. Strategic Highway Research Program. Washington D.C. : National Research Council.

**Desai, C. 2000.** *Mechanics of Materials and Interfaces.* New York : CRC Press.

**Dukatz, E. e Anderson, D. 1980.** *The effect of various fillers on mechanical behavior of asphalt and asphaltic concrete.* Association of Asphalt Paving Technologists Proceedings. Vol. 49, pp.530-549.

**EP. 2009.** *Caderno de Encargos Tipo Obras (CETO)*. Estradas de Portugal, Almada.

**Faheem, A. F. 2009.** *Modeling of Asphalt Mastic in Terms of Filler-Bitumen Interaction, A Dissertation Submitted in Partial Fulfillment of the Requirement for the Degree of Doctor of Philosophy (Civil and Environmental Engineering)*. Madison.

**Francken, L. e Moraux, C. 1985.** *Influence des fillers sur la consistance des mastics bitumineux*. IFSTTAR, Serial Bituminfo. 1985, Vol. 49, pp.7-18.

**Frankel, N. e Acrivos, A. 1967.** *On the viscosity of a concentrated suspension of solid spheres*. Chemical Engineering Science. Vol. 22, pp. 847-853.

**Freire, A. 2013.** Seminário - Aplicação sustentável de Resíduos de Construção e Demolição (RCD) em infra-estruturas rodoviárias. *Apresentação do Projeto SUPREMA*. LNEC, Lisboa.

**Gietz, R. e Lamb, D. 1968.** *Effects of Filler Composition on Binder Viscosity and Mix Stability*. Wyoming : College of Engineering, University of Wyoming.

**Gonçalves, A. 2013.** Seminário - Aplicação sustentável de Resíduos de Construção e Demolição (RCD) em infra-estruturas rodoviárias. *A importância da valorização dos RCD em Portugal para a indústria da construção*.LNEC, Lisboa.

**Hesami, E., et al. 2012.** *An empirical framework for determining asphalt mastic viscosity as function of mineral concentration*. Construction and Building Materials. Vol. 35, pp. 23-29.

**Heukelom, W. e Wijga, PWO. 1971.** *Viscosity of dispersions as governed by concentration and rate of shear*. Association of Asphalt Technologists.

**HORIBA JOBIN YVON.** Presentation *ICP THEORY* : HORIBA.

**JAE. 1995.** *Manual de Concepção de Pavimentos para a Rede Rodoviária Nacional*. Almada : Junta Autónoma de Estradas.

**Jarvis, I. e Jarvis, K. 1992.** *Inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry in exploration geochemistry*. Journal of Geochemical Exploration. Vol. 44, pp. 139-200.

**Kandhal, P. e Parker, F. 1998.** *Aggregate Tests Related to Asphalt Concrete Performance in Pavements*. NCHRP Report. Vol. 405, pp. 1-90.

**Kandhal, P. 1980.** *Evaluation of baghouse fines in bituminous paving mixtures*. Harrisburg USA : Pennsylvania Department of Transportation.

**Lesueur, D. 2009.** *The colloidal structure of bitumen: consequences on the rheology and on the mechanisms of bitumen modification*. Advances in Colloid and Interface Science. Vol. 145, pp. 42-82.

**Little, D. e Petersen, J. 2005.** *Unique Effects of Hydrated Lime Filler on the Performance-Related Properties of Asphalt Cements: Physical and Chemical Interactions Revisited*. Journal of Materials in Civil Engineering. Vol. 17, pp. 207-218.

**Liu, Q., Wu, S. e Schlangen, E. 2013.** *Induction heating of asphalt mastic for crack control*. Construction and Building Materials Vol.41, pp. 345-351.

- Livesey, P. 2003.** Hydraulicity Building Conservation. *Buiding Conservation*. Consulta efetuda em Maio 2013: <http://www.buildingconservation.com/articles/hydraulicity/hydraulicity.htm>.
- Mooney, M. 1951.** *The viscosity of a concentrated suspension of spherical particles*. Journal of Colloid Science. Vol. 6, pp. 162-170.
- Nijboer, L. 1948.** *Plasticity as a factor in the design of dense bituminous road carpets*. Amsterdam : ELSEVIER PUBLISHING COMPANY, INC..
- Pais, J., et al. 2008.** O comportamento de misturas betuminosas com betume modificado com borracha. Edições INEGI.
- Pereira, E. 1995.** *Análise granulométrica de cimentos por difracção de luz laser*. Lisboa : LNEC.
- Pereira, O. (a) 1971.** *Pavimentos Rodoviários I ICT CE 139*. Lisboa : LNEC.
- Pereira, O. (b) 1971.** *Pavimentos Rodoviários III ICT CE 139*. Lisboa : LNEC.
- Pereira, P. e Miranda, C. 1999.** *Gestão da Conservação dos Pavimentos Rodoviários*. Braga : Universidade do Minho.
- Ping, L., Chenguang, K. e Zhengqi, Z. 2009.** *Influence of filler on asphalt mortar's viscosity*. International conference on Measuring technology and mechatronics automation.
- Pinilla, A. 1965.** *O Sistema Filler-Betume Algumas Considerações Sobre Sua Importância Nas Misturas Densas*. Porto Alegre : Instituto de Pesquisas Rodoviárias.
- Puzinauskas, V. 1969.** *Filler in Asphalt Mixtures*. USA : The Asphalt Institute Research Report.
- Quaresma, L. 2001.** *Filer granítico em misturas betuminosas - Relatório 62/02*. Lisboa : LNEC.
- Quaresma, L. 2011.** *Apontamentos disciplina de Transportes: Materiais de Pavimentação*. Monte da Caparica.
- Recasens, R., et al. 2005.** *Effect of Filler on the Aging Potential of Asphalt Mixtures*. Journal of the Transportation Research Board. Vol. 1901, pp. 10-17.
- REQUIMTE . 2013.** Processo ICP-AES.
- Ribeiro, C. 2006.** *Estabelecimento de uma rotina laboratorial para análise química de sedimentos e sua aplicação a sedimentos continentais do Minho (NW Portugal): contribuição para a reconstituição paleoambiental da região - Dissertação de Mestrado*, Universidade do Minho. Braga.
- Roscoe, R. 1952.** The viscosity of suspensions of rigid spheres. *British Journal of Applied Physics*. Vol. 3, pp. 267-269.
- RRL. 1962.** *Bituminous Materials in Road Construction*. Londres : Her Majesty's Stationary Office.
- Rutgers, I. R. 1962.** *Relative viscosity and concentration*. Rheologica Acta. Vol. 2, pp. 305-348.
- Santamaria-Holek, I. e Mendoza, C. 2010.** *The reology of concentrated suspensions of arbitraly-shaped particles*. Journal of Colloid and Interface Science. Vol. 346, pp. 118-126.

**Santana, H. 1995.** *Considerações sobre os nebulosos conceitos e definições de filler em misturas asfálticas.* Reunião Anual de Pavimentação. Cuiabá : Associação Brasileira de Pavimentação, 29.

**Schlangen, E. e Sangadji, S. 2013.** *Addressing Infrastructure Durability and Sustainability by Self Healing Mechanisms - Recent Advances in Self Healing Concrete Asphalt.* Procedia Engineering. Vol. 54, pp. 39-57.

**Scholz, T. 1995.** *Durability of Bituminous Paving Mixtures.* Nottingham : Thesis submitted to the University of Nottingham for the degree of Doctor of Philosophy.

**Silica Fume Association. 2012.** WIKIPEDIA The Free Encyclopedia. *WIKIPEDIA The Free Encyclopedia.* Consultado em Junho de 2013 [http://en.wikipedia.org/wiki/File:Comparison\\_of\\_Chemical\\_and\\_Physical\\_Characteristics\\_Portland\\_Cement\\_-\\_Fly\\_Ash,\\_Slag\\_Cement,\\_and\\_Silica\\_Fume.jpg](http://en.wikipedia.org/wiki/File:Comparison_of_Chemical_and_Physical_Characteristics_Portland_Cement_-_Fly_Ash,_Slag_Cement,_and_Silica_Fume.jpg).

**Silva, H. 2006.** *Caracterização do mástico betuminoso e da ligação agregado-mástico: contribuição para o estudo do comportamento das misturas betuminosas - Tese de Doutorado,* Universidade do Minho. Braga.

**Simha, R. 1952.** *A treatment of the viscosity of concentrated suspensions.* Journal of Applied Physics. Vol. 23, pp. 1020-1024.

**Thomas, D. G. 1965.** *Transport characteristics of suspension: VIII. A note on the viscosity of Newtonian suspensions of uniform spherical particles.* Journal of Colloid Science. Vol. 20, pp. 267-277.

**Trindade, E. 2012.** Quimicando. *Quimicando.* Consultado em Março 2013: <http://quimicandovzp.blogspot.pt/2012/09/espectrometria-de-emissao-atmica-por.html>.

**Velho, J., Gomes, C. e Romariz, C. 1998.** *Minerais Industriais.* Coimbra : Gráfica de Coimbra.

**Woods, K. 1960.** *Highway Engineering Handbook.* New York : McGraw Hill Book Company.

**Wu, J. e Airey, G. 2011.** *The Influence of Mineral Fillers on Mastic Aging Properties.* ICCTP, pp. 3450-3461.

**Yamashita, H. e Sakata, K. 1975.** *Stripping of Asphaltic Concrete Mixtures as Related to the Properties of Filler/Asphalt Combinations.* Proceedings, 12th Japan Road Congress.

**Yi-qiu, T., et al. 2010.** *Research oh High- and Low-Temperature Properties of asphalt-Mineral Filler Mastic.* Journal of Materials in Civil Engineering. Vol. 22, pp. 811-819.

**Zeng, M. e Wu, C. 2008.** *Effects of type and content of mineral filler on viscosity of asphalt mastic and mixing and compaction temperatures of asphalt mixture.* Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board. Vol.2051, pp. 31-40.

**Documentos normativos**

**AFNOR. 1991.** *NF P 98-256-1:1991 Essais sur constituants de mélanges hydrocarbonés - Partie 1: Détermination du pouvoir absorbant des fines.* Paris.

**CEN. 2009.** *EN 933-10:2009 - Test for geometrical properties of aggregates - Part 10: Assessment of fines - Grading of filler aggregates (air jet sieving).* Brussels.

**CEN. 2012.** *EN 933-8:2012 - Tests for geometrical properties of aggregates - Part 8: Assessment of fines - Sand equivalent test.* Brussels.

**CEN. 2010.** *FprEN 12846-2:2010 - Bitumen and bituminous binders - Determination of the efflux time by the efflux viscometer - Part 2: Cut-back and fluxed bituminous binders.* Brussels.

**CEN. 2003.** *prEN 1744-4:2003 - Tests for chemical properties of aggregates - Part 4: Determination of water susceptibility of fillers for bituminous mixtures.* Brussels.

**IPQ (a). 2012.** *NP EN 1097-4:2012 - Ensaio das propriedades mecânicas e físicas dos agregados - Parte 4: Determinação dos vazios do filer seco compactado.* Caparica.

**IPQ (a). 2011.** *NP EN 1097-5:2011 - Ensaio das propriedades mecânicas e físicas dos agregados - Parte 5: Determinação do teor de água por secagem em estufa ventilada.* Caparica.

**IPQ (b). 2012.** *NP EN 1097-7:2012 - Ensaio das propriedades mecânicas e físicas dos agregados - Parte 7: Determinação da massa volúmica do filer - Método do picnómetro.* Caparica.

**IPQ (b). 2011.** *NP EN 12591:2011 - Betumes e ligantes betuminosos - Especificações para betumes de pavimentação.* Caparica.

**IPQ. 2009.** *NP EN 12594:2009 - Betumes e ligantes betuminosos - Preparação de amostras de ensaio.* Caparica.

**IPQ. 2004.** *NP EN 13043:2004 - Agregados para misturas betuminosas e tratamentos superficiais para estradas, aeroportos e outras áreas de circulação.* Caparica.

**IPQ (a). 2010.** *NP EN 13043:2004/AC 2010 - Agregados para misturas betuminosas e tratamentos superficiais para estradas, aeroportos e outras áreas de circulação.* Caparica.

**IPQ (b). 2010.** *NP EN 13179-1:2010 - Ensaio de fileres utilizados em misturas betuminosas - Parte 1: Variação da temperatura de amolecimento de anel e bola.* Caparica.

**IPQ (c). 2010.** *NP EN 13179-2:2010 - Ensaio de fileres utilizados em misturas betuminosas - Parte 2: Viscosidade aparente (Número de betume).* Caparica.

**IPQ (d). 2010.** *NP EN 1427:2010 - Betumes e ligantes betuminosos - Determinação da temperatura de amolecimento - Método do Anel e Bola.* Caparica.

**IPQ. 2006.** *NP EN 196-2:2006 - Métodos de ensaio de cimentos - Parte 2: Análise química de cimentos.* Caparica.

**IPQ (e). 2010.** *NP EN 196-6:2010 - Métodos de ensaios de cimentos - Parte 6: Determinação da finura.* Caparica.

**IPQ. 2008.** *NP EN 196-7:2008 - Métodos de ensaio de cimentos - Parte 7: Métodos de colheita e de preparação de amostras de cimento.* Caparica.

**IPQ (a). 2002.** *NP EN 932-1:2002 - Ensaio das propriedades gerais dos agregados - Parte 1: Métodos de amostragem.* Caparica.

**IPQ (b). 2002.** *NP EN 932-2:2002 - Ensaio das propriedades gerais dos agregados - Parte 2: Métodos de redução de amostras laboratoriais.* Caparica.

**IPQ (c). 2011.** *NP EN 933-9:2011 - Ensaio das propriedades geométricas dos agregados - Parte 9: Avaliação dos finos - Ensaio do azul de metileno.* Caparica.

**LNEC. 1979.** *E 64-179: Cimentos - Determinação da Massa Volúmica.* Lisboa, LNEC.

**LNEC. 1997.** *E 80 - Betumes e Ligantes Betuminosos: Betumes de Pavimentação (classificação, propriedades e exigências de conformidade).* Lisboa, LNEC.

**LNEC. 1962.** *Vocabulário de Estradas e Aeródromos, Especificação E1-1962.* Lisboa, LNEC.

## ANEXOS

Nos pontos seguintes apresenta-se de uma forma sumária a metodologia de ensaio para a realização dos ensaios realizados e apresentados no presente estudo. Refira-se que a leitura destas metodologias não se sobrepõe à leitura das respetivas normas de ensaios aplicáveis para a realização dos ensaios.

Para além das metodologias de ensaio são ainda apresentados alguns resultados obtidos pela observação ao SEM das amostras de fíleres, sendo também apresentadas algumas análises por difração de Raio x.

### **a) Análise química dos fíleres, adaptação da norma NP EN 196-2 “Análise química dos cimentos”**

#### **Objetivo**

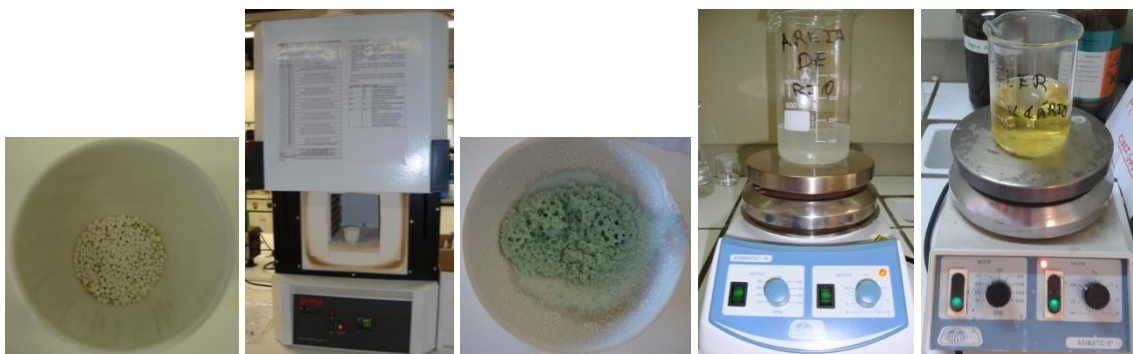
A realização destes ensaios prende-se com a importância de se saber quais as propriedades e composição química dos materiais em estudo, devido a estes materiais ao serem conjugados com o betume, para além da sua relação física, existe uma interação química entre os mesmos. Esta interação pode levar a que os mastiques formados por os mesmos reproduzam comportamentos diferentes do esperado, podendo manifestar características que podem ser prejudiciais para as misturas betuminosas que são aplicadas em pavimentos. A utilização desta norma fixa os métodos utilizados para a realização da análise química dos materiais.

#### **Procedimento**

- 1) Começa-se por fazer uma desagregação pelo peróxido de sódio, onde se faz uma pesagem de 1g do material a analisar, ao qual se adiciona 2 g de peróxido de sódio misturando e em seguida coloca-se mais 1g de peróxido de sódio sobre a mistura (Figura\_a 1);
- 2) Introduce-se o cadinho numa mufla a cerca de 500°C durante 30 min (Figura\_a 1);
- 3) Retira-se o cadinho da mufla, deixando arrefecer até à temperatura ambiente e verifica-se se a massa formada aderiu às paredes, caso sim começa-se do primeiro ponto, baixando a temperatura da mufla 10°C (Figura\_a 1);
- 4) Retira-se a massa do cadinho transferindo-a para um copo, lavando o cadinho com água;
- 5) Coloca-se o copo sobre uma placa de aquecimento, colocando-a em agitação e com o aquecimento ligado até à dissolução da massa. Quando esta ocorre junta-se 50mL ácido clorídrico concentrado;
- 6) Se a solução obtida estiver límpida continua-se o processo e adiciona-se 1 mL de ácido sulfúrico diluído a 50%, caso contrário inicia-se novamente o processo a partir

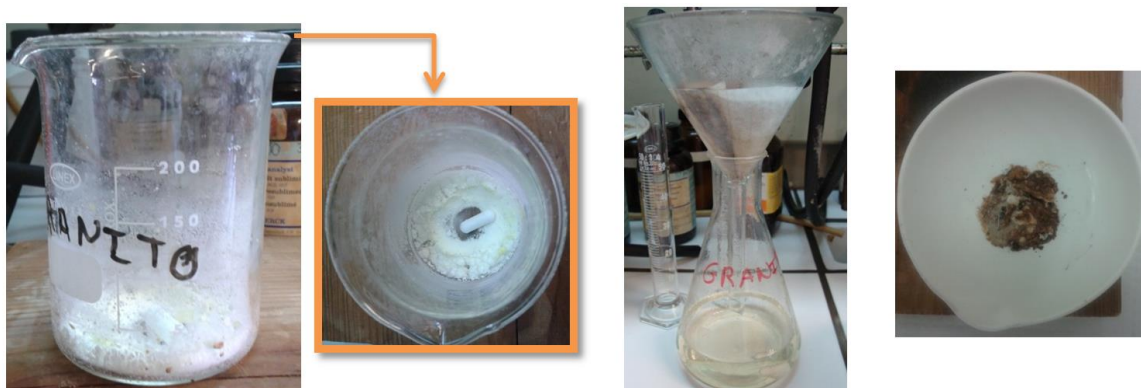
do primeiro ponto aumentando a temperatura da mufla em 10°C ou duplicando o tempo na mufla(Figura\_a 1);

- 7) Leva-se a solução à ebulição e deixa-se durante 30 min (Figura\_a 1);



Figura\_a 1 – À esquerda apresenta-se a amostra recoberta com peróxido de sódio, à esquerda centro tem-se a amostra à entrada da mufla, ao centro tem-se o aspeto da amostra após estar na mufla, à direita centro tem-se o aspeto da solução após lavagem com 150mL de água e dissolução do sólido e à direita tem se o aspeto final da amostra após fervura durante 30 min

- 8) Com a solução obtida anteriormente determina-se a sílica impura através do método da dupla insolubilização;
- 9) Evapora-se a solução até a secura. Humedece-se em seguida com ácido clorídrico, deixando-a durante 1h a 105°C (Figura\_a 2);
- 10) Deixa-se arrefecer até à temperatura ambiente. Adiciona-se 10mL de ácido clorídrico concentrado, 50mL de água e leva-se à ebulição (Figura\_a 2);
- 11) Filtra-se a quente para um balão graduado de 500mL e lava-se o filtro e o copo com água guardando a água das lavagens no mesmo balão (Figura\_a 2);
- 12) Repete-se o processo desde o ponto 9 até ao desaparecimento dos iões  $\text{Cl}^-$ , que pode ser verificado pelo ensaio do nitrato de prata;
- 13) Após se obter um ensaio do nitrato de prata negativo calcina-se o filtro e o precipitado numa mufla a 1175°C (Figura\_a 2);



Figura\_a 2 – À esquerda e esquerda centro apresenta-se o aspeto da amostra após a solução ser levada à secura, à direita centro apresenta-se o aspeto das filtrações a quente e à direita pode-se observar a amostra após ser calcinada para determinação de  $m_{18}$

Após a determinação das massas necessárias é possível determinar o teor em sílica impura através da seguinte equação:

$$\text{SiO}_{2\text{impura}} = \frac{m_{18}}{m_{17}} \times 100 \quad (1)$$

Sendo:

- $m_{17}$  a massa de material utilizada na desagregação pelo peróxido de sódio em gramas [g];
- $m_{18}$  a massa determinada após a calcinação do filtro e do precipitado em gramas [g].

- 14) Depois de determinado o teor em sílica impura é possível determinar o teor em sílica pura, atacando o material obtido por calcinação com ácido fluorídrico concentrado a 48%;
- 15) Humedece-se o resíduo obtido por calcinação com 1mL de água, adiciona-se em seguida 10mL de ácido fluorídrico concentrado e 2 gotas de ácido sulfúrico.
- 16) Coloca-se o recipiente sobre uma placa de aquecimento e deixa-se evaporar até à secura;
- 17) Transfere-se o material obtido para um cadinho e calcina-se a 1175°C durante 10 min;
- 18) Deixa-se agora arrefecer e faz-se a pesagem do material obtido;

Para determinar o teor em sílica pura utiliza-se a seguinte equação:

$$\text{SiO}_{2\text{pura}} = \frac{m_{18} - m_{22}}{m_{17}} \times 100 \quad (2)$$

Sendo:

- $m_{22}$  a massa do resíduo obtido após calcinação de 10 min, em gramas [g].

- 19) Faz-se agora uma desagregação do resíduo obtido no ponto 18;
- 20) Adiciona-se 2g de uma mistura de carbonato de sódio e cloreto de sódio ao material obtido e funde-se por meio de um bico de gás até ao vermelho claro;
- 21) Deixa-se arrefecer o material, adiciona-se 100mL e alguns mL de ácido clorídrico;
- 22) Verifica-se se a solução está límpida, caso esteja passa-se para o ponto 23, caso contrário filtra-se a solução e calcina-se novamente o filtro a 1175°C e repete-se o processo a partir do ponto 19;
- 23) Coloca-se a solução no balão graduado de 500mL referido no ponto 11 e enche-se o balão até ao traço com água destilada;
- 24) Para determinar o teor em óxido de cálcio, recolhe-se para um copo que se adapte ao aparelho de medir absorvâncias 50 mL da solução obtida no ponto 23, adicionando água para permitir a utilização do aparelho (Figura\_a 3 - À esquerda apresenta-se o fotómetro utilizado para determinação da titulação e na imagem à direita pode-se

observar o aspeto de uma solução já titulada (copo da esquerda) e uma solução por titular (copo da direita)

25) );

26) Adiciona-se 50mL de solução de trietanolamina 1+4;

27) Ajusta-se o pH a 12,5 com solução de hidróxido de sódio e adiciona-se 0,1mg de indicador de murexida;

28) Coloca-se o copo no fotómetro e titula-se a solução com recurso à solução de EDTA a 0,03mol/L, determinando-se o volume  $V_{15}$ (Figura\_a 3).



**Figura a 3 - À esquerda apresenta-se o fotómetro utilizado para determinação da titulação e na imagem à direita pode-se observar o aspeto de uma solução já titulada (copo da esquerda) e uma solução por titular (copo da direita)**

Determina-se o teor em CaO, através da equação:

$$\text{CaO} = \frac{0,03 \times 56,08 \times 500 \times V_{15} \times f_D}{1000 \times 50 \times m_{17}} \times 100 \quad (3)$$

Sendo:

-  $V_{15}$  o volume de solução de EDTA aproximadamente 0,03mol/L utilizado para a titulação em mililitros [mL];

-  $f_D$  o fator da solução de EDTA aproximadamente 0,03mol/L.

### **b) Análise química dos filleres por Espectrometria de Emissão Atómica por Plasma Acoplado Induzido “Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry (ICP-AES)”**

Este método tem por base o fenómeno de excitação de átomos ou iões livres no estado gasoso e a consequente emissão de radiação eletromagnética gerada pelo retorno das espécies excitadas ao seu estado fundamental, de mais baixa energia. Assim esta técnica permite uma análise simultânea de vários elementos dando assim uma perspetiva qualitativa e quantitativa das amostras em estudo.



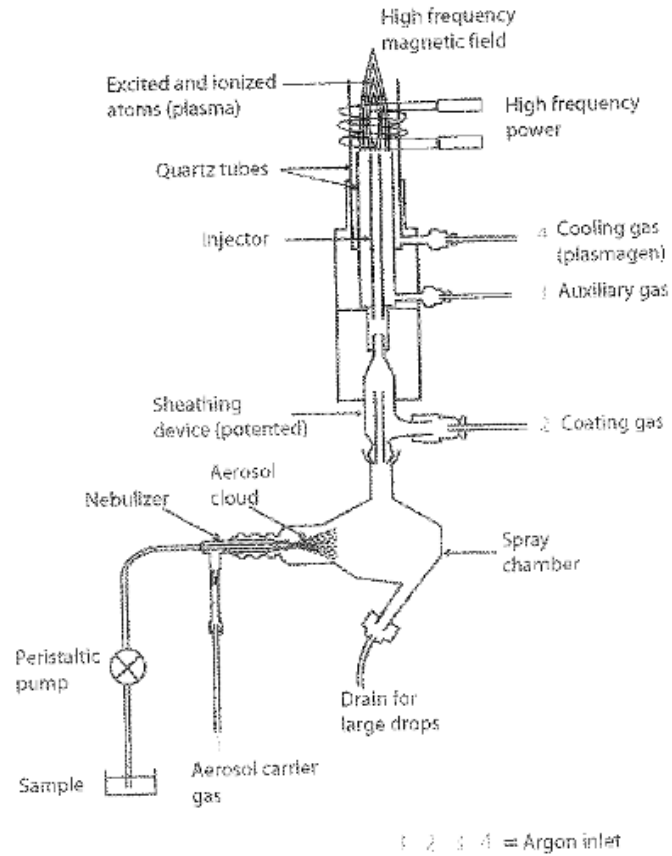
Como já foi referido anteriormente o plasma é a fonte de energia que assegura a passagem das amostras líquidas ao estado de vapor atómico. Este é definido como um volume luminoso de um gás raro normalmente ionizado (Jarvis, *et al.*, 1992), neste caso o árgon, o que lhe confere propriedade de condutor de corrente elétrica. Sendo esta assegurada pelos iões positivos de árgon e pelos eletrões libertados no decorrer da ionização. O plasma é uma fonte de calor que pode atingir temperaturas de 10000 K.

Devido à ocorrência destas temperaturas é necessário que as reações sejam dadas sobre uma tocha de quartzo, no entanto é indispensável que o plasma formado não entre em contacto com qualquer material por isso é necessário que sejam formados fluxos de árgon secundários para que seja possível assim limitar o espaço de permanência do plasma. Assim é necessário que se tenha dois fluxos de árgon, o fluxo de gás principal (*coolant*) e o fluxo de gás auxiliar (*auxiliary*). O primeiro tem um caudal de 20L/min e flui na parte exterior da tocha, fornecendo a maioria do árgon que forma o plasma e fazendo também com que este não toque nas paredes da tocha, evitando assim que esta derreta. No topo da tocha existe uma espiral de cobre na qual é aplicada uma radiofrequência na ordem de 27 ou 40 MHz, a qual produz um campo eletromagnético no interior da espiral. O que provoca a ignição deste fluxo de gás, que por sua vez irá formar o plasma é um fio metálico que se encontra em contacto com a tocha.

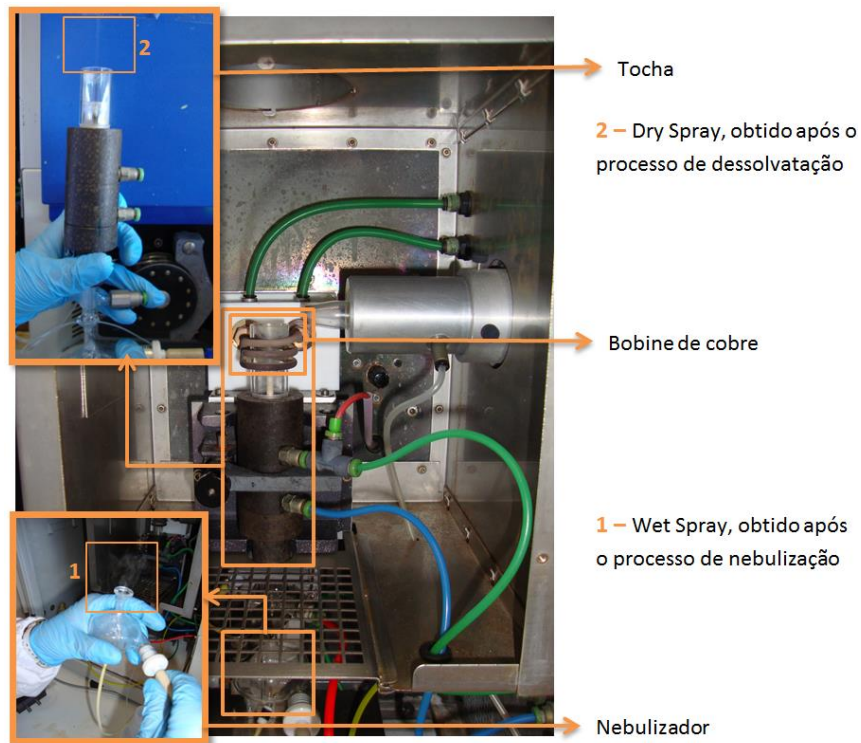
A quando da ignição do plasma são gerados eletrões que são acelerados, devido ao campo magnético gerado na bobine de cobre, colidindo com os átomos de árgon que continuamente atravessam a tocha na direção do plasma, produzindo assim iões de  $Ar^+$  e eletrões livres. Estas colisões provocam um aumento do número de átomos de árgon ionizados, o que resulta na formação de plasma, que se mantém continuamente até ao corte do campo magnético. Este campo magnético contribui também para que não ocorra o contacto entre o plasma e as paredes da tocha (Figura\_a 6).

O segundo tem um fluxo de normalmente 0,75L/min e flui no tubo intermédio, controlando a posição do plasma na parte frontal da tocha.

Ainda na tocha tem se um outro tubo por onde circula o fluxo de gás nebulizador (*nebulizer*), este tem um caudal de variável, no entanto normalmente mantém-se a 1L/min. Este passa através do nebulizador, câmara de nebulização e tubo de injeção da amostra, que se encontra no centro da tocha, conduzindo assim o aerossol para o centro do plasma, local onde esta é vaporizada, atomizada e ionizada (Figura\_a 6).

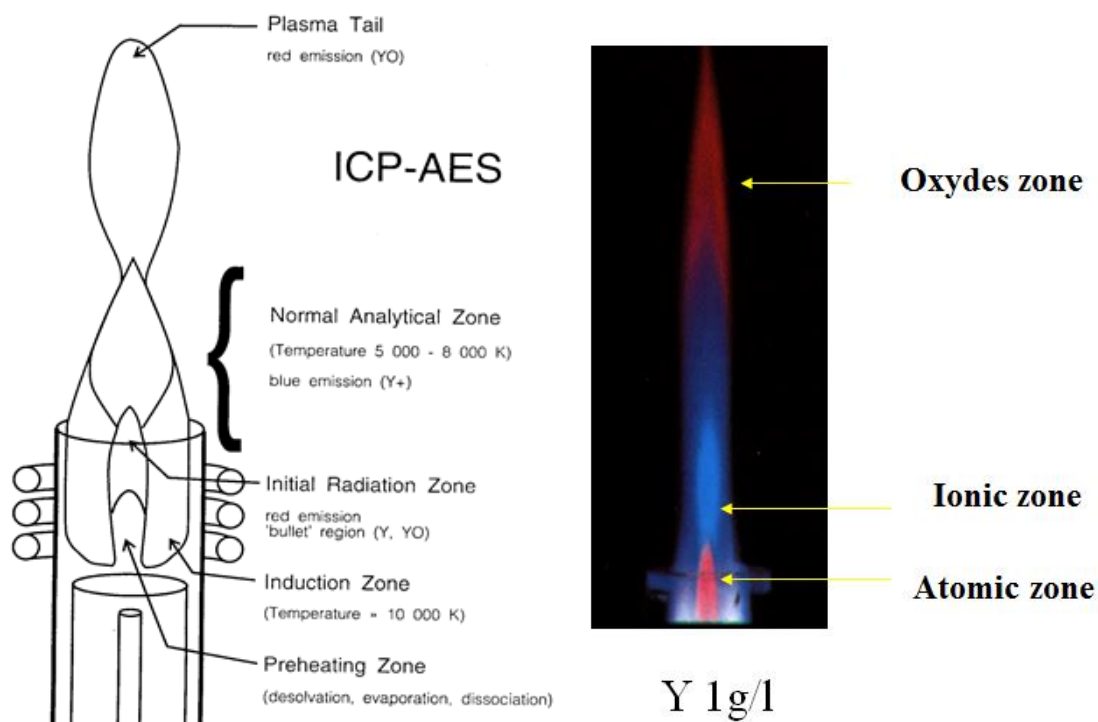


Figura\_a 6 – Esquema da introdução da amostra até ao plasma (REQUIMTE , 2013)



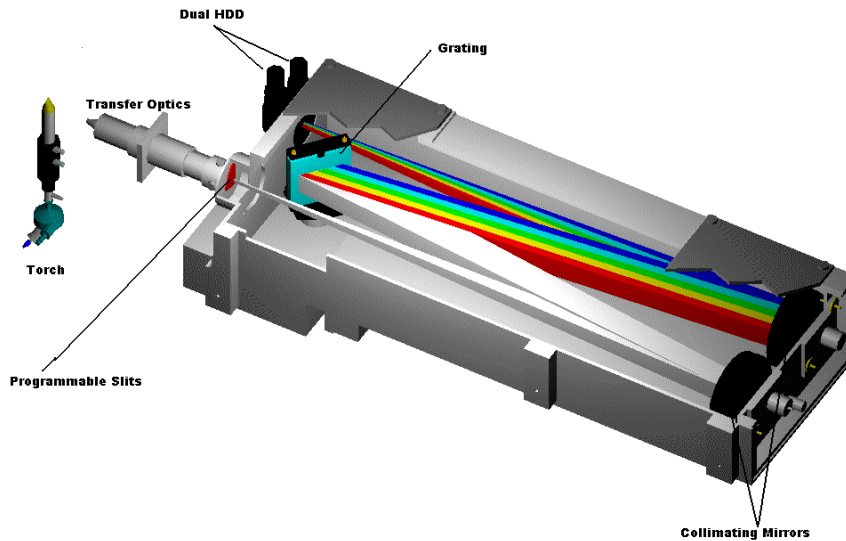
Figura\_a 7 – Esquema da composição da tocha e do processo de introdução da amostra para o plasma

O plasma pode ser dividido em três zonas diferentes de temperatura. Uma designada por “bola de fogo” é a zona mais quente e encontra-se a uma temperatura da ordem dos 10000 K, local onde é introduzida a amostra. a segunda designada por “região secundária”, localiza-se acima da anterior. A terceira é designada por cauda e encontra-se a uma temperatura na ordem de 6200 a 6500 K. É nesta zona em que se consegue realizar as leituras das emissões devido a esta ter uma emissão de fundo mais reduzida (Ribeiro, 2006). As zonas atrás referidas podem ser observadas na Figura\_a 8.

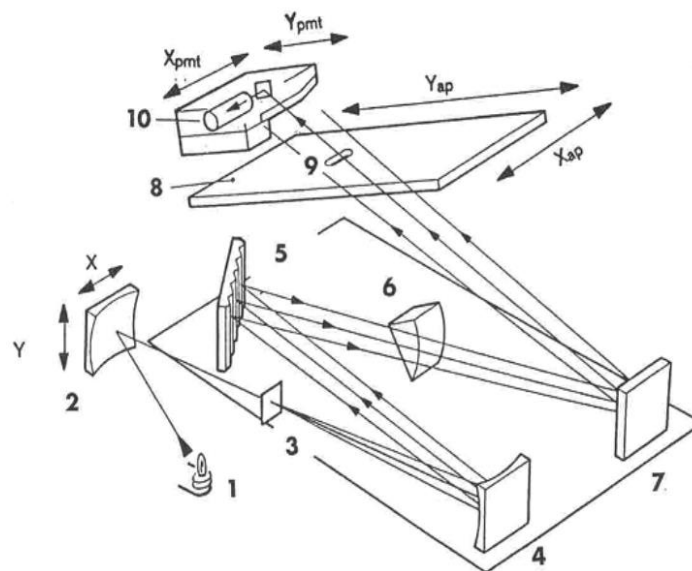


**Figura\_a 8 – À esquerda apresenta-se um esquema das zonas do plasma e à direita uma imagem ilustrativa do aspeto da formação do plasma e das suas zonas**

O feixe de radiação que é emitido é depois separado nos comprimentos de onda que o constituem, através de monocromadores. Estes equipamentos fazem a dispersão e resolução, tornando possível uma seleção de riscas com um comprimento de onda correspondente a cada um dos elementos, podendo assim posteriormente determinar as quantidades de material em miligramas por cada litro de amostra. Após ser selecionada a radiação luminosa esta é convertida em corrente elétrica através de fotomultiplicadores (PMT), para este sinal ser posteriormente tratado por um computador de modo a poder fazer a determinação da concentração do composto a ser analisado.



Figura\_a 9 – Esquema de funcionamento de um monocromador, (HORIBA JOBIN YVON)



Sistema óptico: (1) fonte, (2) espelho, (3) fenda de entrada, (4) espelho colimador, (5) rede de difração, (6) prisma/lente, (7) espelho plano, (8) chapa de abertura, (9) fenda de saída, (10) detector PMT. Adaptado de Philips Scientific (1990).

Figura\_a 10 – Esquema resumido do processo da análise por ICP-AES desde o plasma até à receção de dados pelo PMT (Ribeiro, 2006)

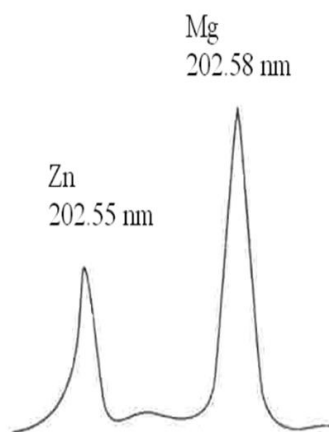
Este processo pode ter algumas interferências nos resultados, algumas dessas interferências podem ser espectrais, devido a iões livres de árgon se recombinarem com eletrões livres que existem no plasma. Outra causa pode ser o alargamento das riscas espectrais devido a que algumas espécies de componentes possam apresentar concentrações muito elevadas.

Outro tipo de interferência que pode ocorrer são as interferências de matriz, podendo estas ser físicas, químicas ou de ionização. As físicas podem dever-se ao tamanho da gota que é injetada no

plasma, o que pode causar perturbações nas leituras. Este problema pode dever-se à viscosidade, tensão superficial ou tensão do vapor aplicado ou mesmo da presença de compostos orgânicos. No entanto estas interferências podem ser minimizadas através da preparação de uma solução calibração, ou seja, uma solução idêntica à solução utilizada para a digestão da amostra, nos padrões de concentração e tipo de ácido. A partir desta é traçada uma reta de calibração.

As interferências químicas devem-se devido ao aparecimento de espécies refratárias, no entanto estas são minimizadas devido a atmosfera inerte em que o processo ocorre e devidos às elevadas temperaturas.

A interferência de ionização devem-se principalmente às espécies facilmente ionizáveis.



**Figura\_a 11 – Resultado obtido pelo *software* de tratamento de dados**

Os resultados obtidos na forma de gráficos como os da Figura\_a 11, depois são comparados como uma solução padrão com uma concentração conhecida. Assim é possível depois determinar as quantidades de composto em miligramas por litro de amostra e por sua vez depois determinar os teores desse composto presente na amostra.

Este processo torna-se vantajoso em relação à norma NP EN 196-2, devido a que determina-se de uma maneira fácil e rápida as quantidades de um composto na amostra em estudo, isto devido a que existem linhas espectrais intensas para quase todos os elementos, é possível determinar tanto elementos principais como elementos vestigiais a partir de uma mesma solução de amostra, as interferências são normalmente baixas, apesar de existirem tornam-se pouco consideráveis se se comparar com o erro associado ao processo de determinação pela normas devidos a perdas de material e é um processo de fácil repetibilidade e rápido para determinações multi-elementares. No entanto tem também algumas desvantagens, se ao se fazer a digestão da amostra esta não for a correta para dissolver todos os componentes, quebrando as ligações que existem entre os mesmos, tem o problema das interferências, mas como foi referido pode ser minimizado e para concentrações muito elevadas de determinados compostos, ou no caso de concentrações superiores a 10% de ácido na solução, tem de se realizar diluições para ser possível fazer a determinação correta dos compostos.

### c) Determinação do pH dos fíleres

Para se proceder à determinação do pH dos fíleres foi necessário recorrer a um processo experimental que consiste em realizar uma mistura de água e fíler. A necessidade de recorrer a um processo deste tipo deve-se à inexistência de normalização para a determinação do pH de um material em pó.

Em 1969 Puzinauskas já havia recorrido a um processo deste tipo para proceder à determinação do pH dos fíleres utilizados no seu estudo (Puzinauskas, 1969).

Este método como já foi referido consistiu basicamente em produzir uma pasta juntado fíler e água com uma proporção mássica de 1:1. Esta mistura tem de ser realizada devido a não existir qualquer método ou equipamento que permita realizar uma determinação de pH de materiais sólidos.

#### Método de ensaio

Inicialmente é realizada a pesagem, num copo de vidro, de 30g de fíler obtido segundo a norma NP EN 932-2, sendo neste caso com recurso a um espartelador (Figura\_a 20). Em seguida é feita a pesagem de 30g de água destilada e adiciona-se ao fíler, mexendo progressivamente com recurso a uma espátula para que esta possa infiltrar livremente.

Posteriormente o copo é colocado um magneto no interior do copo com a mistura e posto sobre uma base de agitação durante 15 min.

Ao fim dos 15 min o copo é retirado e é feita a medição do pH com recurso a um medidor de pH calibrado. Na Figura\_a 12 está representado o medidor de pH utilizado nas determinações do mesmo. Esta leitura foi realizada 4 vezes com agitação do misturado entre leituras.



Figura\_a 12 – Medidor de pH utilizado para as determinações do pH dos fíleres

Para registo e valor de referência deve ser realizada a leitura da água utilizada para executar as misturas.

#### **d) Determinação da finura (método de Blaine), segundo a norma NP EN 196-6**

##### **Objetivo**

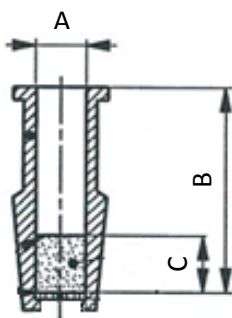
Este método tem como principal objetivo determinar superfície específica por unidade de massa comparando com um cimento padrão. Através deste método é possível avaliar a uniformidade da finura das partículas do material fíler.

A finura do fíler é determinada em termos de superfície específica, avaliando o tempo que leva uma certa quantidade de ar a atravessar uma camada compactada do mesmo material, com dimensões e porosidade especificada. A superfície específica é proporcional a  $\sqrt{t}$ , sendo (t) o tempo de escoamento que a quantidade de ar demora a atravessar a camada de fíler compactado. O número e a distribuição das dimensões dos poros individuais da camada de fíler, são determinadas pela distribuição das dimensões das partículas de cimento, que determinam também o tempo de passagem do ar.

Este método trata-se de um método comparativo, o que leva a que seja necessário uma amostra padrão de uma superfície específica conhecida para a calibração do aparelho.

##### **Método de ensaio**

- 1) Determinação da massa volúmica através da adaptação da Especificação LNEC E 64 “Determinação da massa volúmica do cimento”;
- 2) Determinar a porosidade da camada, devido às amostras não se tratarem de cimento, por um processo iterativo. A massa de material introduzido na célula tem de ser suficiente para criar uma massa de material compactado como se observa na Figura\_a 13;



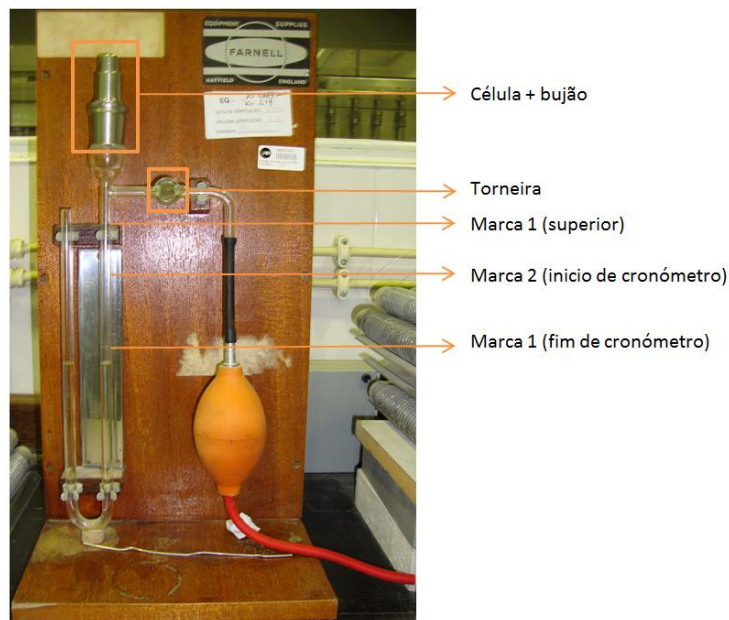
- A – Diâmetro da base da célula ( $12,7 \pm 0,1$ )mm
- B – Distância interior/altura da célula ( $50 \pm 15$ )mm
- C – Altura da camada de fíler ( $15 \pm 1$ )mm

**Figura\_a 13 – Esquema da célula utilizada método de Blaine**

- 3) Colocar a célula com um bujão apropriado na abertura cônica do manómetro, utilizando massa lubrificante para garantir uma junta estanque;

- 4) Abrir a torneira e com uma aspiração apropriada levar o líquido manométrico à marca superior;
- 5) Fechar a torneira e verificar a estabilidade do líquido, caso não ocorra verificar as vedações e repetir o ponto 4;
- 6) Retirar o bужão da célula para o líquido iniciar o escoamento, quando este passa a segunda marca iniciar o cronómetro medindo o tempo que o líquido demora a passar na terceira marca;
- 7) Registrar esse tempo (t) com aproximação de 0,2s e a temperatura de ensaio com aproximação de 1°C (Figura\_a 14 – Equipamento para determinação de superfície específica
- 8) ).

Na Figura\_a 14 apresenta-se o equipamento para a determinação da superfície específica.



Figura\_a 14 – Equipamento para determinação de superfície específica

O valor da superfície específica é possível ser determinada, após a realização do ensaio, através da equação:

$$S = \frac{K}{\rho} \times \frac{\sqrt{e^3}}{(1-e)} \times \frac{\sqrt{t}}{\sqrt{0,1\eta}} \quad (4)$$

Sendo:

- K a constante do aparelho;
- e a porosidade da camada;
- t o tempo medido em segundos (s);
- $\rho$  a massa volúmica do fíler em gramas por centímetro cúbico [ $g/cm^3$ ];

-  $\eta$  a viscosidade do ar à temperatura de ensaio em poises.

#### e) Métodos de redução de amostras laboratoriais, segundo a norma NP EN 932-2

##### Objetivo

O objetivo da realização destas reduções de amostras laboratoriais de agregados a provetes, prende-se com a necessidade de se obter provetes com menor massa do que a amostra para a realização de outros ensaios. A aplicação destes métodos de redução visa obter provetes de menor massa, mas que mesmo assim estes sejam representativos de toda a amostra.

##### Método de ensaio

- 1) Coloca-se a amostra num dos recipientes do divisor (esquartelador (Figura\_a 20)), espalhando o material uniformemente pelo mesmo;
- 2) Despeja-se a amostra pelo lado mais comprido do recipiente sobre a linha central do esquartelador;
- 3) Determina-se a massa de uma das duas subamostras obtidas e verifica-se se está é igual à pretendida, caso seja para-se o processo. Caso contrário procede-se a nova divisão de modo a se obter a massa pretendida.

#### f) Avaliação dos finos – Ensaio do azul-de-metileno, segundo a norma NP EN 933-9

##### Anexo A

##### Objetivo

Este ensaio descreve o método de referência para determinação do valor do azul-de-metileno da fração 0/0,125mm ( $MB_F$ ). Este valor é determinado pela presença de corante livre no teste da mancha num papel de filtro, assim determina-se o valor de corante adsorvido por quilograma da fração granulométrica ensaiada.

##### Método de ensaio

- 1) Reduz-se uma subamostra de acordo com a norma NP EN 932-2 até se obter 30g da fração 0/0,125mm;
- 2) Peneirar o material num peneiro de abertura de malha 2mm e guardar todas as partículas passadas. Das partículas passadas deve-se obter um provete com uma massa superior a  $(30 \times (1 + w/100))$ , sendo w o teor em água;
- 3) Determina-se a massa do provete  $M_0$ , para posteriormente determinar a sua massa seca  $M_1$  através da equação seguinte, arredondado à grama mais próxima:

$$M_1 = \frac{M_0}{1 + \frac{w}{100}} \quad (5)$$

- 4) Prepara-se a suspensão colocando 500mL de água destilada num gobelé. Coloca-se as lâminas da hélice do agitador a cerca de 10mm acima da base do mesmo;
- 5) Regula-se o agitador para uma velocidade de 600rpm e adiciona-se o provete de ensaio (Figura\_a 15);
- 6) Liga-se o agitador e inicia-se o cronómetro, medindo este 5min até reduzir a velocidade do agitador para 400 rpm (Figura\_a 15);

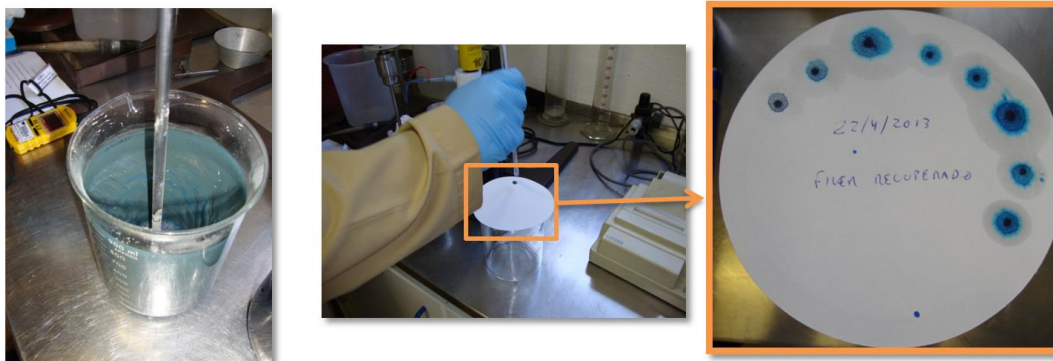
Na Figura\_a 15 apresenta-se a montagem do equipamento conforme a norma e uma fase de agitação do provete com a água.



**Figura\_a 15 – À esquerda tem-se o equipamento montado conforme a norma, à direita já se encontra na fase de agitação do provete + água a 600rpm**

- 7) Após a redução da velocidade introduz-se uma dose de 5mL da solução de azul-de-metileno e agita-se durante 1 min;
- 8) Realiza-se o teste da mancha retirando uma gota da solução do gobelé, depositando a mesma sobre um papel de filtro verificando a existência de uma auréola azul. Caso esta se forme o teste é positivo e faz-se novos testes da mancha a cada minuto durante 5 min. Caso seja negativo procede-se a uma nova adição de 5mL da solução de azul-de-metileno. Caso a auréola desapareça durante o 4º minuto das verificações adiciona-se 2mL da solução de azul-de-metileno e faz-se de novo o teste da mancha, e fazendo-se as verificações novamente (Figura\_a 16);

Na Figura\_a 16 apresenta-se a mistura de uma solução com o corante e o modo de se proceder ao teste da mancha.



Figura\_a 16 – À esquerda representa-se a solução após a adição de uma primeira dose de corante, ao centro apresenta-se a recolha da gota para a realização do teste da mancha e à direita apresenta-se o resultado final do teste

- 9) No fim da realização deste ensaio deve-se apontar a quantidade de corante,  $V_1$ , que foi necessário adicionar para que se verifique a permanência da auréola.

A partir deste ensaio é possível calcular o valor do azul-de-metileno, MBF, expresso em gramas de corante por quilograma da fração 0/0,125mm, expresso pela equação seguinte:

$$MB_F = \frac{V_1}{M_1} \times 10 \quad (6)$$

Sendo:

- $V_1$  é o volume total de solução corante adicionada, em mililitros;
- $M_1$  é a massa do provete, em gramas

### **g) Avaliação dos Finos – Granulometria do fíler (peneiração por jacto de ar), segundo a norma EN 933-10**

#### **Objetivo**

Trata-se de um método de determinação da granulometria do fíler através de peneiração por jacto de ar, sendo aplicável as materiais naturais ou artificiais com partículas com dimensão nominal até 2mm.

#### **Método de ensaio**

- 1) Começa-se por reduzir uma amostra conforme a norma NP EN 932-2 até se obter uma massa de cerca de 50g;
- 2) Coloca-se o provete em estufa ventilada até massa constante, conforma a norma NP EN 1097-5;
- 3) Retira-se o provete, deixa-se arrefecer e regista-se a sua massa ( $M_1$ );
- 4) Coloca-se o peneiro com abertura da malha no equipamento de peneiração por jacto de ar e introduz-se o provete (Figura\_a 17);

- 5) Inicia-se a peneiração que deve ser realizada durante 3 min a uma pressão de 3,0kPa. No caso de ocorrer a aglomeração deve-se dar umas pancadas no centro da tampa com recurso ao martelo de plástico (Figura\_a 18);

Na Figura\_a 17 apresenta-se a montagem do equipamento de granulometria por jacto de ar, apresentando-se os pormenores do mesmo.

Na Figura\_a 18 apresenta-se o fenómeno de aglomeração ocorrido e os equipamentos para redução da mesma e limpeza dos peneiros e tampa acrílica.



Figura\_a 17 – À esquerda tem-se o equipamento que produz o vácuo, ao centro está representada a montagem de todo o equipamento e à direita observa-se o equipamento que controla a pressão aplicada e onde são colocados os peneiros.



Figura\_a 18 – À esquerda observa-se a aglomeração de partículas na tampa de acrílica e à direita representa-se o martelo utilizado para a remoção destas aglomerações e o pincel de limpeza de peneiros.

- 6) Após a peneiração deve ser realizada a pesagem do material retido. Para garantir que o tempo foi suficiente deve-se realizar uma peneiração durante mais 1 min e fazer nova pesagem verificando que a diferença entre elas seja inferior a 0,1%. Quando a diferença for menor regista-se o valor do material retido no peneiro 0,063mm ( $R_1$ );
- 7) Repetir o processo para os peneiros de abertura de malha 0,125mm e 2,0mm, registando respetivamente as massas de material retido ( $R_2$ ) e ( $R_3$ ) com arredondamento a 0,1g (Figura\_a 19).

Na Figura\_a 19 apresenta-se um exemplo de um peneiro utilizado na peneiração por jacto de ar.



Figura\_a 19 – Tipo de peneiro utilizado na peneiração por jacto de ar (peneiro de abertura de malha 0,063mm)

Para o cálculo da percentagem de massa retida em cada peneiro em relação à massa seca inicial  $M_1$ , até ao número inteiro mais próximo. Posteriormente é também possível calcular a percentagem acumulada da massa seca inicial que passa em cada peneiro até ao peneiro de ensaio de 0,063mm.

#### **h) Determinação dos vazios do fíler seco compactado (Ensaio de Rigden), segundo a norma NP EN 1097-4**

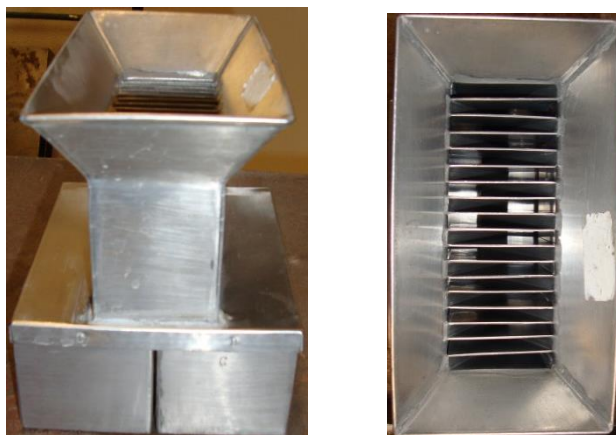
##### **Objetivo**

O objetivo do ensaio prende-se com a determinação dos vazios do fíler seco compactado.

##### **Método de ensaio**

- 1) Começa-se por reduzir uma amostra de material conforme a norma NP EN 932-2 até se obter uma massa de 150g quando húmida;

Na Figura\_a 20 encontra-se apresentado o esquartelador utilizado para a redução das amostras.



Figura\_a 20 – Esquartelador

- 2) Secar o provete em estufa ventilada (Figura\_a 21) conforme a norma NP EN 1097-5, deixando-o em seguida arrefecer em exsicador (Figura\_a 22);

- 3) Passar a amostra pelo peneiro com abertura de malha 0,125mm guardando todas as partículas passadas;



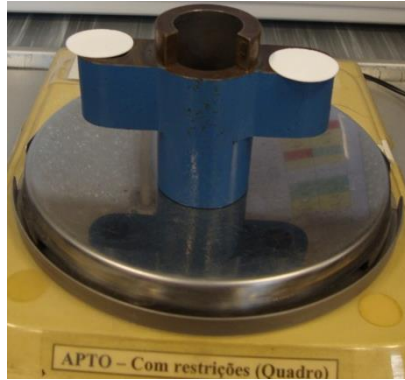
**Figura\_a 21 – Estufa ventilada utilizada na secagem de provetes**



**Figura\_a 22 – Exsicador utilizado com provetes no seu interior**

- 4) Dividir o material passado no peneiro conforme indicado no ponto 3 em provetes elementares de massa 10g;
- 5) Inserir os papéis de filtro e o mergulhador no cilindro vazio e determinar a altura zero ( $h_0$ ), medida realizada entre a base do conjunto móvel e o topo do mergulhador;
- 6) Pesar o conjunto móvel sem o mergulhador mas com os papéis de filtro (Figura\_a 23) com exatidão de 0,01g e registar  $m_0$ ;

Na Figura\_a 23 apresenta-se a determinação da massa  $m_0$ .



Figura\_a 23 – Conjunto móvel mais papéis de filtro

7) Colocar o provete no interior do cilindro, espalhando-o numa camada uniforme;

8) Colocar um papel de filtro sobre o fíler e inserir o mergulhador (Figura\_a 24);

Na Figura\_a 24 está representado o mergulhador do equipamento de *Rigden*.



Figura\_a 24 – Mergulhador

9) Colocar o conjunto móvel nas colunas guia e iniciar o processo de aplicação de 100 quedas com intervalo de 1s entre queda;

10) Faz-se a leitura ( $h_1$ ) do fíler compactado, conforme realizada a leitura ( $h_0$ ), com precisão 0,01mm. A diferença entre  $h_1$  e  $h_0$  determina a altura de fíler compactado ( $h$ ) (Figura\_a 25);

Na Figura\_a 25 encontra-se esquematizado as medições das alturas  $h_1$  e  $h_0$ .



Figura\_a 25 – Determinação da altura  $h_0$  e altura  $h_1$

- 11) Pesa-se o conjunto móvel com o filer e os papéis de filtro ( $m_1$ ) com uma exatidão de 0,01g e determina-se a massa do filer compactado ( $m_2$ ), através da expressão ( $m_2 = m_1 - m_0$ ), em gramas;

Na Figura\_a 26 apresenta-se o equipamento em situação de repouso e em situação de queda durante a realização do ensaio.



Figura\_a 26 – À esquerda tem-se o equipamento em situação de repouso e à direita tem-se o equipamento em situação de queda

- 12) Limpa-se o equipamento e volta-se a repetir todo o processo para os outros 2 provetes. O volume de vazios é calculado através da expressão:

$$v = \left(1 - \frac{4 \times 10^3 \times m_2}{\pi \times \alpha^2 \times \rho_f \times h}\right) \times 100 \quad (7)$$

Onde:

- $v$  é o volume de vazios, em percentagem;
- $m_2$  é a massa e fíler compactado, em grama;
- $\alpha$  é diâmetro interno do cilindro do conjunto móvel, em milímetros;
- $\rho_f$  é a massa volúmica, em megagrama por metro cubico;
- $h$  é a altura do fíler compactado, em milímetro.

O valor do volume de vazios é determinado através da média dos valores determinados para os 3 provetes, arredondado a 1%.

### **i) Determinação do teor em água por secagem em estufa ventilada, segundo a norma NP EN 1097-5**

#### **Objetivo**

A realização deste ensaio prende-se com a necessidade de determinar o teor em água da amostra, o que por vezes é importante para determinações de outros ensaios.

#### **Método de ensaio**

- 1) Reduz-se as amostras conforme a norma NP EN 932-2 de forma a se obter uma massa mínima de 0,2kg, devido a diâmetro máximo do material ser inferior a 1,0mm;
- 2) Pesa-se o tabuleiro vazio ( $M_2$ );
- 3) Coloca-se o provete no tabuleiro e pesa-se novamente, calculando a massa do provete ( $M_1$ ), subtraindo à massa determinada a massa do tabuleiro ( $M_2$ );
- 4) Coloca-se o tabuleiro numa estufa ventilada regulada para 110°C durante 24h;
- 5) Para garantir massa constante retira-se o tabuleiro, deixando-o arrefecer em exsicador e pesa-se a massa do provete seco ( $M_{d1}$ );
- 6) Coloca-se o tabuleiro de novo na estufa mais 1h, retirando-o ao fim deste tempo e deixando-o novamente arrefecer em exsicador;
- 7) Faz-se uma nova determinação da massa do provete seco ( $M_{di}$ ). Se a diferença entre ( $M_{di}$ ) e ( $M_{d1}$ ) for inferior a 0,1% atingiu-se massa contante, caso contrário repete-se o processo até que a diferença entre duas pesagens sucessivas seja inferior a 0,1%. Quando esta diferença está garantida determina-se ( $M_3$ ) que é igual a ( $M_{di}$ ).

A partir destas determinações de massa é possível calcular, através da equação 8, o valor do teor em água ( $w$ ), que corresponde à massa de água do provete de ensaio expressa em percentagem da massa do provete de ensaio após secagem.

$$w = \frac{M_1 - M_3}{M_3} \times 100 \quad (8)$$

Onde:

-  $M_1$  é a massa do provete, em grama;

-  $M_3$  é a massa constante do provete de ensaio após secagem, em grama.

O resultado apresenta-se arredondado ao 0,1% mais próximo.

**j) Determinação da massa volúmica do fíler. Método do picnómetro, segundo a norma NP EN 1097-7**

**Objetivo**

A realização deste ensaio prende-se tal como a sua designação indica a determinação da massa volúmica das partículas de fíler pelo método do picnómetro.

**Método de ensaio**

- 1) Reduz-se as amostras conforme a norma NP EN 932-2 de forma a se obter uma massa mínima 50g antes da secagem;
- 2) Seca-se o provete em estufa ventilada (Figura\_a 21) até massa constante e deixa-se arrefecer o mesmo em exsicador (Figura\_a 22);
- 3) Fazer uma peneiração e conservar todas as partículas que passam no peneiro 0,125mm;

Para a realização deste ensaio deve-se utilizar 3 provetes elementares distintos, com um ou mais picnómetros calibrados e um líquido de massa volúmica conhecida, neste caso foi utilizada água destilada a 25°C.

- 4) Pesa-se os picnómetros limpos e secos com a rolha ( $m_0$ ) (Figura\_a 27);
- 5) Enche-se os picnómetros com 10g de fíler retidas do provete referido no ponto 3 e pesa-se novamente o picnómetro ( $m_1$ );
- 6) Adiciona-se água destilada suficiente para cobrir completamente o material (Figura\_a 28);
- 7) Rolha-se os picnómetros e colocam-se no exsicador a vácuo durante 30 min a uma pressão de 3,0 kPa. Esta pressão deve ser atingida num intervalo de 5 min conforme indicado no Quadro\_a 1;

No Quadro\_a 1 apresenta-se os carregamentos efetuados durante a aplicação do vácuo.

**Quadro\_a 1- Fases de carregamento aplicados no exsicador através da bomba de vácuo**

Tempo [min]	Pressão [milibar]
Início (0)	970
0-1	813-656
1-2	656-499
2-3	499-342
3-4	342-185
4-5	185-28
Fim (5)	28
1kPa = 10 Milibar	

Na Figura\_a 27 estão representados os picnómetros para a determinação de ( $m_0$ ).



Figura\_a 27 – Picnómetros vazios determinação de  $m_0$

Na Figura\_a 28 apresenta-se os picnómetros já com o fíler no seu interior e após a colocação da água para cobrir o fíler.



Figura\_a 28 – À esquerda tem-se a fase de determinação da massa ( $m_1$ ) e à direita tem-se a fase da adição de água antes da colocação em vácuo

A aplicação da pressão final é ligeiramente inferior à pressão referida na norma devido ao erro da bomba de pressão, ao ser controlada a bomba para este valor está se a aplicar uma pressão efetiva no interior do exsiccador de 3,0kPa.

- 8) Aplica-se o descarregamento da bomba de vácuo seguindo o Quadro\_a 1 do fim para o princípio;
- 9) Retira-se os picnómetros do exsiccador, completa-se o seu enchimento com água destilada e coloca-se os picnómetros em banho-maria a 25°C durante 60 min (Figura\_a 29);
- 10) Retira-se os picnómetros do banho-maria e roham-se provocando a subida da água pelo tubo capilar. Seca-se a extremidade superior dos mesmos;
- 11) Passa-se os picnómetros por água fria e seca-se o seu exterior;

- 12) Pesa-se a massa total do picnómetro com a água, o provete de 10g e a sua respetiva rolha ( $m_2$ ).

**Nota:** Todas as pesagens devem ser efetuadas com uma exatidão de 0,001g.



Figura\_a 29 – À esquerda tem-se a fase de aplicação do vácuo e à direita tem-se a fase do banho-maria a  $(25 \pm 0,1)^\circ\text{C}$

Para o cálculo da massa volúmica do fíler, em megagrama por metro cúbico, deve-se seguir a expressão:

$$\rho_f = \frac{m_1 - m_0}{V - \frac{m_2 - m_1}{\rho_1}} \quad (9)$$

Sendo:

- $m_0$  é a massa do picnómetro vazio com a sua rolha, em grama;
- $m_1$  é a massa do picnómetro com o provete elementar de fíler, em grama
- $m_2$  é a massa do picnómetro com o provete elementar de fíler, cheio de líquido, em grama;
- $V$  é o volume do picnómetro, em mililitro;
- $\rho_1$  é a massa volúmica do líquido a  $25^\circ\text{C}$ , em megagrama por metro cúbico ( $\rho_{1\text{água destilada a } 25^\circ\text{C}} = 0,99707$ );
- $\rho_f$  é a massa volúmica do fíler a  $25^\circ\text{C}$ , em megagrama por metro cúbico.

Na determinação da massa volúmica do fíler deve-se fazer a média das três determinações efetuadas, arredondada a  $0,01\text{Mg/m}^3$ .

**k) Determinação da massa volúmica do fíler através da utilização do voluménómetro de Le Châtelier. Adaptação da Especificação LNEC E 64-1979 “Determinação da massa volúmica do cimento”**

**Objetivo**

Através desta norma pretende-se determinar a massa volúmica do fíler através da utilização do voluménómetro de *Le Châtelier*.

**Método de ensaio**

- 1) Seca-se uma amostra com cerca de 100g de fíler em estufa ventilada conforme a norma NP EN 1097-5 até massa constante;
- 2) Deixa-se arrefecer o material em exsiccador até à temperatura ambiente;
- 3) Pesa-se um provete com cerca de 60g e guarda-se em exsiccador;
- 4) Preparar o voluménómetro de *Le Châtelier* (Figura\_a 30), enchendo-o com o líquido auxiliar até à graduação entre 0 e 1 da escala, evitando molhar as paredes do mesmo;
- 5) Coloca-se o voluménómetro num banho de água a 20°C de modo a que o banho atinja o valor máximo da graduação da escala do voluménómetro (Figura\_a 30);

Na Figura\_a 30 é possível observar o enchimento do voluménómetro, o banho em que este é colocado, o processo de agitação para retirar o ar e o momento em que se faz a segunda leitura.



**Figura\_a 30 – À esquerda apresenta-se o voluménómetro de Le Châtelier com o líquido auxiliar, à esquerda centro apresenta-se o banho de água com verificação da temperatura, à direita centro apresenta-se a inclinação com rotação efetuada para libertação do ar e à direita observa-se o voluménómetro preparado para realizar a segunda leitura**

- 6) Quando a temperatura do líquido presente do voluménómetro se encontra estabilizada faz-se a leitura do nível do líquido na escala com aproximação à meia divisão;
- 7) Introduz-se o provete no interior do voluménómetro, tendo cuidado para que este não adira às paredes;

- 8) Aplicar uma agitação ao voluménometro aplicando rotação no sentido horário e inverso de modo a libertar as bolhas de ar presentes no interior do mesmo (Figura\_a 30);
- 9) Insere-se novamente o voluménometro no banho e aguarda-se pela estabilização da temperatura;
- 10) Retira-se o voluménometro do banho e procede-se à segunda leitura na escala com aproximação à meia divisão (Figura\_a 30).

Com estas leituras e sabendo a massa de provete introduzido é assim possível determinar a massa volúmica do material através da equação:

$$\rho = \frac{m}{V_2 - V_1} \quad (10)$$

Sendo:

- $\rho$  a massa volúmica do material em gramas por centímetro cubico [ $g/cm^3$ ];
- $m$  a massa do provete seco introduzido em gramas [ $g$ ];
- $V_2$  o valor lido no voluménometro contendo o líquido auxiliar e o provete em centímetros cúbicos [ $cm^3$ ];
- $V_1$  o valor lido no voluménometro contendo o líquido auxiliar em centímetros cúbicos [ $cm^3$ ].

## **1) Ensaio de avaliação de forma e textura das partículas através a observação ao SEM, segundo a norma ASTM E 986;**

### **Objetivo**

Com a realização deste ensaio pretende-se avaliar a geometria e textura da superfície das partículas, sendo possível também fazer uma avaliação da qualitativa da gama de dimensões das partículas abaixo do peneiro com abertura da malha de 0,063mm.

### **Método de ensaio**

Para a realização da observação das amostras ao microscópio eletrónico de varrimento tem de se proceder a uma preparação preliminar das amostras. Primeiramente inicia-se por produzir provetes de ensaio, reduzindo a amostra de material de acordo com a norma NP EN 932-2, ou seja, com auxílio de um esquartelador (Figura\_a 20) por exemplo. Este provete necessitará de uma massa muito reduzida, sendo o suficiente cerca de 5g de material.

De seguida retira-se uma pequena amostra do provete e coloca-se num copo com um magneto, previamente inserido (Figura\_a 31). Adiciona-se agora uma quantidade de etanol de modo a que a pequena massa de material presente no copo fique completamente dispersa no líquido. Coloca-se o

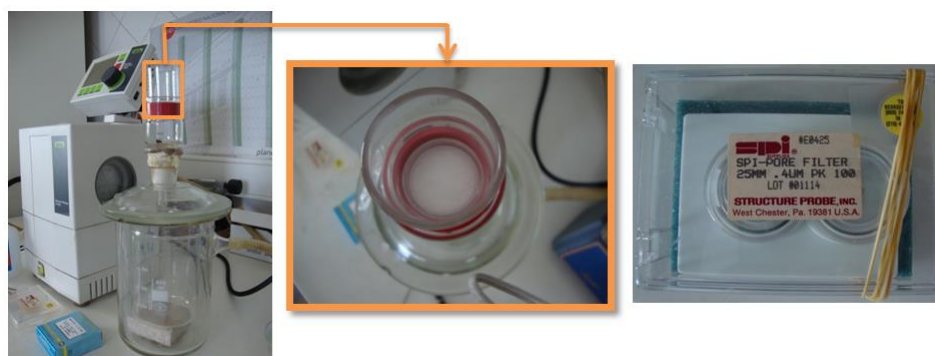
copo sobre um agitador durante  $(10 \pm 1)$  min de modo a se obter uma dispersão homogênea (Figura\_a 31).



Figura\_a 31 – À esquerda apresenta-se a colocação da amostra no copo com o magneto e a esquerda observa-se a agitação da amostra até dispersão homogênea

Após este tempo retira-se uma quantidade de solução, depositando 2 a 3 gotas da mesma sobre um filtro que anteriormente foi colocado sobre um funil de placa filtrante que estava colocado num kitasato para assim se proceder a uma filtração de baixa pressão (Figura\_a 32).

Posteriormente retira-se o papel de filtro do funil com recurso a uma pinça e coloca-se o mesmo no interior de um recipiente e leva-se à estufa, tendo em atenção que esta não pode ser ventilada devido à leveza do papel de filtro, a  $40^{\circ}\text{C}$  durante pelo menos 24h para proceder à secagem do mesmo (Figura\_a 32).



Figura\_a 32 – À esquerda apresenta-se a montagem do sistema de filtração a vácuo, ao centro apresenta-se o pormenor do interior do funil de placa filtrante com o filtro colocado e à direita apresenta-se os filtros utilizados

Procede-se à montagem do acessório do porta-amostras para este tipo de material, começando por colar uma fita adesiva de carbono de dupla face sobre o cilindro metálico, de seguida cola-se o papel de filtro, com a face onde se encontram depositadas as gotas viradas para cima, na fita de carbono. Insere-se agora esta montagem num equipamento para se proceder a uma impregnação com uma mistura de ouro e paládio (Figura\_a 33). Este equipamento (Figura\_a 34) antes de proceder à impregnação aplica vácuo na câmara onde é colocada a amostra e posteriormente quando apresenta entre  $(60 \times 10^{-1} a 80 \times 10^{-1})\text{mbar}$  de vácuo inicia-se a impregnação. A amostra deve ser colocada

inclinada e virada pelo menos 4 vezes para se proceder a uma correta impregnação e se ter uma melhor visualização da mesma quando esta é colocada no MEV (Figura\_a 34).

Após a impregnação coloca-se o acessório do porta amostras no porta amostras do MEV e procede-se à sua montagem de modo a que o acessório não se mova no processo de colocação do porta amostra no MEV nem durante a observação (Figura\_a 33).

Após esta montagem insere-se o porta amostras no MEV e procede-se à observação do material presente no filtro, conseguindo-se assim observar a forma, textura e dimensão das partículas existentes no material em estudo podendo-se obter imagens do que se observa com diversas ampliações.



**Figura\_a 33 – À esquerda apresenta-se o aspeto dos filtros depois de secos, à esquerda centre apresenta-se os acessórios do porta amostras, à direita centro apresenta-se uma amostra já montada sobre o acessório e recoberta com a mistura de ouro e paládio e à direita apresenta-se a montagem anterior já colocada devidamente no porta amostras**



**Figura\_a 34 – À esquerda tem-se a máquina para aplicação do recobrimento com mistura de ouro e paládio e à direita apresenta-se o microscópio eletrónico de varrimento para observação das amostras**

### **m) Determinação da temperatura de amolecimento – Método do Anel e Bola, segundo a norma NP EN 1427**

#### **Objetivo**

Este procedimento, procura determinar a temperatura de amolecimento dos betumes e ligantes betuminosos, na gama de temperaturas de 28°C a 150°C.

### **Método de ensaio**

- 1) Começa-se por introduzir uma amostra de betume e dois anéis de cobre numa estufa regulada para 150°C, durante 4h;
- 2) Retira-se os anéis da estufa e colocam-se sobre uma placa previamente lubrificada com agente antiaderente;
- 3) Em seguida verte-se o betume para dentro dos anéis de forma a preenche-los completamente (Figura\_a 37);
- 4) Deixa-se arrefecer o betume nos anéis durante 30 min. Ao fim desse tempo procede-se à moldagem dos anéis, removendo o excedente de betume com recurso a uma lâmina quente, para que este fique nivelado com o bordo superior do anel;
- 5) Coloca-se agora os anéis no suporte com os anéis guia no banho de líquido durante 15 min (Figura\_a 38). O tipo de líquido utilizado varia conforme a temperatura de amolecimento do betume utilizado. Para betumes com temperaturas de amolecimento entre os 28°C e os 80°C é utilizada água desmineralizada e para betumes com temperaturas entre os 80°C e os 150°C é utilizada glicerina. A temperatura inicial do banho varia também sendo respetivamente 5°C para os primeiros betumes e 30°C para os segundos betumes;
- 6) Depois deste tempo coloca-se as esferas sobre o betume e liga-se o banho que aquece a uma taxa de 5°C por minuto até que as esferas percorram a distância referida pela norma. Após isto dá-se o ensaio por concluído.

O ensaio deverá ser repetido no caso de a diferença entre as duas temperaturas de amolecimento for maior do que 1°C para temperaturas de amolecimento inferiores a 80°C e 2°C para betumes com temperaturas de amolecimento superiores a 80°C ou betume modificados. No caso de betumes modificados deve-se também repetir o ensaio no caso da esfera rasgar a película de betume ou houver um deslocamento parcial do ligante betuminoso da esfera.

O valor da temperatura de amolecimento é determinado como já foi referido através do cálculo da média de temperatura entre os dois provetes, sendo apresentados os resultados no caso da temperatura ser inferior a 80°C arredondado a 0,2°C e no caso de a temperatura ser superior a 80°C o arredondamento deve ser de 0,5°C.

### **n) Determinação da suscetibilidade à água dos filleres para misturas betuminosa, segundo a norma EN 1744-4**

#### **Objetivo**

A realização deste procedimento pretende determinar a suscetibilidade à água dos filleres utilizados em misturas betuminosas, através da separação do filler do mástico betuminoso.

**Método de ensaio**

- 1) Reduz-se a amostra laboratorial, conforme a norma NP EN 932-2, de modo a obter um provete com 50g;
- 2) Coloca-se o mesmo numa estufa ventilada durante 4h a 110°C, de seguida retira-se para um exsicador e deixa-se arrefecer durante 90 min;
- 3) Passa-se o material no peneiro com abertura de malha 0,125mm, recolhe-se 10g do material passado e regista-se ( $m_0$ );
- 4) Pesa-se 50g para um erlenmeyer de uma solução de betume de baixa viscosidade (dissolução de betume 50/70 em querosene, com uma viscosidade a 25°C de 60s S.T.V. com uma abertura de 10mm especificado na norma FprEN 12846-2).
- 5) Mede-se 100mL de água desmineralizada numa proveta;
- 6) Coloca-se o erlenmeyer e a proveta num banho-maria a 60°C até à estabilização da temperatura nos materiais;
- 7) Quando a temperatura é atingida coloca-se o provete de fíler no erlenmeyer e mexe-se durante 300s a uma velocidade de  $25\text{rad/s}^{-1}$ . De seguida deixa-se repousar a mistura durante 300s (Figura\_a 35);
- 8) Coloca-se a água da proveta no erlenmeyer e mexe-se tudo durante 300s à mesma velocidade (Figura\_a 35);
- 9) Avalia-se visualmente a existência de fíler revestido separado da mistura, caso não exista, conclui-se que o fíler não é suscetível à água e dá-se por concluído o ensaio. Caso contrário passa-se para o ponto 10;
- 10) Deixa-se o erlenmeyer arrefecer e verte-se a água e o fíler separado para um copo;
- 11) Proceda-se a lavagens do mastique que ainda está presente no erlenmeyer, vertendo a água da lavagem para o mesmo copo até que a água saia límpida;
- 12) Pesa-se um papel de filtro seco e regista-se a sua massa ( $m_1$ );
- 13) Filtra-se o conteúdo do copo pelo filtro referido em 12 com auxílio de um funil de *Büchner* onde é aplicado o vácuo através de um kitasato (Figura\_a 35);
- 14) Remove-se as partículas de betume fazendo uma lavagem do filtro com querosene.
- 15) Seca-se o filtro em estufa ventilada regulada a 110°C até se obter massa constante.
- 16) Pesa-se novamente os filtros e regista-se a massa ( $m_2$ ) arredondado a 1mg.

Na Figura\_a 35 encontram-se apresentados os dispositivos necessário à realização deste ensaio.



Figura\_a 35 – À esquerda apresenta-se o dispositivo de mistura mecânica com a base para manter a temperatura e à direita está representado o dispositivo para aplicar a filtração a vácuo

A suscetibilidade à água é determinada pela percentagem de massa de fíler através da equação seguinte:

$$W_s = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100 \quad (11)$$

Sendo:

- $m_0$  a massa do fíler introduzido na mistura, em gramas [g];
- $m_1$  a massa do papel de filtro, em gramas [g];
- $m_2$  a massa do papel de filtro mais o fíler, em gramas [g];
- $W_s$  a suscetibilidade à água do fíler, em percentagem [%] arredondado a 1%.

**o) Determinação da variação da temperatura de amolecimento anel e bola, segundo a norma NP EN 13179-1:2010 “Variação da Temperatura de amolecimento de anel e bola”**

**Objetivo**

Com a realização deste ensaio pretende-se determinar o efeito rigidificante do fíler, com partículas de dimensão inferior a 0,125mm, quando este é misturado com o betume. Para tal é necessário determinar a temperatura de amolecimento de anel e bola de um betume sem adição de fíler e de um betume com adição de fíler e posteriormente determinar a variação de temperatura ( $\Delta_{R\&B}$ ) que ocorreu com a adição de uma certa quantidade de fíler.

**Método de ensaio**

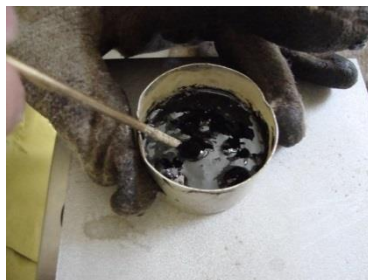
- 1) Prepara-se um provete de fíler, segundo a norma NP EN 932-2, com uma massa mínima de 60g;
- 2) Coloca-se o provete numa estufa ventilada até massa constante segundo a norma NP EN 1097-5;
- 3) Insere-se numa estufa regulada para 150°C o provete de fíler obtido em 2, um disco de evaporação e 4 anéis de cobre durante 4h;
- 4) Retira-se 2 anéis da estufa, previamente pesados, colocando-os sobre uma placa com agente antiaderente e enchem-se com betume;
- 5) Proceda-se depois à pesagem de um dos anéis cheios com betume e regista-se a massa à qual se subtrai a massa do anel para determinar a massa de betume ( $m_b$ ), com arredondamento a 0,1g;
- 6) Coloca-se o disco de evaporação sobre a balança e enche-se o mesmo com 20g de betume;
- 7) Coloca-se o disco no aquecedor de proveta e ajusta-se de forma a manter a temperatura do betume a 150°C;
- 8) Coloca-se o disco de novo na balança e adiciona-se uma quantidade de fíler ( $m_f$ ) em gramas ao betume. Esta quantidade é determinada através da equação:

$$m_f = 0,6 \times m_b \times \frac{\rho_f}{\rho_b} \quad (12)$$

Sendo:

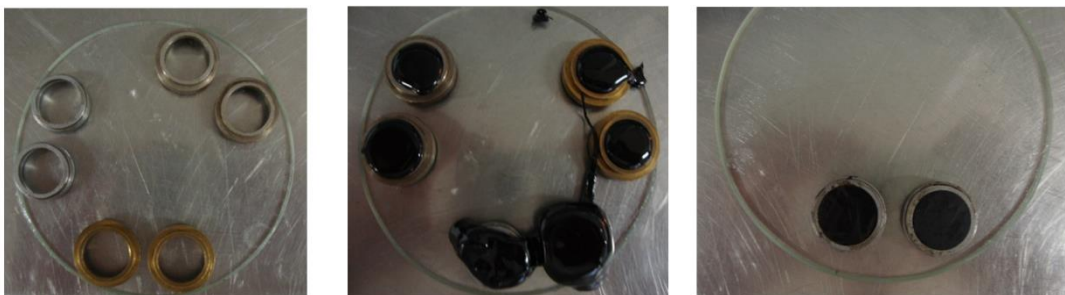
- $m_b$  a massa do betume, em gramas [ $g$ ];
- $m_f$  a massa de fíler adicionado, em gramas [ $g$ ];
- $\rho_f$  a massa volúmica das partículas de fíler, em megagramas por metro cubico [ $Mg/m^3$ ];
- $\rho_b$  a massa volúmica do betume de pavimentação a 25°C, em megagramas por metro cubico [ $Mg/m^3$ ].

- 9) Coloca-se novamente o disco no aquecedor de proveta e mexe-se o fíler no betume durante 15s. Continua-se a mexer a uma temperatura constante de 150°C, de forma a obter uma mistura homogénea (Figura\_a 36);



Figura\_a 36 – Mistura de betume mais fíler sobre placa de aquecimento para realização de anel e bola

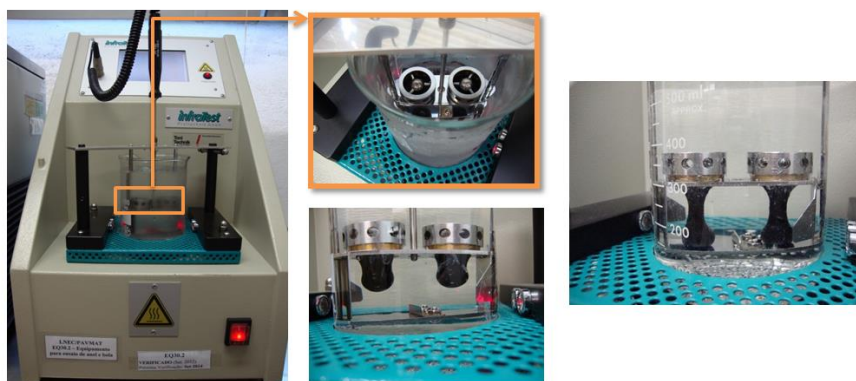
- 10) Coloca-se os outros anéis sobre a placa revestida com o material antiaderente e enche-se com a mistura betume mais fíler (Figura\_a 37);
- 11) Determina-se agora a temperatura de amolecimento segundo a norma NP EN 1427, utilizando em cada ensaio, um anel com betume e outro com betume mais fíler (Figura\_a 37).



Figura\_a 37 – Preparação e moldagem dos anéis para realização do ensaio de anel e bola

Deve-se repetir o ensaio caso a diferença entre as temperaturas de amolecimento dos anéis de betume mais fíler for superior a 3°C.

A determinação da variação da temperatura de anel e bola é determinada através da diferença da média entre as temperaturas de amolecimento betume mais fíler com a diferença da média da temperatura de amolecimento do betume, sendo estas arredondadas a 0,1°C. O valor da variação da temperatura de anel e bola ( $\Delta_{R\&B}$ ) deve ser registado com arredondamento a 0,5°C (Figura\_a 38).



Figura\_a 38 – À esquerda observa-se o equipamento para a realização do anel e bola, ao centro acima tem-se o aspeto dos anéis montados no suporte, ao centro abaixo observa-se o amolecimento do betume ou betume mais fíler e à direita observa-se o ponto de determinação da temperatura de amolecimento do betume ou do mastic

**p) Ensaio de fíleres utilizados em misturas betuminosas – Viscosidade aparente (Número de betume), segundo a norma 13179-2**

**Objetivo**

Preende-se determinar com este ensaio a viscosidade aparente de uma mistura de água e fíler, sendo esta ser possível expressar numericamente. Este ensaio é aplicável ao fíler utilizado nas misturas betuminosas, com vista a regular o controlo de produção.

**Método de ensaio**

- 1) Reduz-se a amostra laboratorial segundo a norma NP EN 932-2 de modo a se obterem 3 provetes com 50g cada;
- 2) Coloca-se um provete num recipiente e adiciona-se uma certa quantidade de água desmineralizada ( $x_1$ ) em mL;
- 3) Mistura-se durante 300s os dois materiais com recurso a uma espátula.
- 4) Enche-se uma capsula cilíndrica com a mistura evitando a formação de bolhas e alisando a superfície (Figura\_a 39);
- 5) Coloca-se a capsula na base do penetrómetro alinhando o fundo do pistão com a superfície da mistura. Procede-se à realização da penetração do pistão durante 5s (Figura\_a 40);

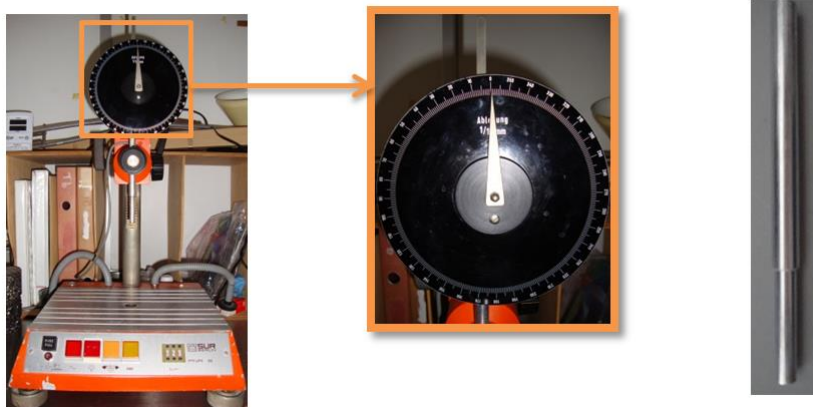
Na Figura\_a 39 é possível observar a capsula utilizada para a realização do ensaio de penetração e o aspeto da mesma depois de cheia e alisada a sua superfície.



**Figura\_a 39 – À esquerda apresenta-se a cápsula cilíndrica, ao centro representa-se a mesma capsula cheia de mistura água + fíler e à direita tem se o aspeto da superfície da mistura alisada sem formação de bolhas**

- 6) Lê-se a penetração conseguida com um arredondamento a 0,1mm. Caso esta seja superior a 7mm ou inferior a 5mm, deve ser preparado um novo provete com uma quantidade de água adequada  $x_2$  em mL e repetir de novo o processo. Caso contrário para-se o processo e determina-se a quantidade de água com arredondamento de 0,1mL.

Na Figura\_a 40 é apresentado o equipamento necessário para a realização da penetração.



Figura\_a 40 – À esquerda apresenta-se o penetrômetro, segundo a norma EN 1426, ao centro observa-se o disco de medição da penetração e à direita está representado o pistão utilizado neste ensaio

Para a determinação deste valor deveram ser realizados ensaios sobre 3 provetes diferentes, tendo que se obter sempre uma penetração dentro dos limites, o valor do número de betume será dado pela média dos valores obtidos nos três ensaios.

O número de betume (BN) é calculado através da expressão:

$$BN = 2 \times x_n \quad (13)$$

Sendo:

-  $x_n$  o valor numérico do volume de água, em mililitros, utilizado para proporcionar uma penetração entre 5,0mm e 7,0mm.

#### q) Determinação do poder absorvente do fíler, adaptação da norma francesa “Détermination du pouvoir absorbant des fines” NF P 98-256-1

##### Objetivo

Com a realização deste ensaio pretende-se que seja determinado o poder absorvente dos fíleres sobre o betume. Para isso estuda-se o comportamento do mastique à medida que a concentração de fíler cresce.

##### Método de ensaio

- 1) Começa-se por reduzir a amostra laboratorial de fíler segundo a norma NP EN 932-2, produzindo três provetes com 80g cada;
- 2) Coloca-se os provetes de fíler juntamente com as amostras de betume a utilizar numa estufa a 150°C durante 4h;
- 3) Pesa-se 15g de betume (Figura\_a 41) num recipiente previamente aquecido na estufa e coloca-se o mesmo sobre uma placa de aquecimento;

- 4) Adiciona-se o fíler também quente em porções de 6g/min, mexendo sempre com uma espátula metálica também aquecida a um ritmo de 1 a 2 voltas por segundo até se atingir uma mistura (fíler + betume) friável. Considera-se que a mistura é friável quando esta se começa a desagregar não mantendo o aspeto viscoso (Figura\_a 41).



Figura\_a 41 – À esquerda tem-se a pesagem do betume, ao centro apresenta-se a placa de aquecimento e à direita tem-se o aspeto da mistura friável

Quando se atinge este aspeto de mistura para-se o ensaio e é possível determinar o poder absorvente do fíler através da expressão:

$$P. A. = \alpha \times m \quad (14)$$

Sendo:

- P. A. o poder absorvente em gramas;
- $\alpha$  o coeficiente corretivo da massa volúmica do fíler dado por  $\alpha = 2,65/MVR_F$
- $MVR_F$  a massa volúmica do fíler em gramas por centímetro cubico [ $g/cm^3$ ]
- m a massa em gramas [g] de fíler utilizado.

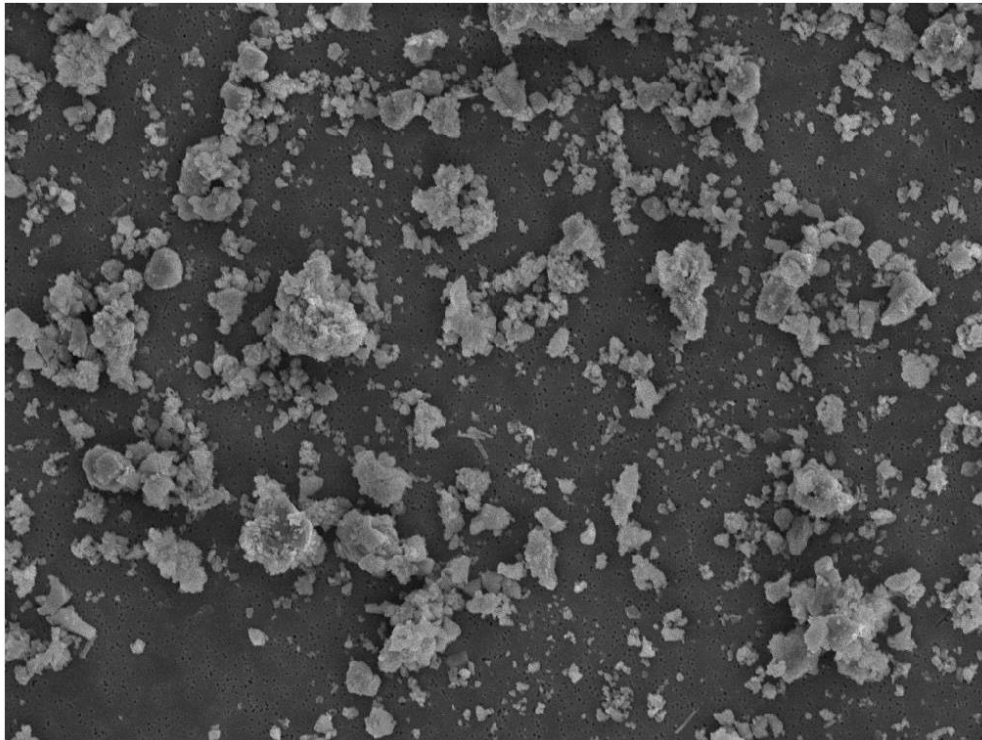
É também possível determinar a concentração de betume presente na mistura a quando do fim do ensaio, através da equação:

$$C_b = \frac{\frac{15}{\rho_b}}{\left(\frac{15}{\rho_b} + \frac{m}{MVR_F}\right)} \quad (15)$$

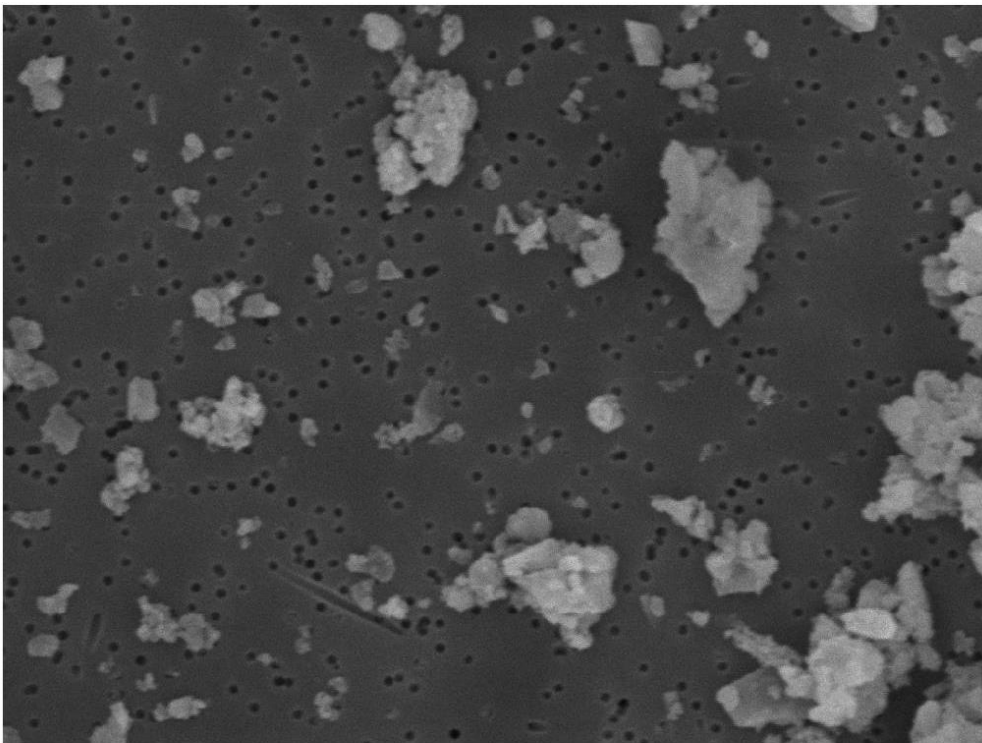
Sendo:

- $C_b$  a concentração volumétrica de betume;
- $\rho_b$  a massa volúmica do betume utilizado [ $g/cm^3$ ].

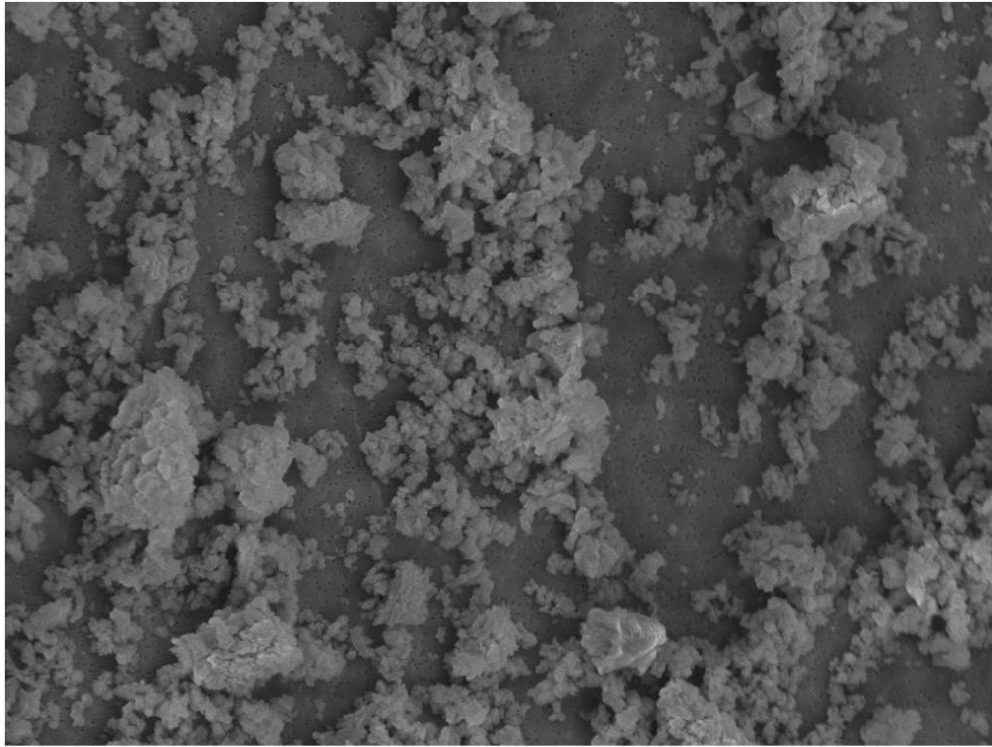
r) Captações realizadas pela observação ao SEM e registros de difração de Raio x



60 $\mu$ m  
Figura\_a 42 - “cal hidráulica” captação com ampliação a 1000 vezes

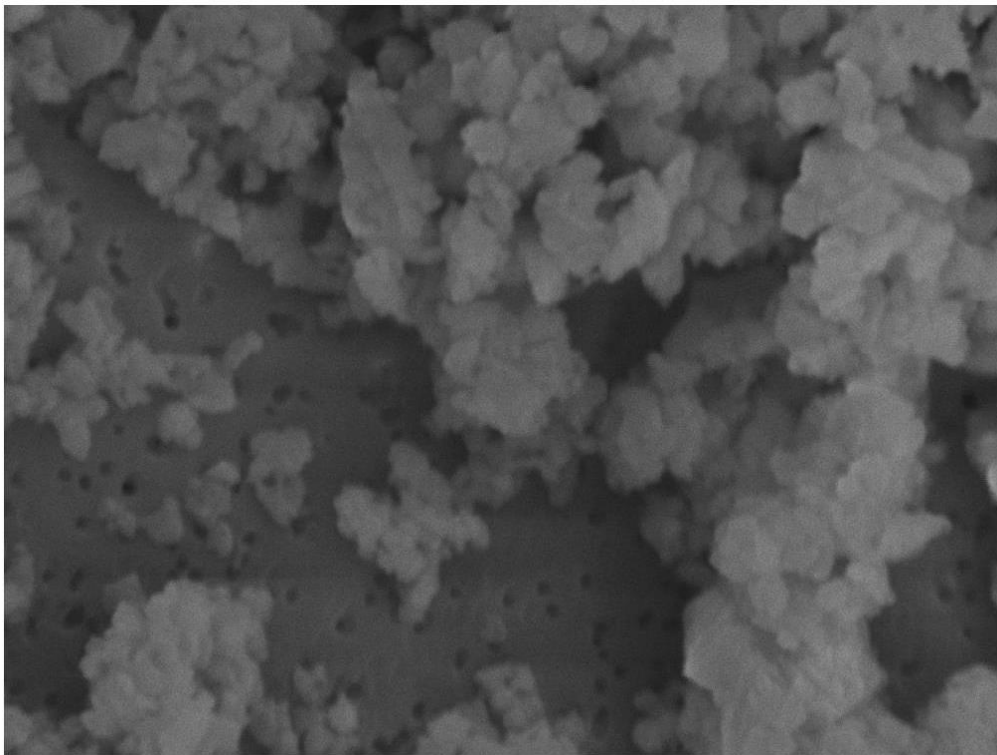


10 $\mu$ m  
Figura\_a 43 - “cal hidráulica” captação com ampliação a 3500 vezes



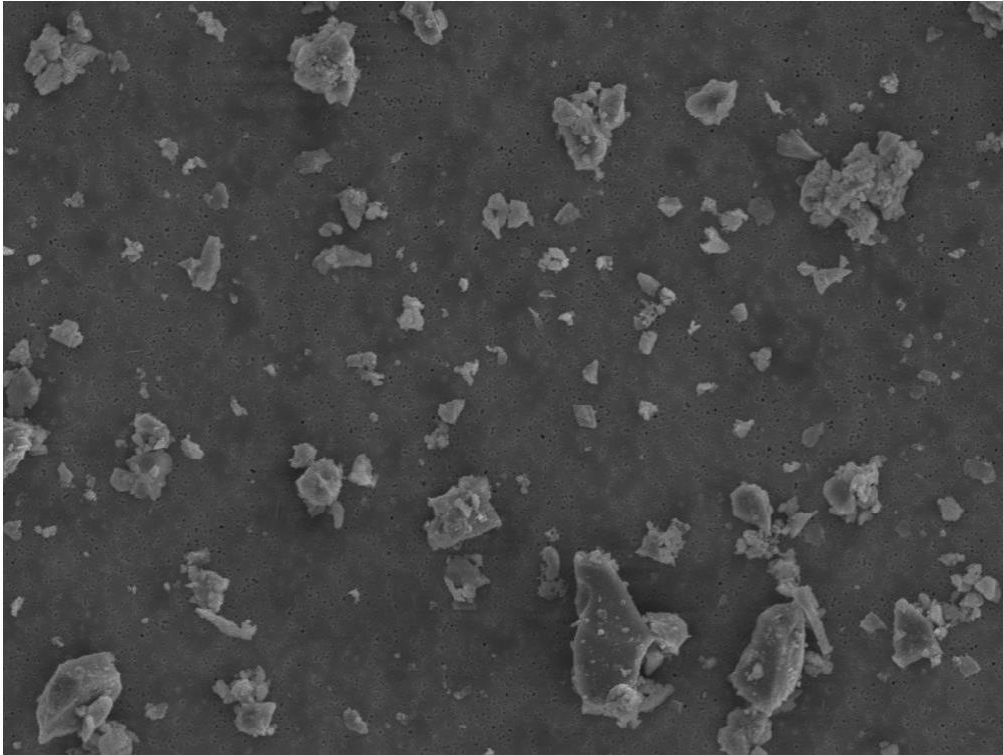
60 $\mu$ m

**Figura\_a 44 – “cal hidratada” captação com ampliação a 1000 vezes**

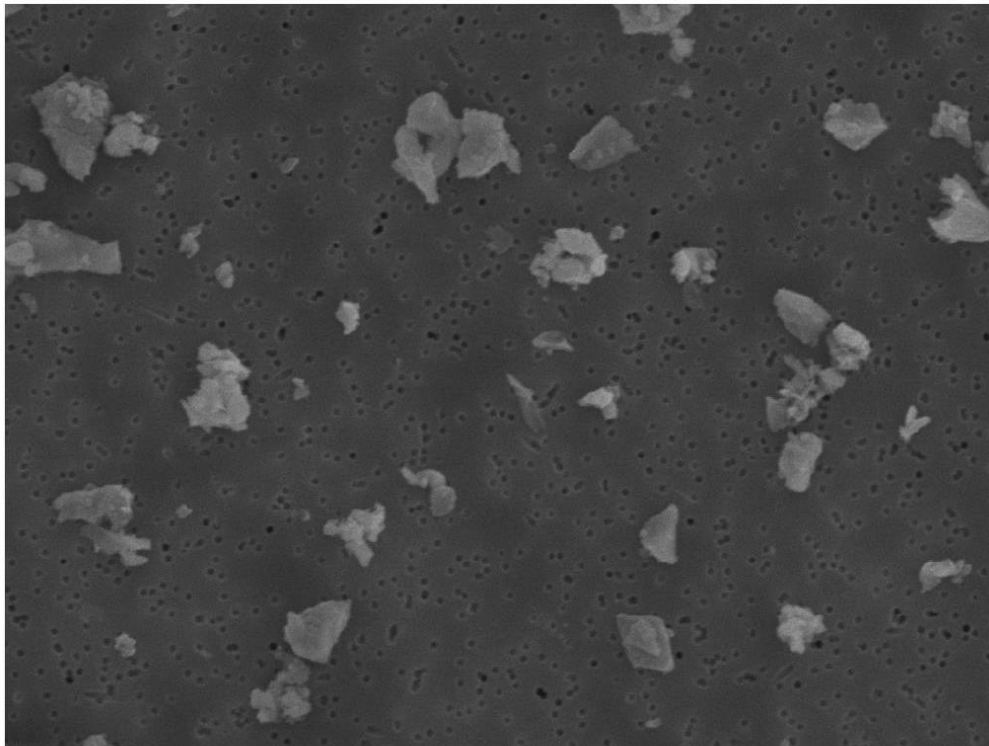


10 $\mu$ m

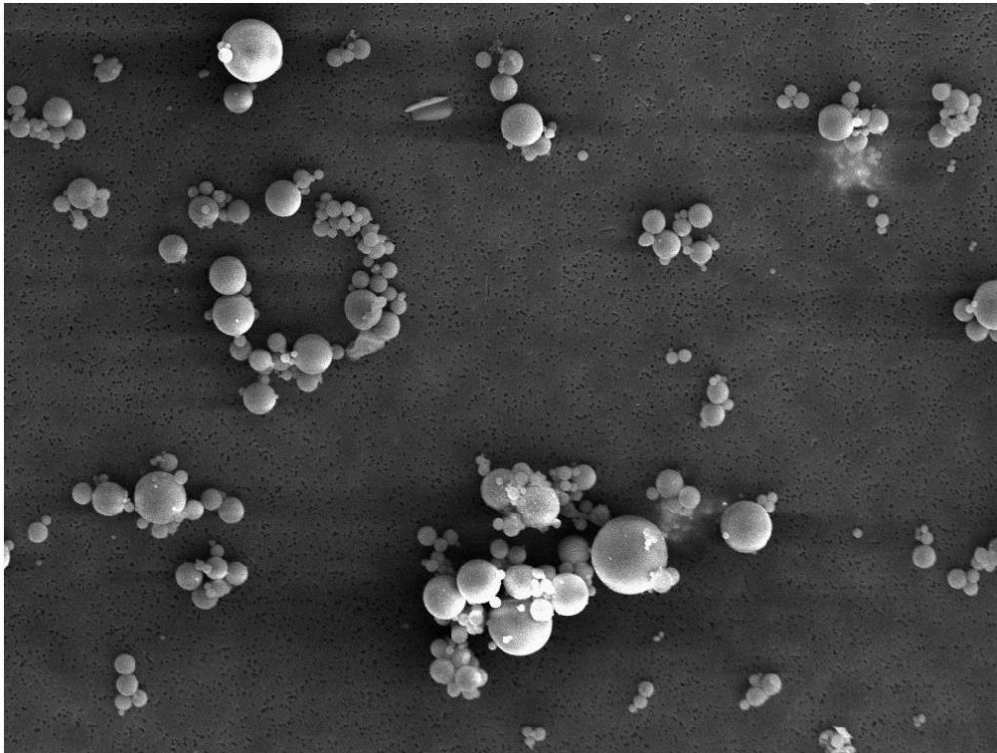
**Figura\_a 45 – “cal hidratada” captação com ampliação a 3500 vezes**



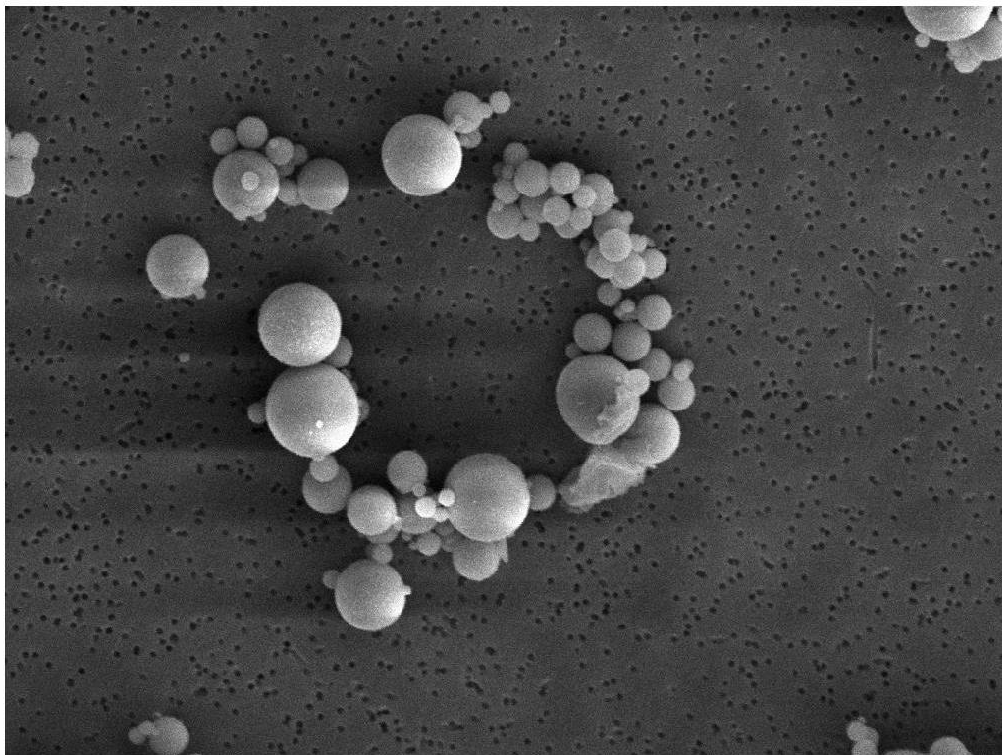
60 $\mu$ m  
**Figura\_a 46 – “CEM I 52,5R” captação com ampliação a 1000 vezes**



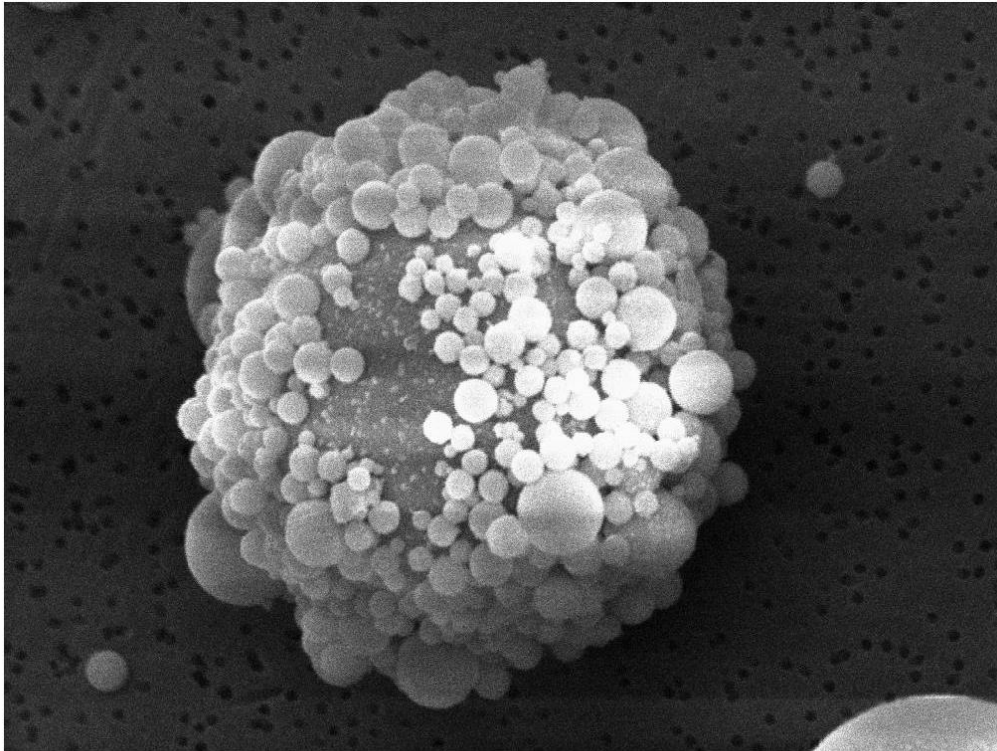
20 $\mu$ m  
**Figura\_a 47 – “CEM I 52,5R” captação com ampliação a 3000 vezes**



60 $\mu$ m  
**Figura\_a 48 – “cinzas volantes” captação com ampliação a 1000 vezes**

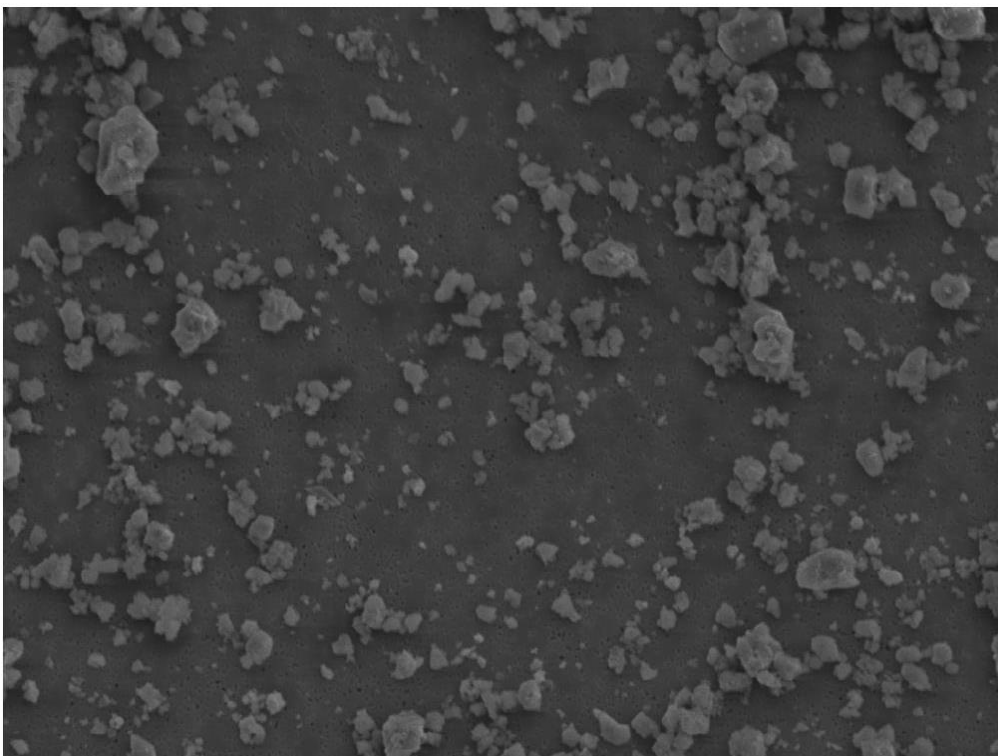


20 $\mu$ m  
**Figura\_a 49 “cinzas volantes” captação com ampliação a 3000 vezes**



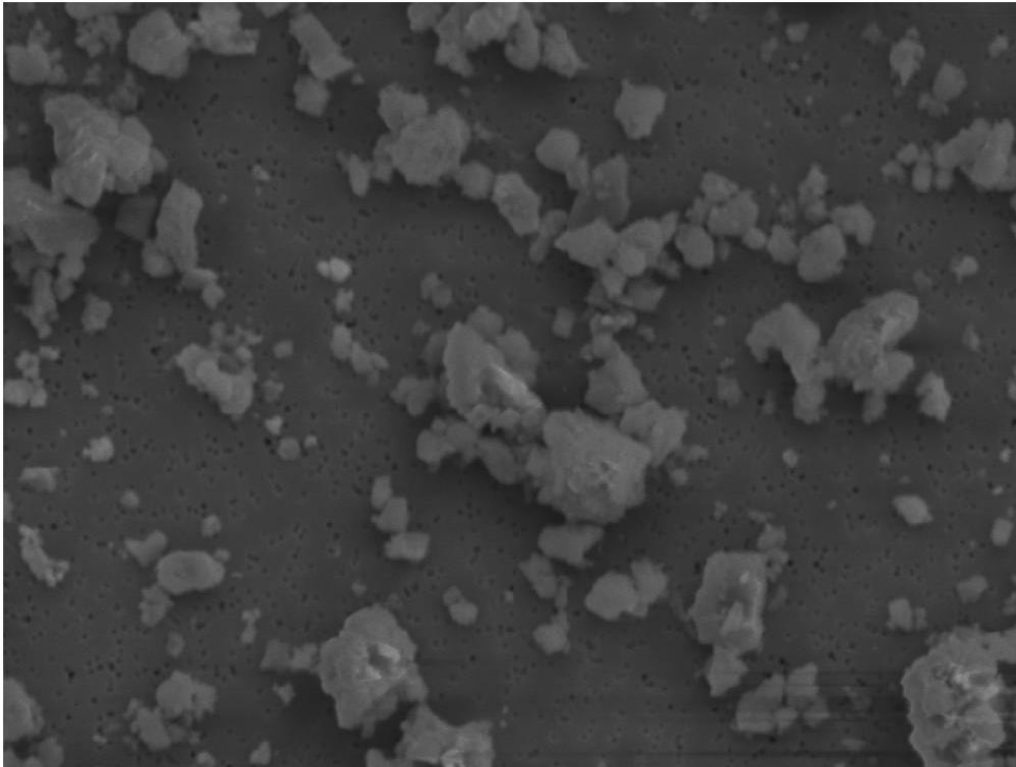
10 $\mu$ m

**Figura\_a 50 – “cinzas volantes” captação com ampliação a 3500 vezes**



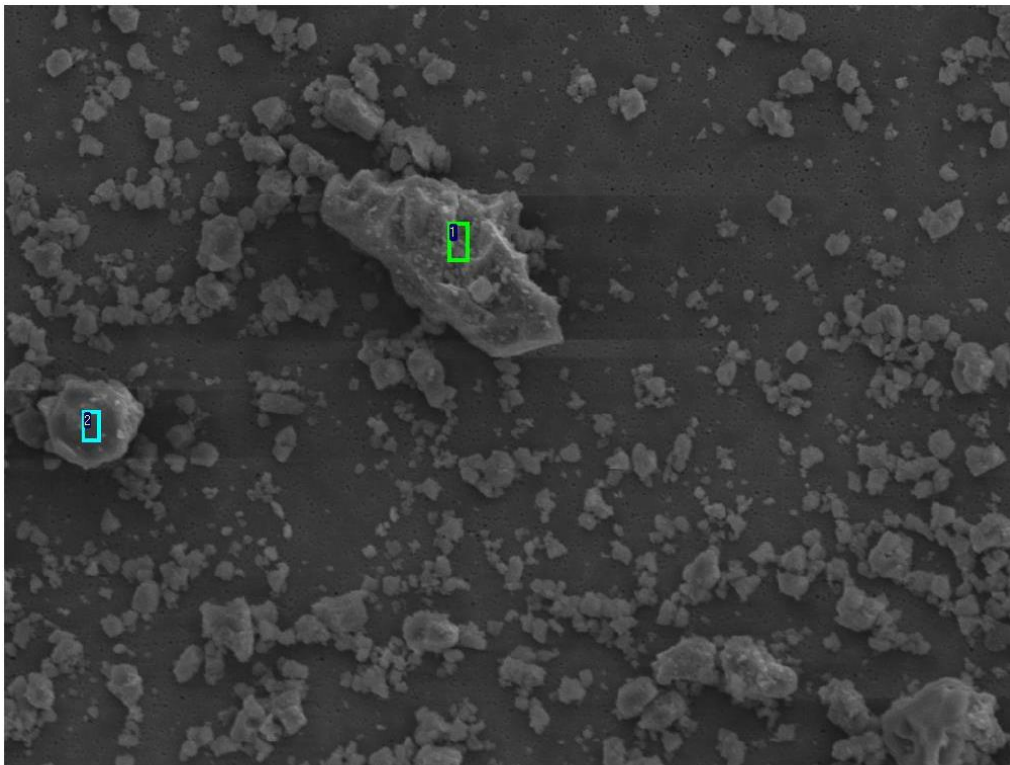
60 $\mu$ m

**Figura\_a 51 – “fíler calcário” captação com ampliação a 1000 vezes**



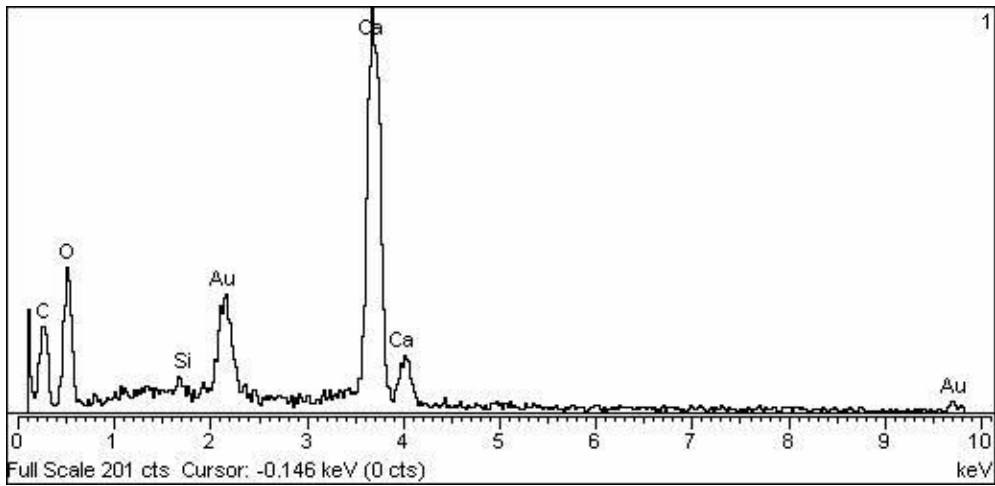
30µm

Figura\_a 52 – “fíler calcário” captação com ampliação a 2000 vezes

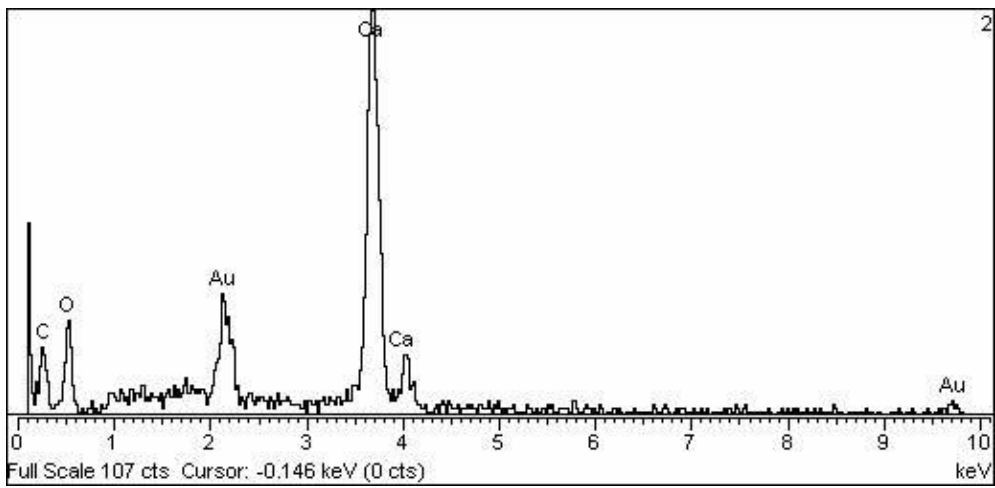


60µm

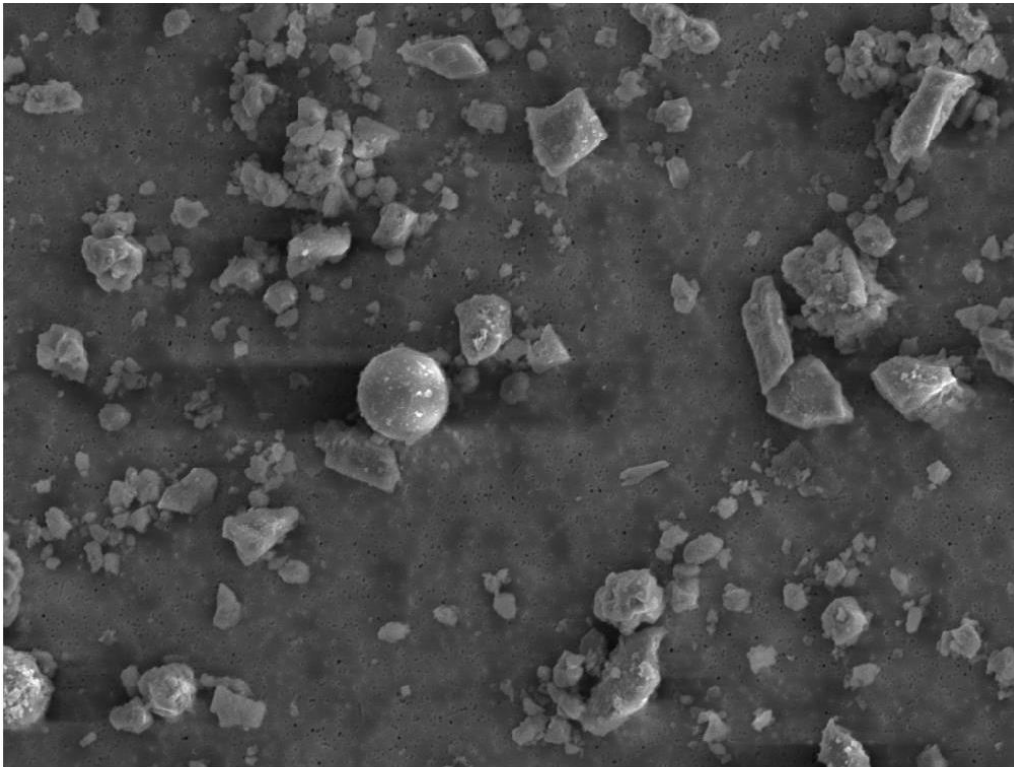
Figura\_a 53 – “fíler calcário” captação com ampliação a 1000 vezes



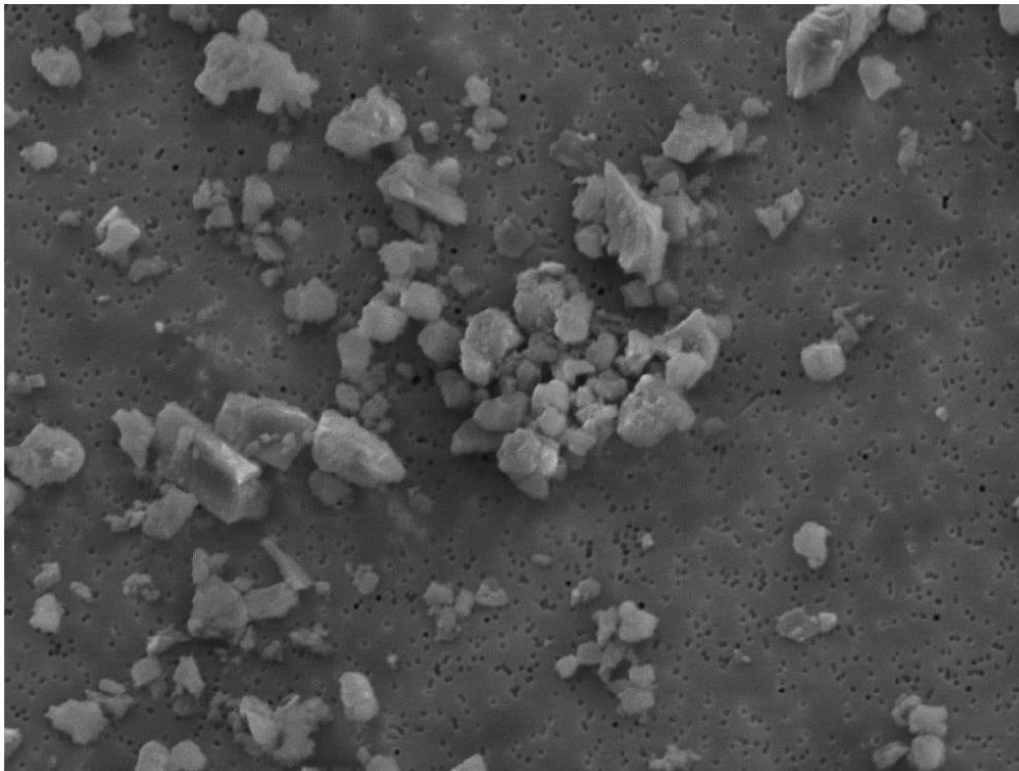
Figura\_a 54 – Determinação dos íões por difração de Raio x no local 1 identificado na Figura\_a 53



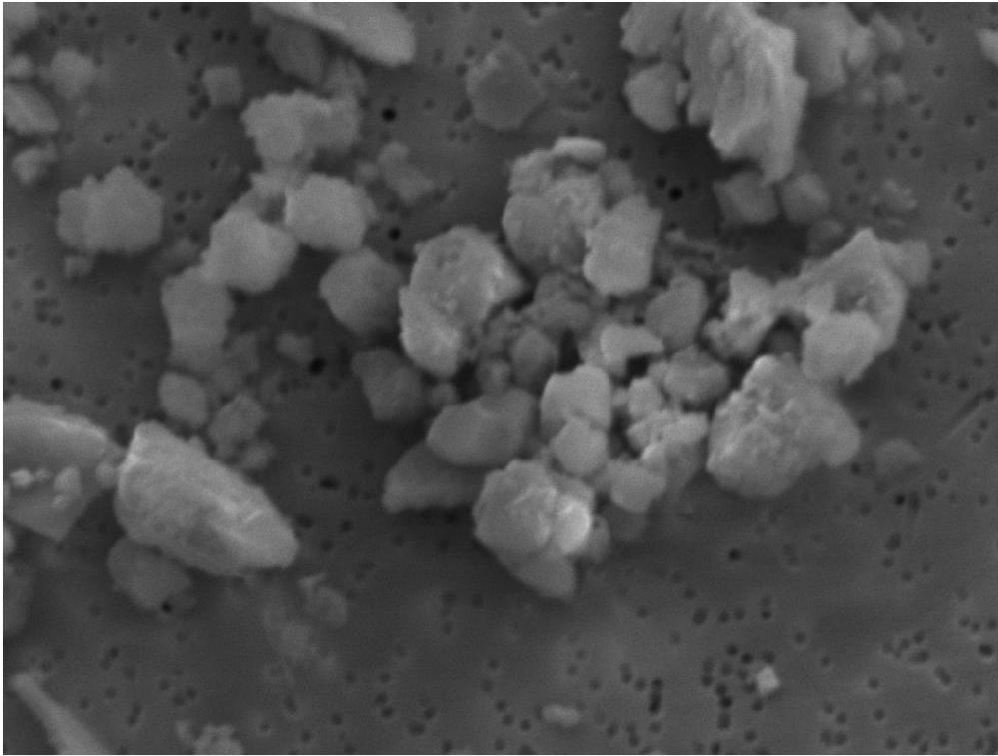
Figura\_a 55 – Determinação dos íões por difração de Raio x no local 2 identificado na Figura\_a 53



60 $\mu$ m  
**Figura\_a 56 – “fíler recuperado” captação com ampliação a 1000 vezes**

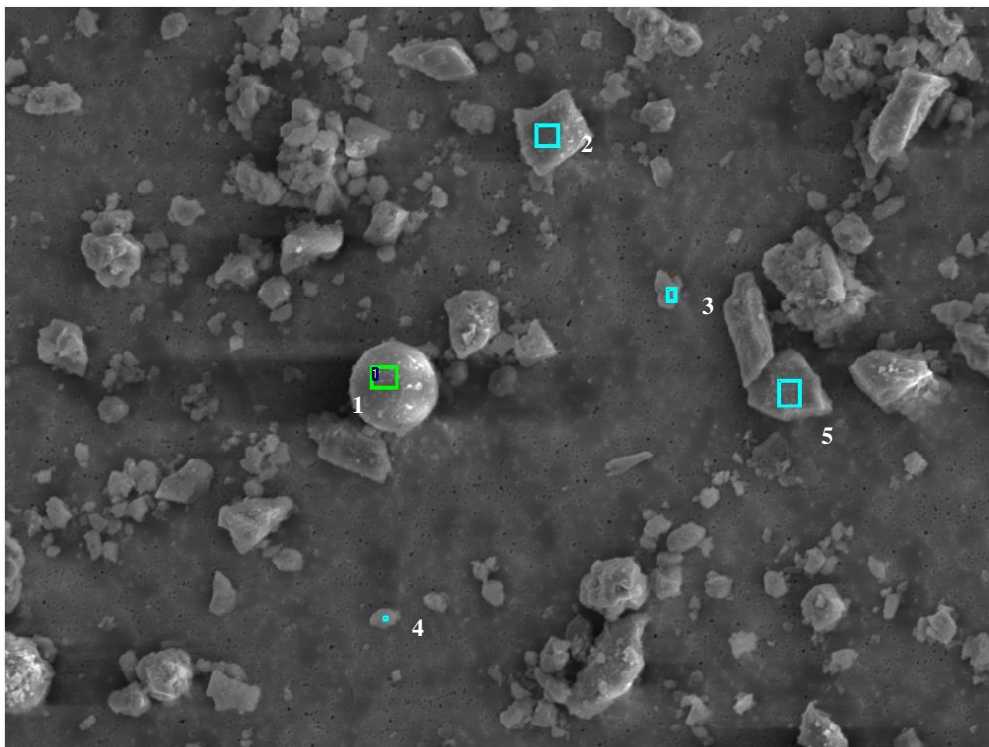


30 $\mu$ m  
**Figura\_a 57– “fíler recuperado” captação com ampliação a 2000 vezes**



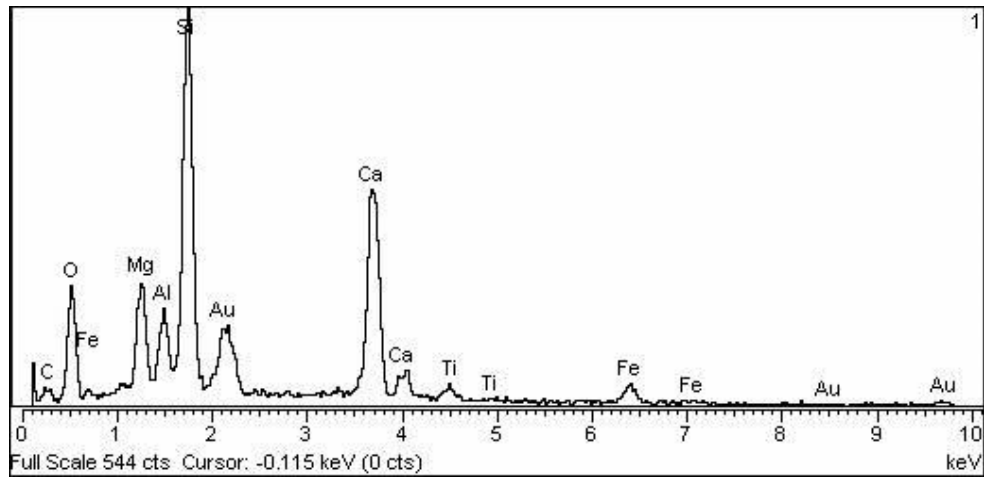
10 $\mu$ m

Figura\_a 58 – “fíler recuperado” captação com ampliação a 3500 vezes

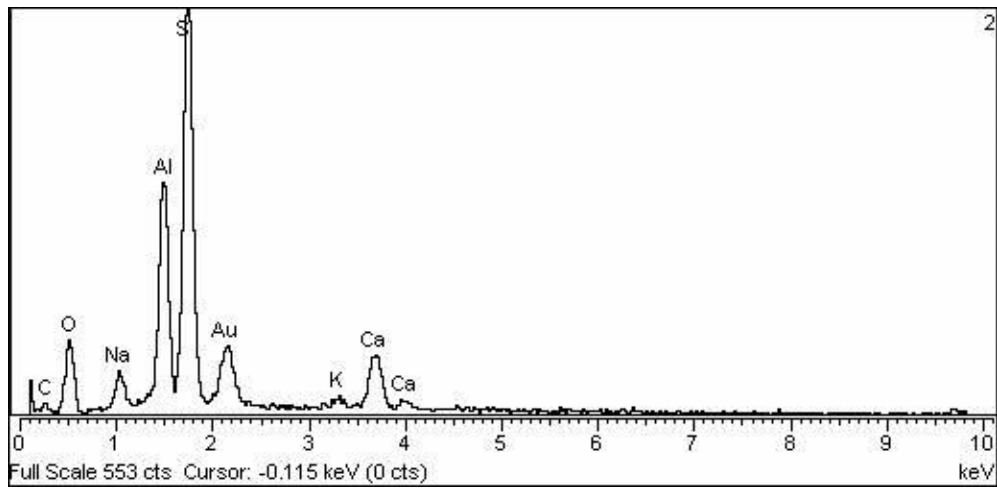


60 $\mu$ m

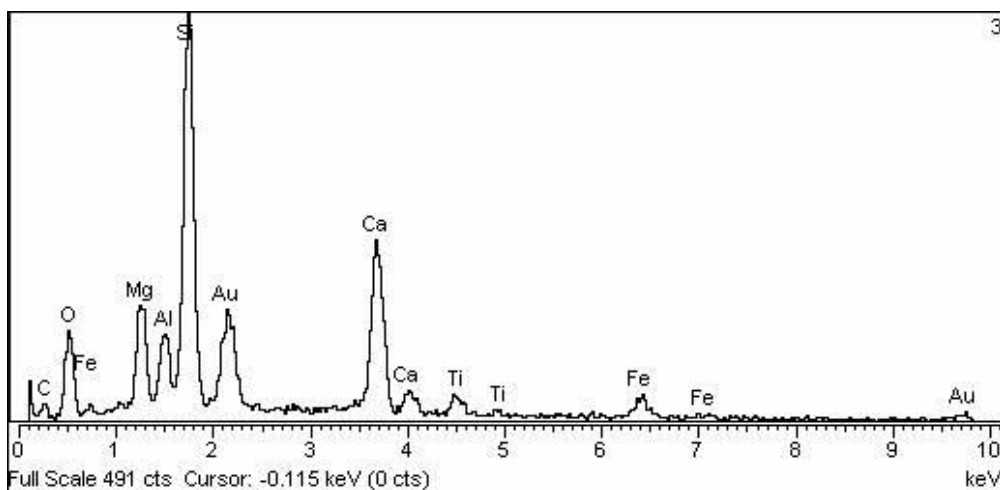
Figura\_a 59 – “fíler recuperado” captação com ampliação a 1000 vezes com pontos de difração de Raio x assinalados



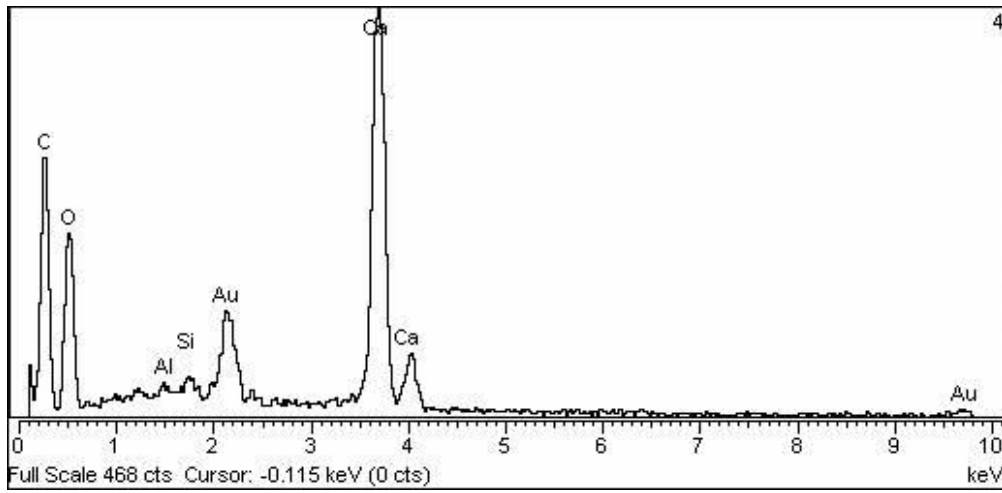
Figura\_a 60 - Determinação dos íões por difração de Raio x no local 1 identificado na Figura\_a 59



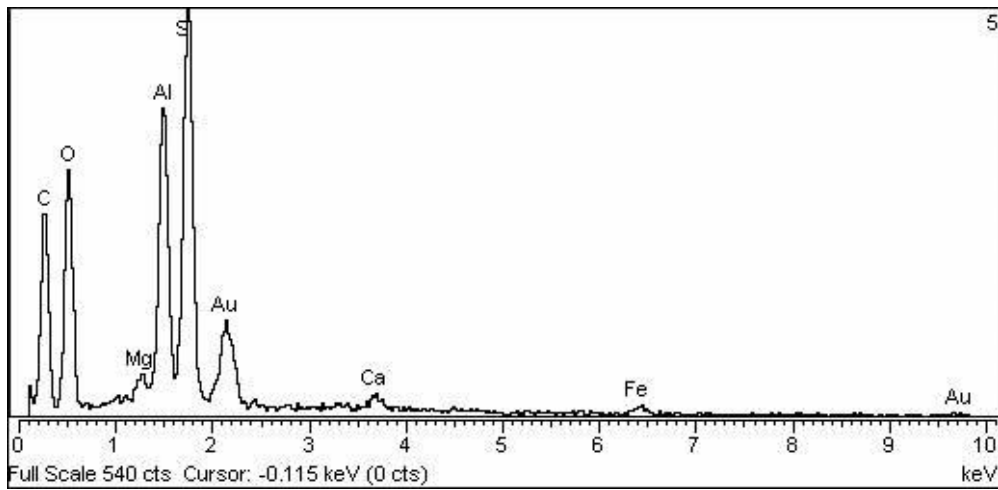
Figura\_a 61 - Determinação dos íões por difração de Raio x no local 2 identificado na Figura\_a 59



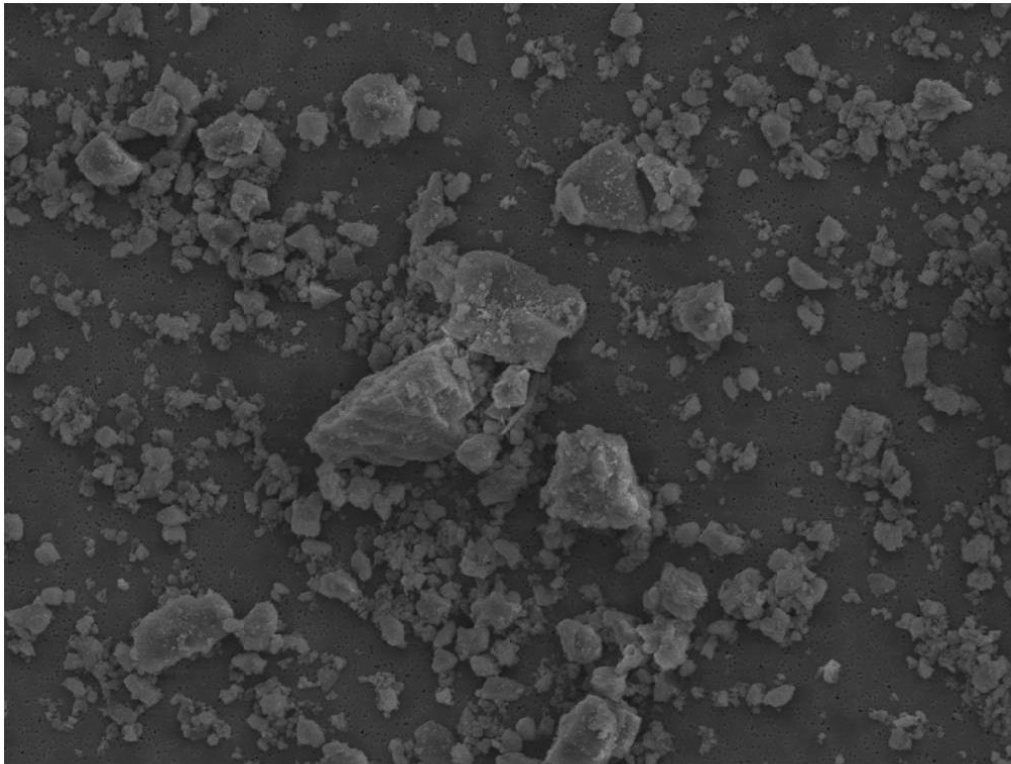
Figura\_a 62 - Determinação dos íões por difração de Raio x no local 3 identificado na Figura\_a 59



Figura\_a 63 - Determinação dos íons por difração de Raio x no local 4 identificado na Figura\_a 59

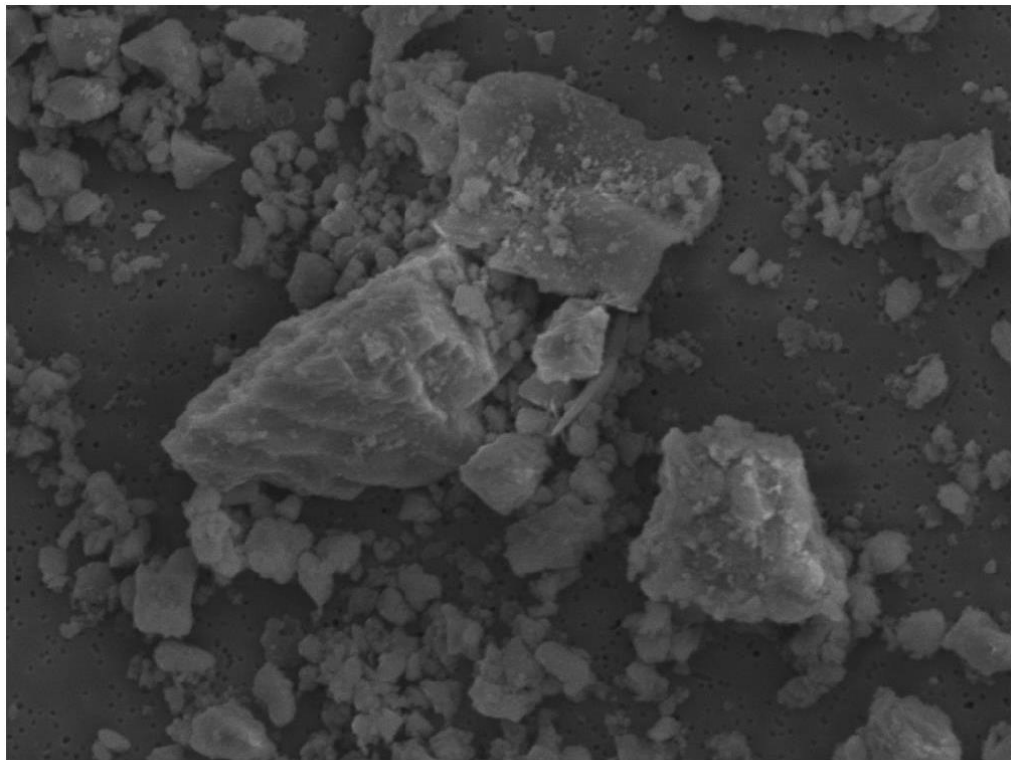


Figura\_a 64 - Determinação dos íons por difração de Raio x no local 5 identificado na Figura\_a 59



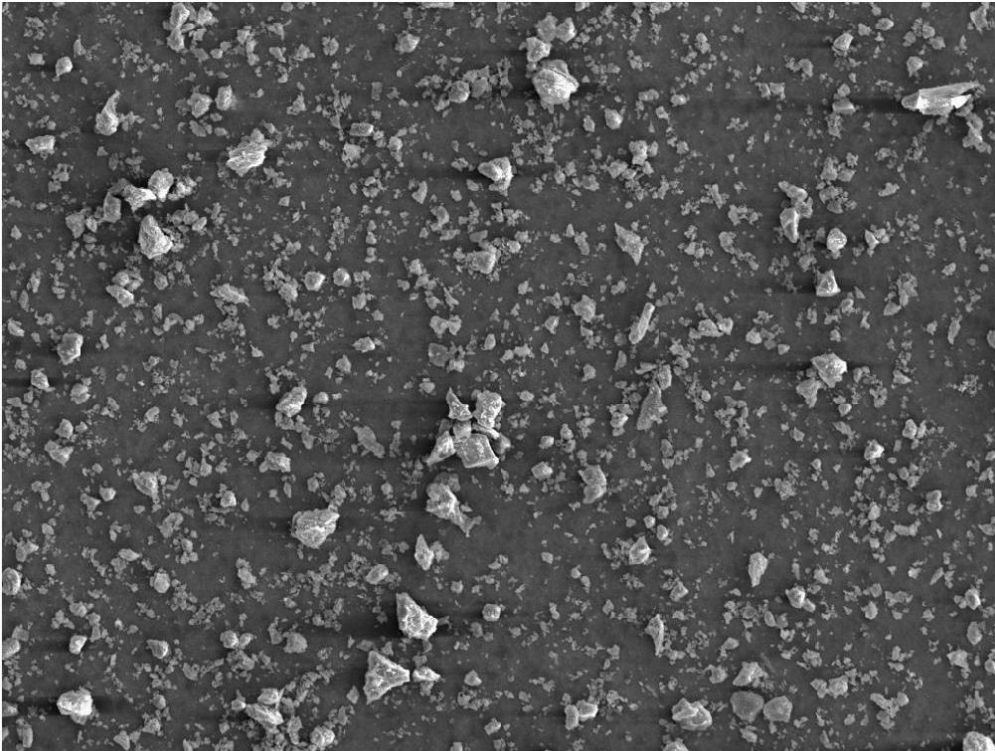
60 $\mu$ m

**Figura\_a 65 – “filer de RCD” captação com ampliação a 1000 vezes**



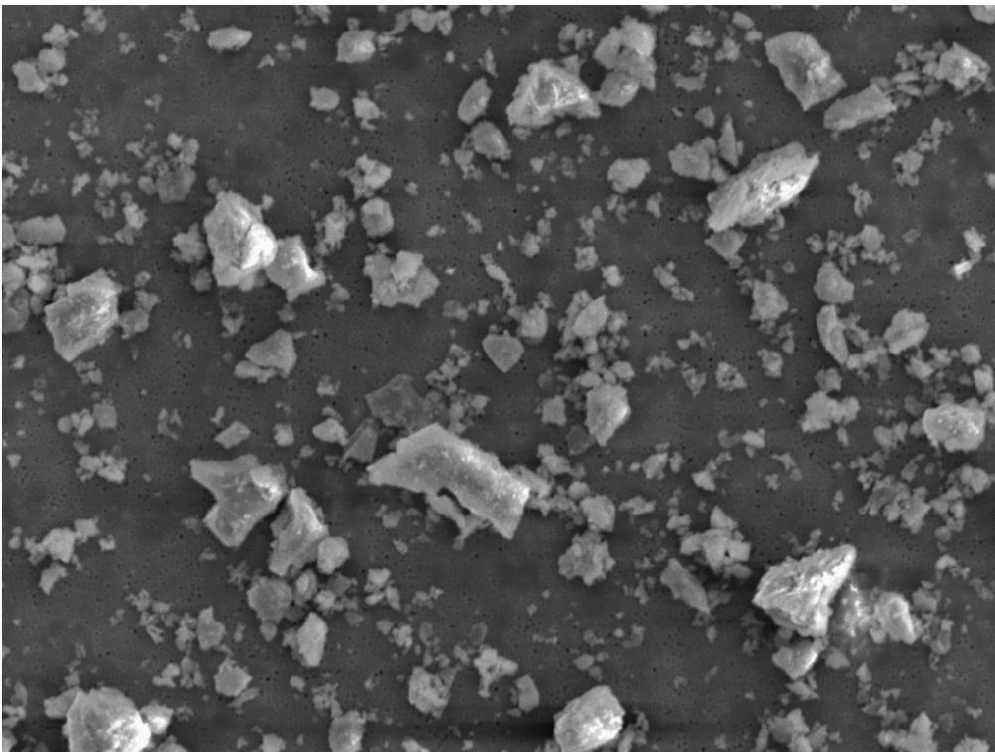
30 $\mu$ m

**Figura\_a 66 – “filer de RCD” captação com ampliação a 2000 vezes**



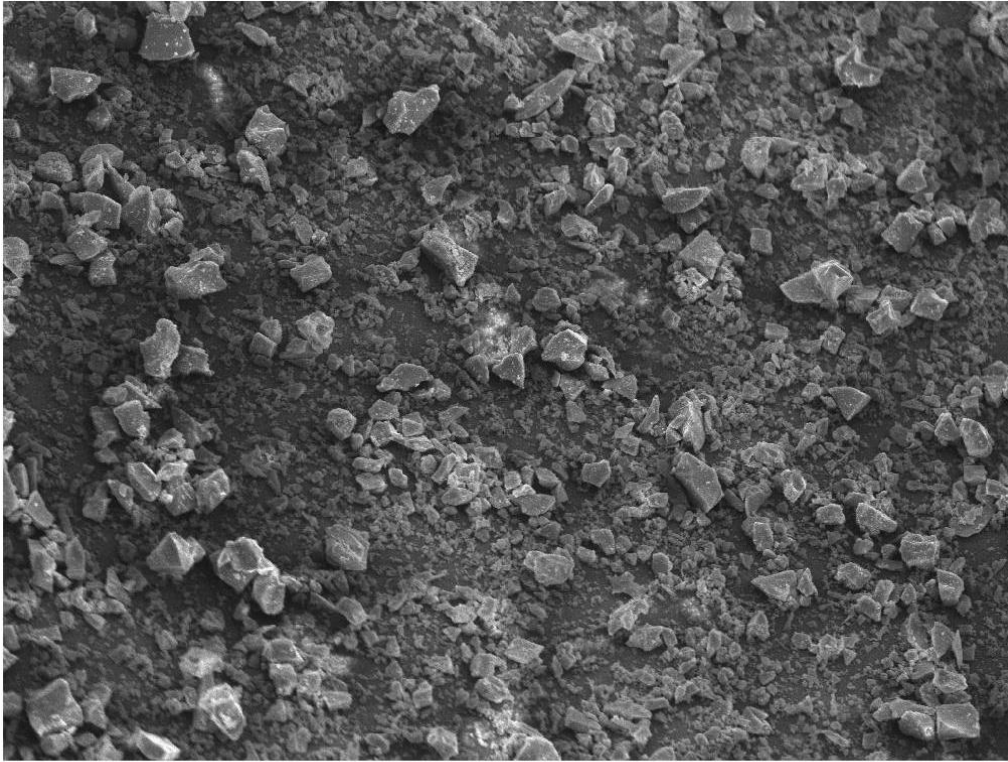
200 $\mu$ m

Figura\_a 67 – “fíler pó de tijolo” captação com ampliação a 300 vezes



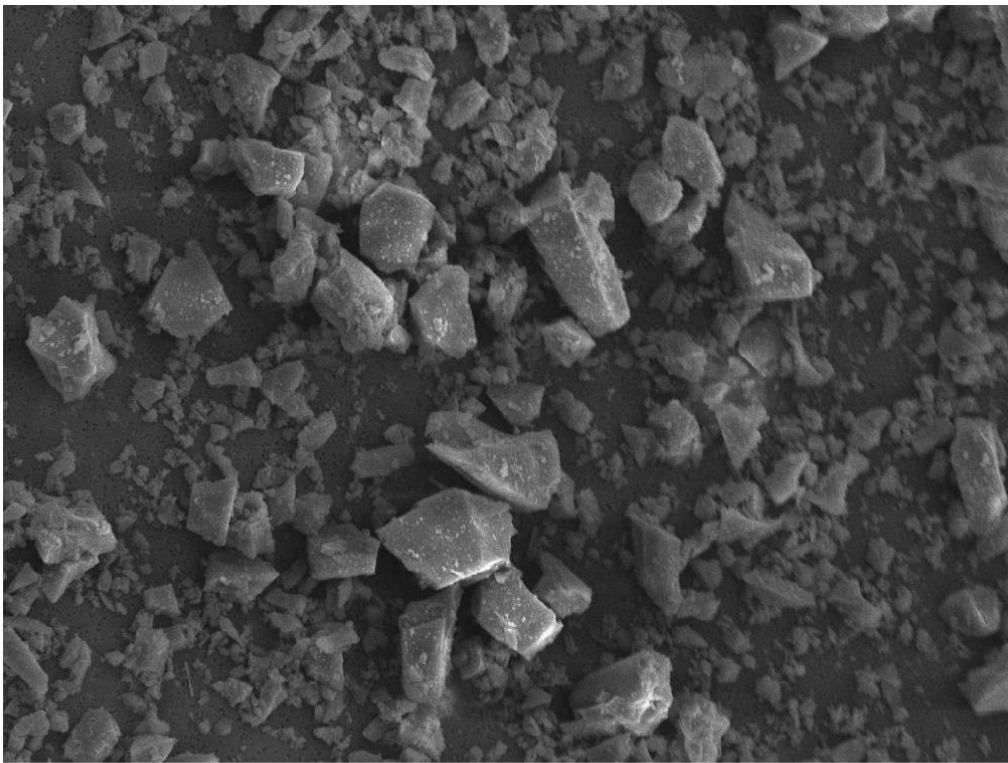
60 $\mu$ m

Figura\_a 68 – “fíler pó de tijolo” captação com ampliação a 1000 vezes



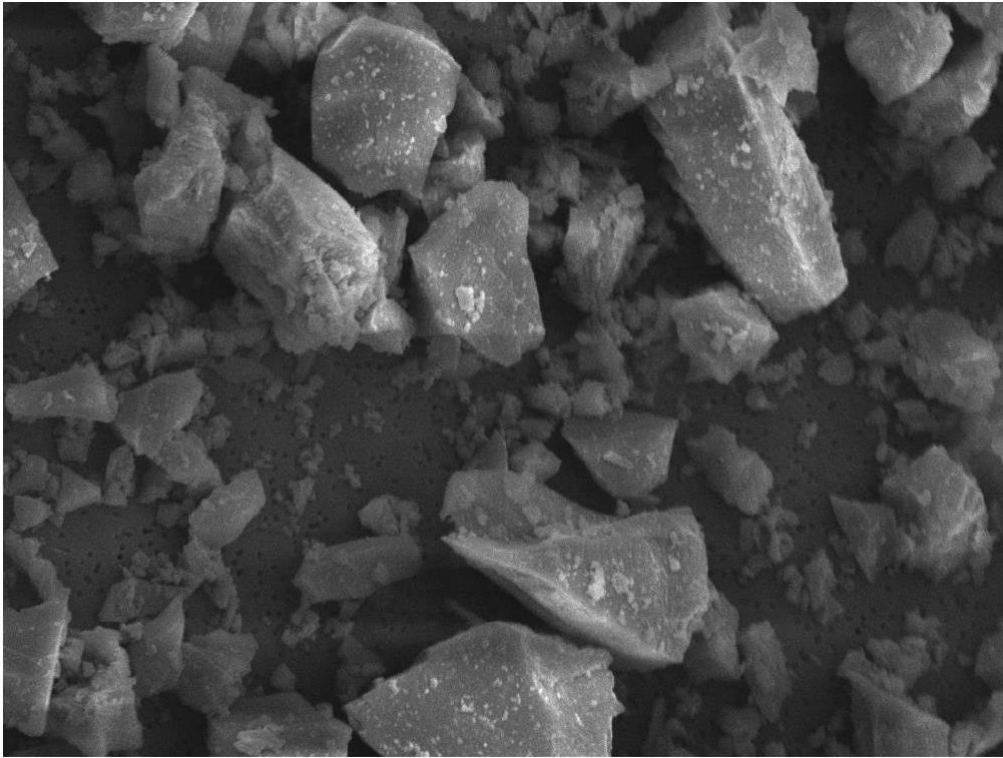
200 $\mu$ m

Figura\_a 69 – “filer de areia de rio” captação com ampliação a 300 vezes



60 $\mu$ m

Figura\_a 70 – “filer de areia de rio” captação com ampliação a 1000 vezes



30µm

Figura\_a 71 – “fíler de areia de rio” captação com ampliação a 2000 vezes