



LABORATÓRIO NACIONAL
DE ENGENHARIA CIVIL

DEPARTAMENTO DE MATERIAIS
Núcleo de Materiais Metálicos

Proc. 0204/11/16163

CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA, MINERALÓGICA E MICROESTRUTURAL DE AMOSTRAS DE REVESTIMENTOS EXTERIORES DO PALÁCIO DO LIDADOR EM BEJA

Lisboa • Maio de 2008

OAC&T MATERIAIS

RELATÓRIO 156/2008 – NMM

**CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA, MINERALÓGICA E MICROESTRUTURAL DE
AMOSTRAS DE REVESTIMENTOS EXTERIORES DO PALÁCIO DO LIDADOR EM
BEJA**

**CHEMICAL, MINERALOGICAL AND MICROSTRUCTURAL CHARACTERIZATION OF
EXTERNAL RENDERING SAMPLES FROM THE BUILDING OF LIDADOR PALACE IN
BEJA**

**CARACTÉRISATION CHIMIQUE, MINÉRALOGIQUE ET MICROSTRUCTURELLE DES
ENDUITS EXTÉRIEURS DU PALAIS DU LIDADOR DE BEJA**

CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA, MINERALÓGICA E MICROESTRUTURAL DE AMOSTRAS DE REVESTIMENTOS EXTERIORES DO PALÁCIO DO LIDADOR EM BEJA

ÍNDICE DO TEXTO

	Pág.
1 – INTRODUÇÃO	1
2 – AMOSTRAS PARA ENSAIOS	1
2 – ANÁLISE ESTRATIGRÁFICA	3
3 – CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA E MINERALÓGICA	11
3.1 – Análise mineralógica por difractometria de raios X (DRX)	11
3.2 – Análise termogravimétrica e térmica diferencial (ATG/ATD)	15
3.3 – Determinação do teor de areia da argamassa de reboco e análise granulométrica da areia.....	17
3.4 – Análise química	20
4 – CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL.....	21
5 – APRECIACÃO GERAL DOS RESULTADOS.....	25
BIBLIOGRAFIA	27

ÍNDICE DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1 – Imagem do levantamento do estado de conservação dos revestimentos das fachadas exteriores do edifício, que foi elaborado no âmbito do projecto para a sua conservação e recuperação, e que mostra as zonas de extracção das amostras AM1 e AM2.....	2
Figura 2 – Imagem do levantamento do estado de conservação dos revestimentos das fachadas exteriores do edifício, que foi elaborado no âmbito do projecto para a sua conservação e recuperação, estando assinaladas as zonas de extracção das amostras AM3 a AM6.....	2
Figura 3 – Fotos dos locais de extracção das amostras AM1 e AM2.....	3
Figura 4 – Fotos dos locais de extracção das amostras AM4, AM5 e AM6.	4
Figura 5 – Aspectos da observação macroscópica da amostra 102NM07/01 (AM1): a) Superfície externa; b)	

Superfície interna; c) Perfil da amostra.	5
Figura 6 – Observação estratigráfica da amostra 102NM07/01 (AM1) em superfície polida à lupa binocular: a) Aspecto geral; b) Pormenor em maior ampliação da zona assinalada na imagem (a); c) Pormenor que mostra a diminuta espessura da camada de pintura.	5
Figura 7 – Aspectos da observação macroscópica da amostra 102NM07/02 (AM2): a) Superfície externa; b) Superfície interna; c) Perfil da amostra.	6
Figura 8 – Observação estratigráfica da amostra 102NM07/02 (AM2) em superfície polida à lupa binocular: a) Aspecto geral da amostra; b) Pormenor em maior ampliação da zona seleccionada na imagem (a); c) Pormenor da camada de pintura.	6
Figura 9 – Aspectos da observação macroscópica da amostra 102NM07/03 (AM4): a) Superfície externa; b) Superfície interna; c) Perfil da amostra.	7
Figura 10 – Observação estratigráfica da amostra 102NM07/03 (AM4) em superfície polida à lupa binocular: a) Aspecto geral da amostra; b) Pormenor em maior ampliação da zona seleccionada na imagem (a), onde é visível a fina camada de pintura.	7
Figura 11 – Aspectos da observação macroscópica da amostra 102NM07/04 (AM5): a) Superfície externa; b) Superfície interna; c) Perfil da amostra.	8
Figura 12 – Observação estratigráfica da amostra 102NM07/04 (AM5) em superfície polida à lupa binocular: a) Aspecto da amostra onde são visíveis as duas camadas de argamassa; b) Pormenor da argamassa exterior; c) Aspecto da argamassa interior; d) Pormenor da argamassa interior.	9
Figura 13 – Aspectos da observação macroscópica da amostra 102NM07/05 (AM6): a) Superfície externa; b) Superfície interna; c) Perfil da amostra.	10
Figura 14 – Observação estratigráfica da amostra 102NM07/05 (AM6) em superfície polida à lupa binocular: a) Aspecto geral da amostra; b) Pormenor em maior ampliação da zona seleccionada na imagem (a); c) Pormenor onde é visível a fina camada de pintura.	10
Figura 15 – Registos difractométricos da argamassa da amostra AM2, Global (vermelho) e Fracção Fina (azul). Notação: M – Mica; Af – Anfíbola; G – Gesso; K – Caulinite; F – Feldspatos; Q – Quartzo; C – Calcite.	12
Figura 16 – Registo difractométrico do barramento da amostra AM2. Notação: Q – Quartzo; C – Calcite; F – Feldspatos; Ha – Halite.	12
Figura 17 – Registos difractométricos da argamassa de reboco da amostra AM5, Global (vermelho) e Fracção Fina (azul). Notação: Cl – Clorite; K – Caulinite; Af – Anfíbola; F – Feldspatos; Q – Quartzo; C – Calcite.	13
Figura 18 – Registos difractométricos da argamassa de acabamento (Global) da amostra AM5. Notação: Af – Anfíbola; K – Caulinite; Cl – Clorite; F – Feldspatos; Q – Quartzo; C – Calcite.	13
Figura 19 – Registo difractométrico da pintura da amostra AM5. Notação: Af – Anfíbola; Cl – Clorite; F –	

Feldspatos; Q – Quartz; C – Calcite; Ha – Halite.	14
Figura 20 – Registo ATG/DTG/ATD da argamassa da amostra AM2.	16
Figura 21 – Registo ATG/DTG/ATD da argamassa de reboco da amostra AM5.	17
Figura 22 – Curvas granulométricas das areias das argamassas de reboco das amostras AM2 e AM5.	18
Figura 23 – Aspecto da areia da argamassa da amostra AM2 correspondente às fracções granulométricas: a) 0,315 a 0,630 mm; b) 0,630 a 1,25 mm; c) 1,25 a 2,50 mm.	19
Figura 24 – Aspecto da areia da argamassa de reboco da amostra AM5 correspondente às fracções granulométricas: a) 0,315 a 0,630 mm; b) 0,630 a 1,25 mm; c) 1,25 a 2,50 mm.	20
Figura 25 – Aspectos microestruturais da argamassa da amostra AM2; a) Aspecto geral da amostra; b) Pormenor da pasta do ligante em que o espectro EDS em c) confirma ser de cal aérea calcítica.	22
Figura 26 – Aspectos microestruturais da argamassa da amostra AM2; a) Pormenor de halite (NaCl) e respectivo espectro EDS em b); c) Esporo dum fungo de origem biológica; d) Formações de gesso e respectivo espectro EDS em e).	23
Figura 27 – Aspectos microestruturais da argamassa de reboco da amostra AM5; a) Aspecto geral da amostra; b) Pormenor da pasta do ligante carbonatada e que o espectro EDS em c) indica ser de cal aérea calcítica; d) Zona da amostra a pequena ampliação onde são visíveis colonizações biológicas; e,f) Pormenores de colonizações biológicas.	24

ÍNDICE DE QUADROS

	Pág.
Quadro 1 – Identificação e referenciação das amostras.	1
Quadro 2 – Composição mineralógica qualitativa das amostras.	14
Quadro 3 – Perdas de massa (em %) em diferentes gamas de temperatura para as argamassas de reboco.	17
Quadro 4 – Análise granulométrica da argamassa da amostra AM2 (valores em %)	18
Quadro 5 – Análise granulométrica da argamassa de reboco da amostra AM5 (valores em %)	18
Quadro 6 – Teores (em %) de álcalis, sulfatos, cloretos, sílica solúvel e resíduo insolúvel da argamassa da amostra AM2.	21
Quadro 7 – Composição simplificada das argamassas (% em massa).	21

CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA, MINERALÓGICA E MICROESTRUTURAL DE AMOSTRAS DE REVESTIMENTOS EXTERIORES DO PALÁCIO DO LIDADOR EM BEJA

1 – INTRODUÇÃO

O presente trabalho insere-se no estudo “Desenvolvimento de métodos de caracterização química e microestrutural e de diagnóstico da patologia dos materiais”, Procº 0204/11/16163, incluído no projecto de investigação programada do LNEC para 2005 – 2008 “Qualidade dos Materiais”.

Foram analisadas amostras de revestimentos exteriores provenientes do Palácio do Lidador em Beja, que foram disponibilizadas na sequência de trabalhos empreendidos pela Câmara Municipal de Beja que contemplaram a recuperação, consolidação e preenchimento de lacunas e reintegração cromática dos revestimentos e acabamentos exteriores do edifício. O trabalho consistiu na caracterização de cinco revestimentos exteriores, nomeadamente com a realização de análises estratigráficas de todas as amostras e de análise química, mineralógica e microestrutural [1] das argamassas de duas das amostras.

Neste Relatório incluiu-se a descrição das amostras e o modo de preparação para os ensaios, apresentam-se os resultados obtidos e faz-se a sua apreciação.

2 – AMOSTRAS PARA ENSAIOS

As amostras de revestimentos, que foram identificadas no LNEC conforme se indica no quadro 1, foram extraídas por Técnicos da Câmara Municipal de Beja das zonas assinaladas nas figuras 1 a 4.

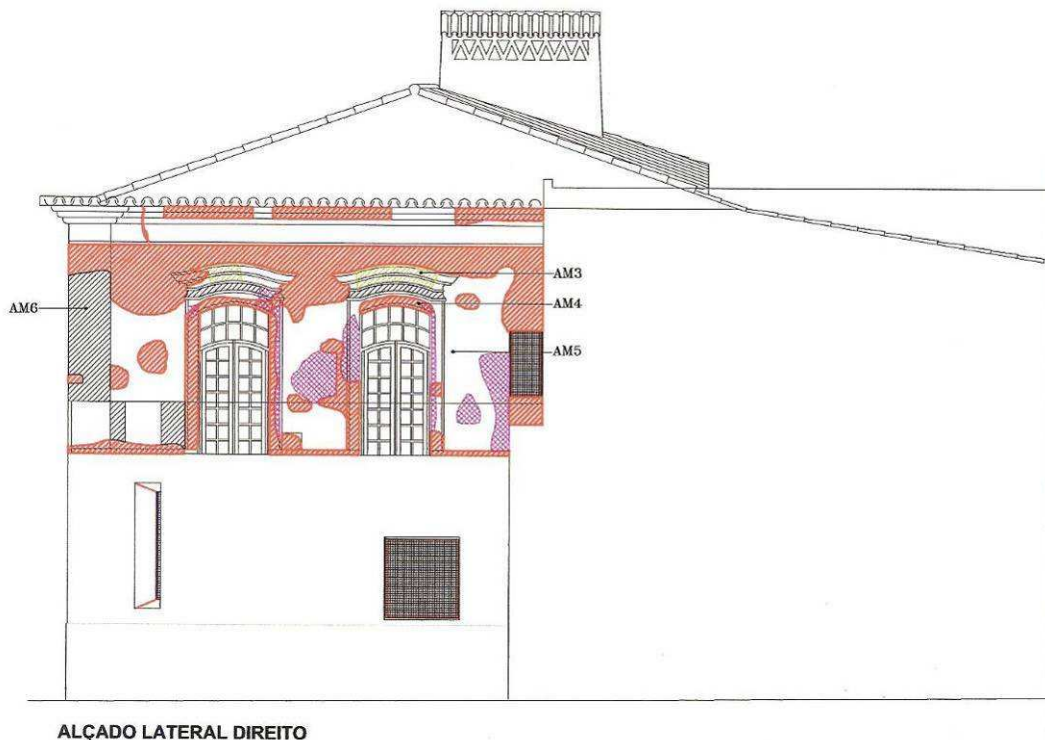
Quadro 1 – Identificação e referenciação das amostras.

Identificação	Referenciação
102NM07/01	AM1
102NM07/02	AM2
102NM07/03	AM4
102NM07/04	AM5
102NM07/05	AM6



ALÇADO SOBRE O LARGO DO LIDADOR

Figura 1 – Imagem do levantamento do estado de conservação dos revestimentos das fachadas exteriores do edifício, elaborado no âmbito do projecto para a sua conservação e recuperação, que assinala as zonas de extracção das amostras AM1 e AM2.



ALÇADO LATERAL DIREITO

Figura 2 – Imagem do levantamento do estado de conservação dos revestimentos das fachadas exteriores do edifício, elaborado no âmbito do projecto para a sua conservação e recuperação, estando assinaladas as zonas de extracção das amostras AM3 a AM6.



Figura 3 – Fotos dos locais de extracção das amostras AM1 e AM2.

2 – ANÁLISE ESTRATIGRÁFICA

As observações da estratigrafia foram realizadas num microscópio estereoscópico OLYIMPUS SZH, em provetes impregnados com resina EPOXY em câmara de vácuo e polidos de modo a obter uma superfície adequada. A observação macroscópica e estratigráfica de cada amostra (figuras 5 a 14) é descrita de seguida.

Amostra 102NM07/01 (AM1):

Amostra de revestimento constituída por uma argamassa de acabamento e uma camada de pintura:

- *argamassa de acabamento* de coloração castanha clara com espessura de cerca de 3 a 4 mm, observando-se nódulos brancos de cal de pequenas dimensões e agregados siliciosos de forma e coloração diferenciada;
- *pintura*, tipo caiação com coloração creme e com cerca de 100 μ m de espessura.



Figura 4 – Fotos dos locais de extracção das amostras AM4, AM5 e AM6.

Amostra 102NM07/02 (AM2)

A amostra de revestimento é constituída por uma argamassa de acabamento com uma pintura azul com barras castanhas, usando uma técnica de fingidos de pedra. A amostra é pouco resistente e desagrega-se com facilidade:

- *argamassa de acabamento*, de coloração castanha clara com uma espessura aproximada de 4mm, os agregados, de aparência siliciosa, são de pequena dimensão; são também visíveis alguns pequenos nódulos brancos, indiciando ter como como ligante a cal aérea calcítica;
- *pintura*, à base de cal, apresenta uma espessura inferior a 100 μm , de tonalidades azuis acinzentados e ainda uma barra acastanhada.

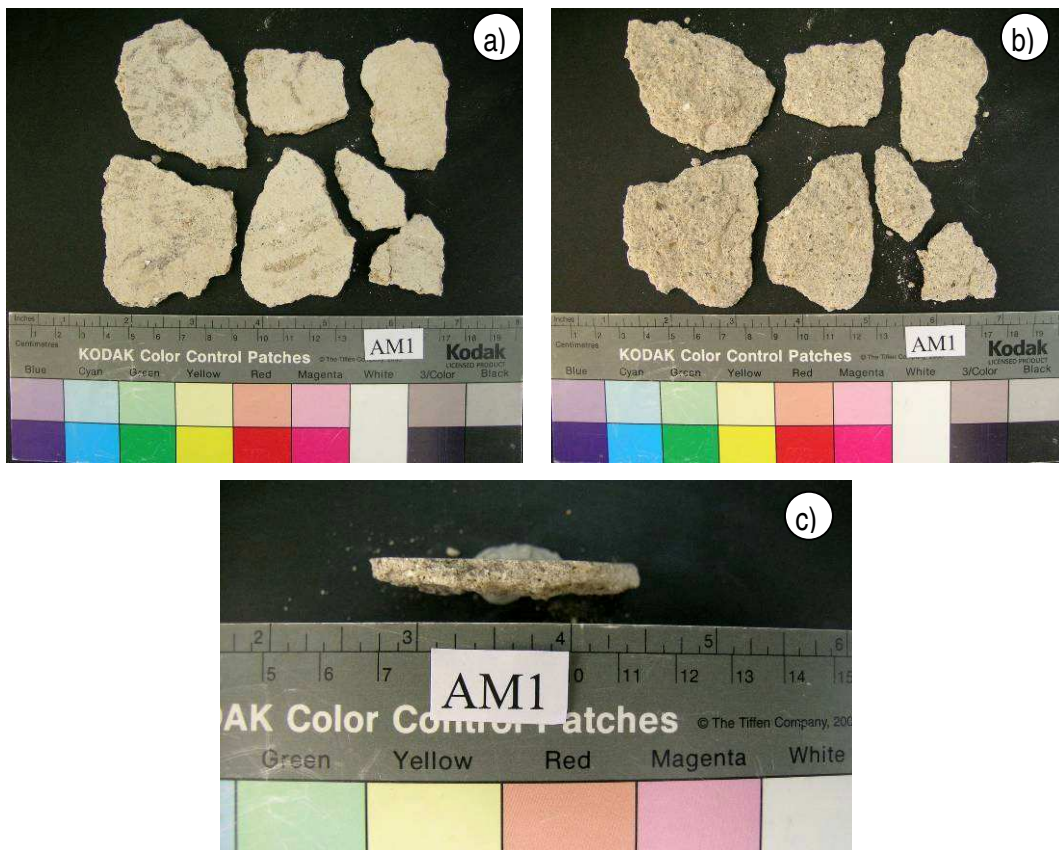


Figura 5 – Aspectos da observação macroscópica da amostra 102NM07/01 (AM1): a) Superfície externa; b) Superfície interna; c) Perfil da amostra.

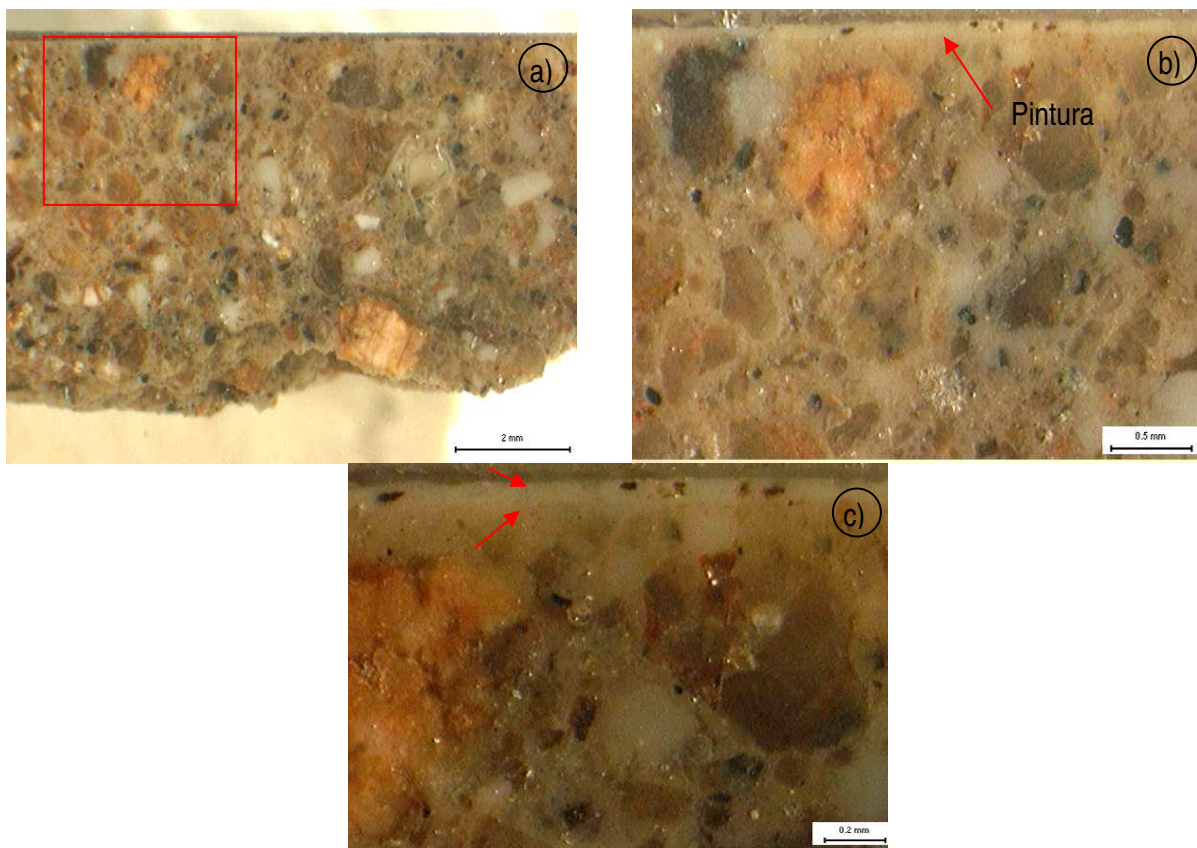


Figura 6 – Observação estratigráfica da amostra 102NM07/01 (AM1) em superfície polida à lupa binocular: a) Aspecto geral; b) Pormenor em maior ampliação da zona assinalada na imagem (a); c) Pormenor que mostra a diminuta espessura da camada de pintura.

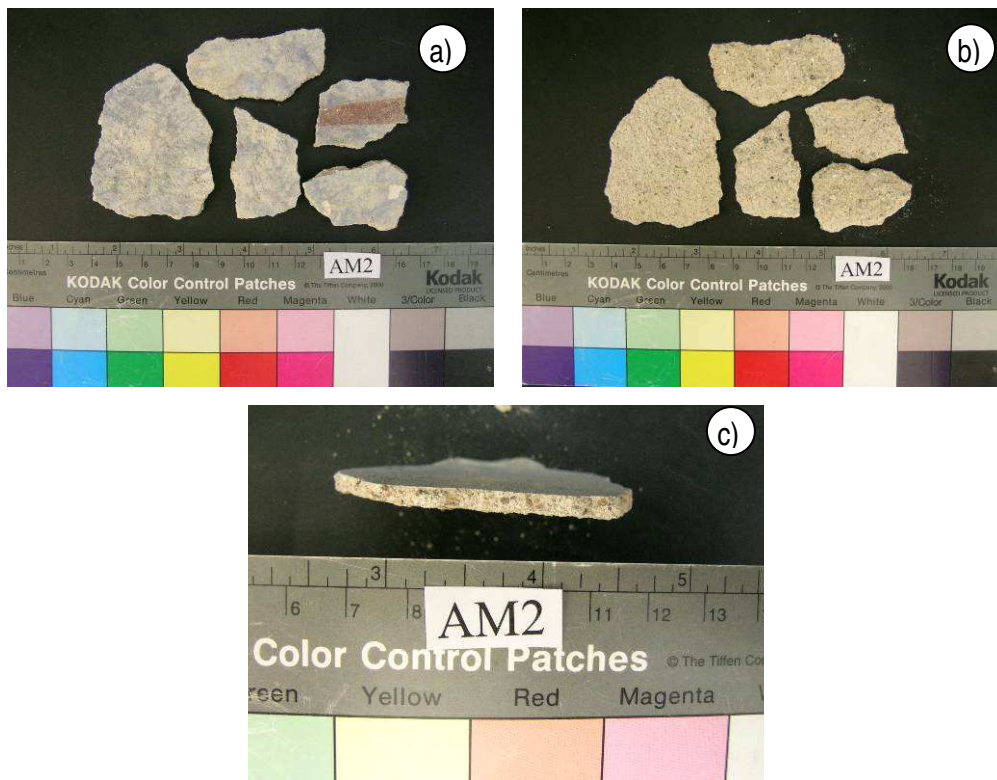


Figura 7 – Aspectos da observação macroscópica da amostra 102NM07/02 (AM2): a) Superfície externa; b) Superfície interna; c) Perfil da amostra.

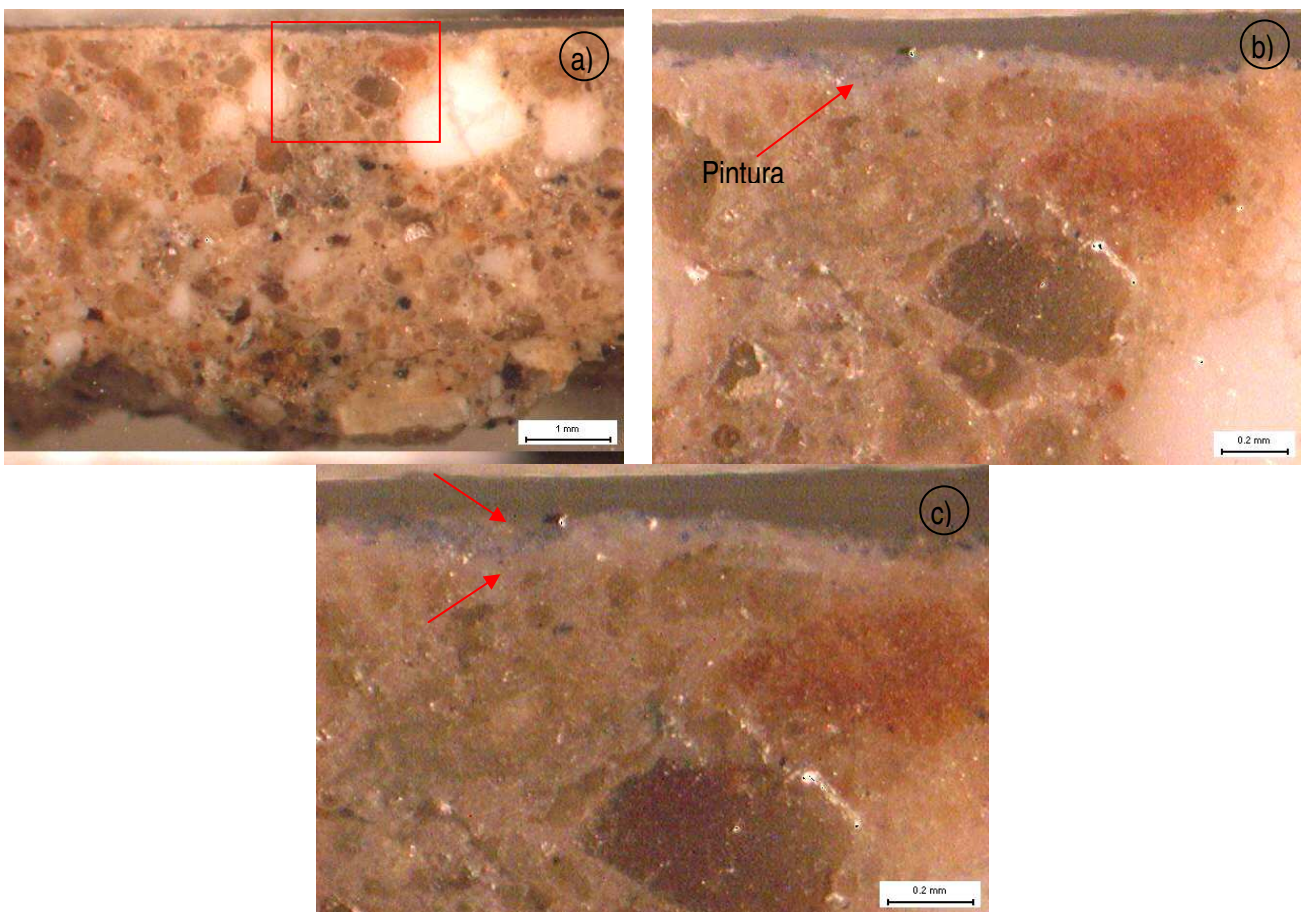


Figura 8 – Observação estratigráfica da amostra 102NM07/02 (AM2) em superfície polida à lupa binocular: a) Aspecto geral da amostra; b) Pormenor em maior ampliação da zona seleccionada na imagem (a); c) Pormenor da camada de pintura.

Amostra 102NM07/03 (AM4)

Amostra de revestimento constituída por uma argamassa de acabamento, uma camada de barramento e outra de pintura:

- *argamassa de acabamento* com cerca de 6 mm de espessura e coloração creme. São visíveis nódulos brancos de cal e os grãos de areia apresentam granulometria e cores variadas;
- *barramento* de cal de coloração branca, com cerca de 1 mm de espessura, sendo visíveis pequenos grãos de agregados siliciosos de coloração creme;
- *pintura*, tipo caiação, de coloração branca e com espessura variável ($< 100 \mu\text{m}$).



Figura 9 – Aspectos da observação macroscópica da amostra 102NM07/03 (AM4): a) Superfície externa; b) Superfície interna; c) Perfil da amostra.

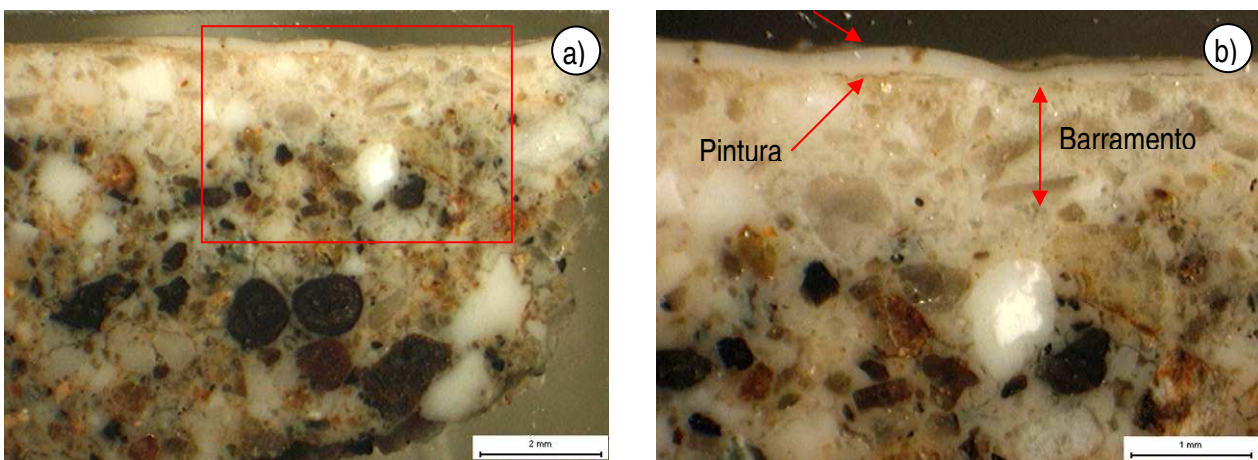


Figura 10 – Observação estratigráfica da amostra 102NM07/03 (AM4) em superfície polida à lupa binocular: a) Aspecto geral da amostra; b) Pormenor em maior ampliação da zona seleccionada na imagem (a), onde é visível a fina camada de pintura.

Amostra 102NM07/04 (AM5)

A amostra de revestimento constituída por duas camadas de argamassa e no exterior vestígios duma pintura de coloração verde e branca:

- *argamassa* de reboco interior com cerca de 8 mm de espessura, com agregados siliciosos de coloração e dimensões variadas, embora com dimensões superiores que os da argamassa da camada mais exterior; observam-se também nódulos brancos de cal de pequenas dimensões e pequenos fragmentos de madeira.
- *argamassa* de acabamento com cerca de 4 mm de espessura, apresenta agregados de coloração e natureza semelhantes aos da argamassa interior embora de mais pequena dimensão
- *pintura* tipo caição de coloração esverdeada embora ainda se distingam resíduos sobrejacentes de duma caição de coloração branca.

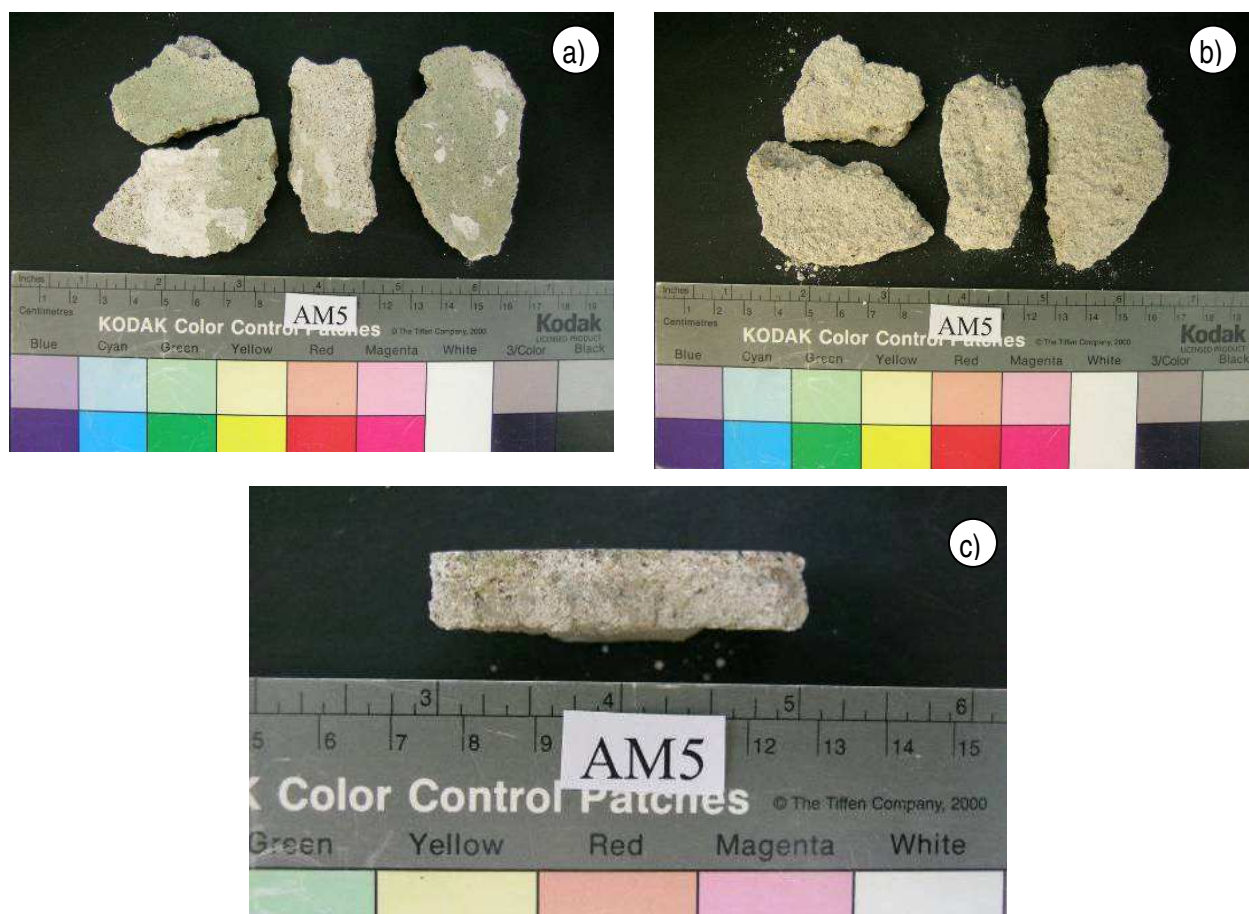


Figura 11 – Aspectos da observação macroscópica da amostra 102NM07/04 (AM5): a) Superfície externa; b) Superfície interna; c) Perfil da amostra.

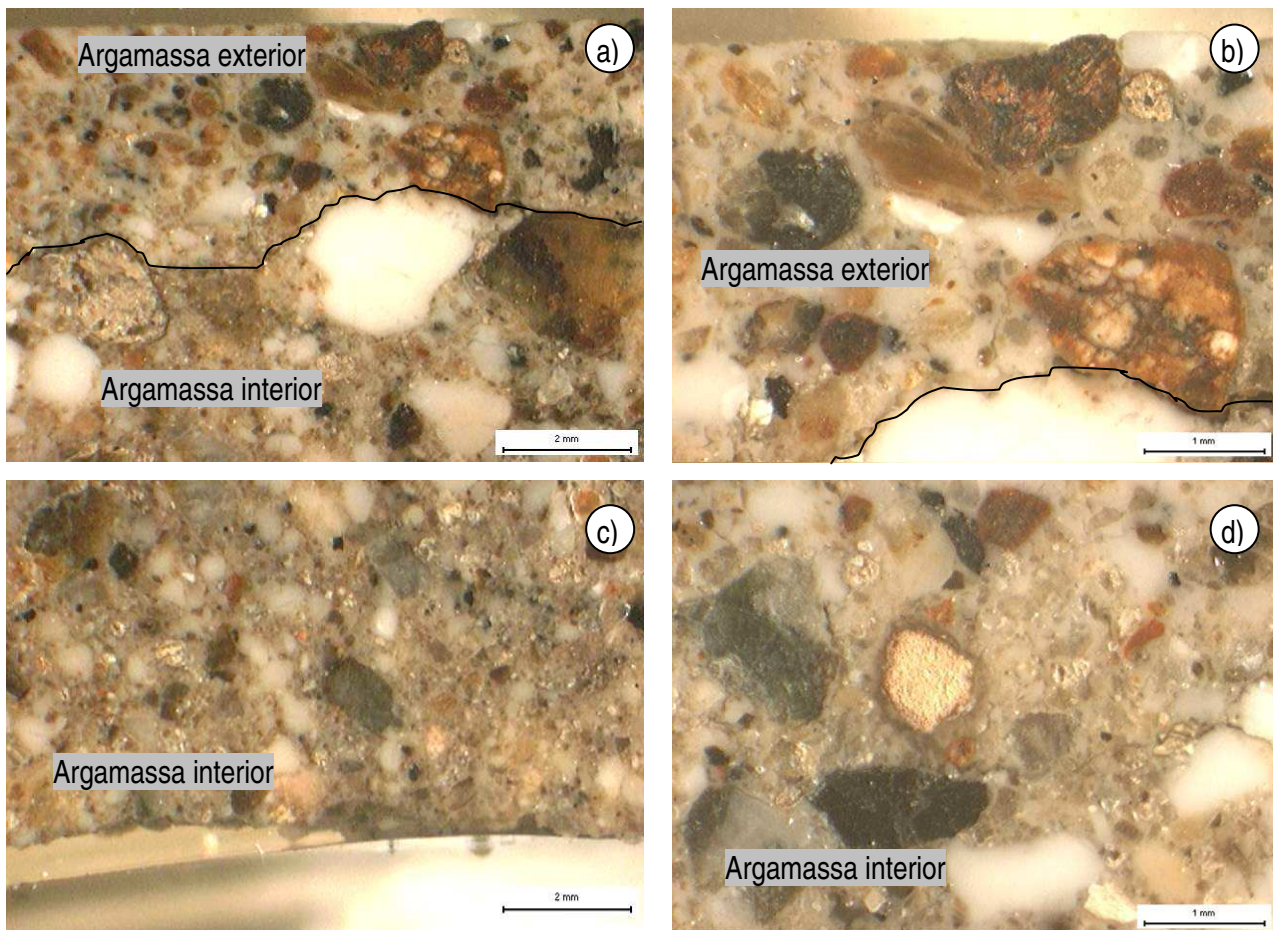


Figura 12 – Observação estratigráfica da amostra 102NM07/04 (AM5) em superfície polida à lupa binocular: a) Aspecto da amostra onde são visíveis as duas camadas de argamassa; b) Pormenor da argamassa exterior; c) Aspecto da argamassa interior; d) Pormenor da argamassa interior.

Amostra 102NM07/05 (AM6)

A amostra evidenciou um revestimento bastante resistente e de difícil desagregação, constituído por:

- *argamassa de acabamento* com cerca de 10 mm de espessura de coloração castanha clara, apresentando agregados siliciosos de pequenas dimensões e nódulos brancos de cal;
- *barramento* de coloração creme, com cerca de 2 mm de espessura e alguns grãos de agregados siliciosos de coloração creme claro.
- *pintura* tipo caiação de coloração acastanhada, mas pouco uniforme na coloração e na espessura.

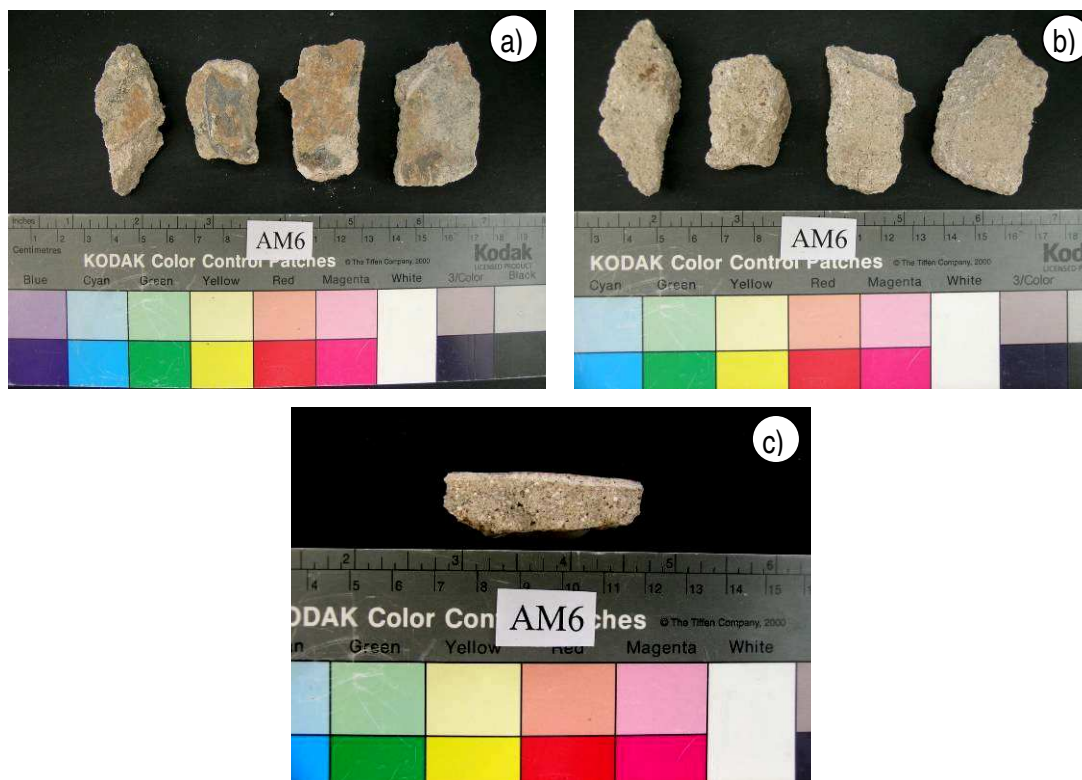


Figura 13 – Aspectos da observação macroscópica da amostra 102NM07/05 (AM6): a) Superfície externa; b) Superfície interna; c) Perfil da amostra.

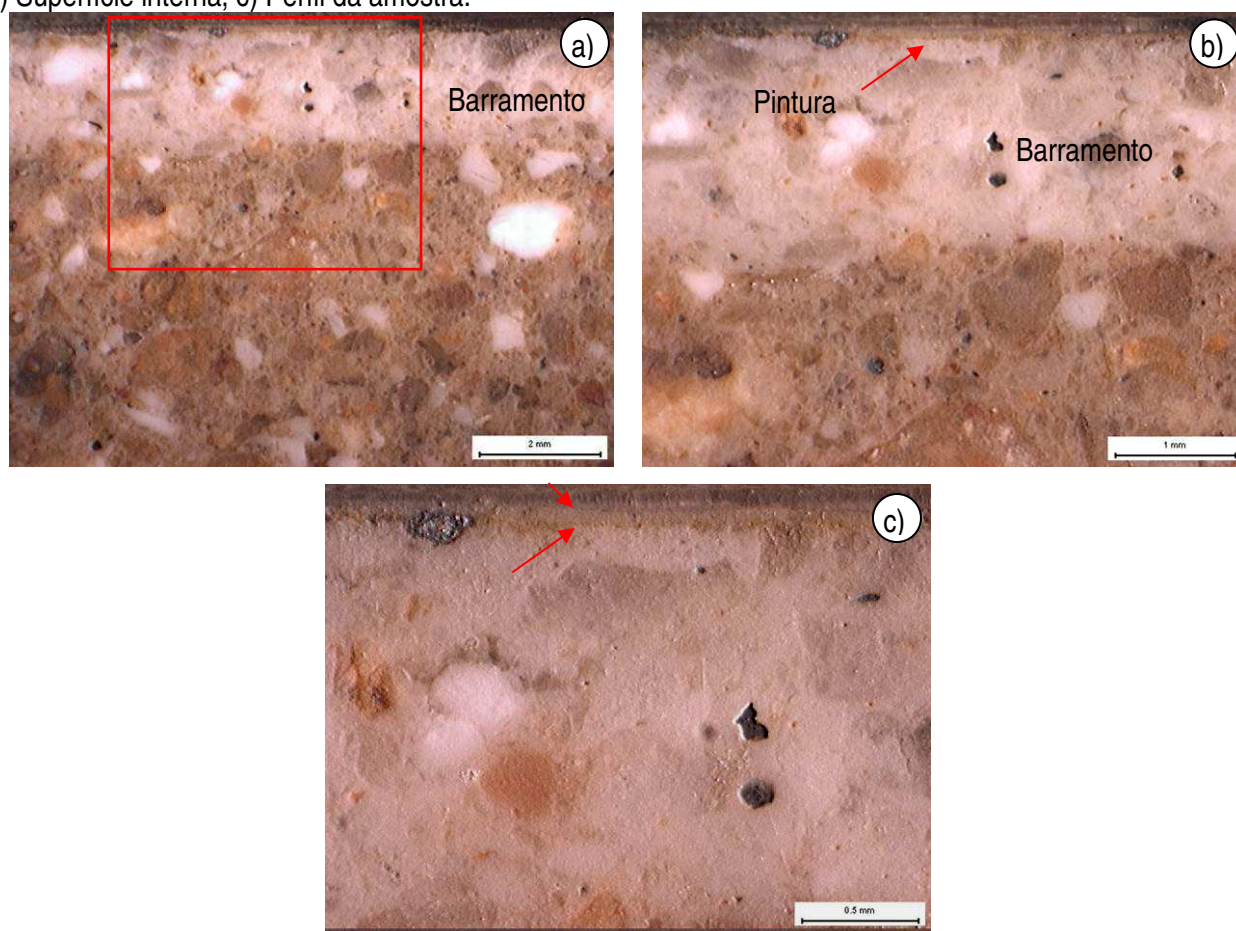


Figura 14 – Observação estratigráfica da amostra 102NM07/05 (AM6) em superfície polida à lupa binocular: a) Aspecto geral da amostra; b) Pormenor em maior ampliação da zona seleccionada na imagem (a); c) Pormenor onde é visível a fina camada de pintura.

As várias camadas das amostras de revestimento AM2 e AM5 foram separadas para serem analisadas pelas diferentes técnicas de caracterização seleccionadas. A caracterização mais completa, nomeadamente com o cálculo do traço, foi efectuada nas camadas correspondentes à argamassa de reboco.

Para caracterização por difracção de raios X (DRX) da argamassa de reboco, prepararam-se dois tipos de amostras ou fracções. Uma das fracções, que corresponde à argamassa tal qual, é denominada de global. Esta é obtida pela moagem da argamassa já desagregada, de modo a que todas as partículas assumam um tamanho suficiente para passarem num peneiro de malha 106 μm . A outra fracção, que é mais concentrada no ligante, é denominada de fracção fina e resultou do material fino que se soltou da amostra durante a desagregação, e que também passou no peneiro de malha 106 μm . Para a análise por DRX as amostras das outras camadas foram moídas até granulometria inferior a 106 μm .

Para a análise termogravimétrica e térmica diferencial (ATG/ATD) foi utilizada a fracção correspondente à fracção global para DRX.

Para a análise química foram utilizadas a fracção global da DRX e uma outra em que o material se encontrava apenas desagregado. A fracção global foi atacada com ácido nítrico (HNO_3) diluído (1:50) e a fracção desagregada com ácido clorídrico (HCl) diluído (1:3).

Todas as amostras depois de preparadas conforme indicado foram secas a 40 °C durante pelo menos 12 horas, com excepção das argamassas para análise química que foram secas à temperatura de 105 °C.

3.1 – Análise mineralógica por difractometria de raios X (DRX)

A análise por DRX baseia-se na propriedade dos raios X, radiações de comprimento de onda da ordem de grandeza das distâncias interatómicas, poderem ser difractados pelos cristais, segundo orientações bem definidas. Esta técnica permite assim a identificação dos compostos cristalinos presentes num material em pó.

Efectuaram-se os registos difractométricos das amostras preparadas como anteriormente descrito, tendo-se utilizado a radiação $K\alpha$ do cobalto produzida por uma unidade de raios X, nas seguintes condições de ensaio: varrimento entre 3 e 74° 2 θ ; velocidade de varrimento de 0.05° 2 θ /s; tensão e corrente de filamento, respectivamente, de 35 kV e 45 mA.

Nas figuras 15 a 19 apresentam-se os registos difractométricos obtidos.

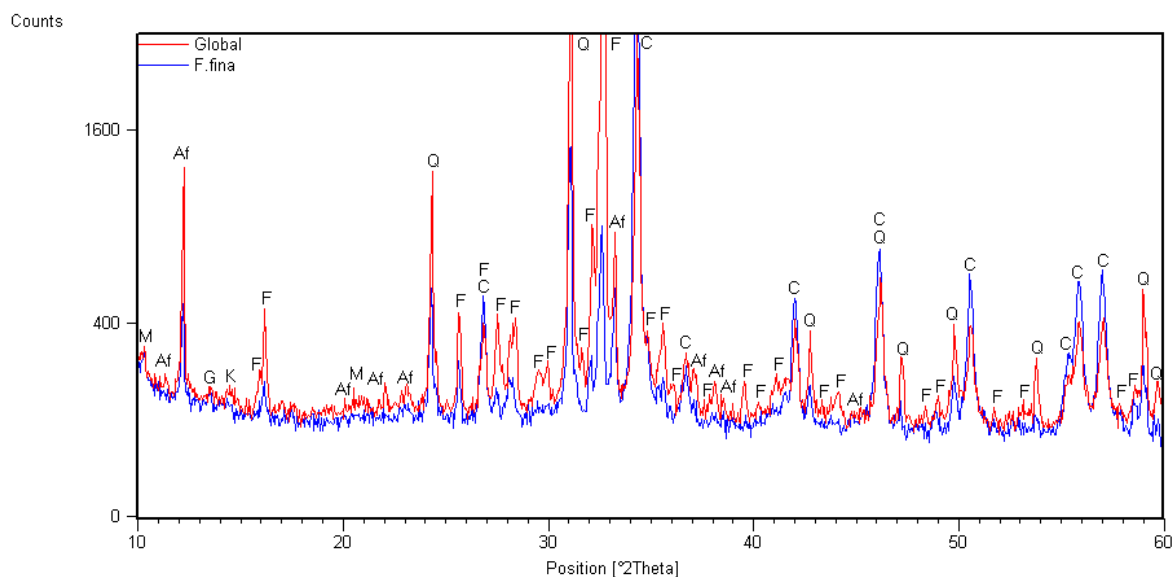


Figura 15 – Registos difractométricos da argamassa de acabamento da amostra AM2, Global (vermelho) e Fração Fina (azul). Notação: M – Mica; Af – Anfibola; G – Gesso; K – Caulinite; F – Feldspatos; Q – Quartzos; C – Calcite.

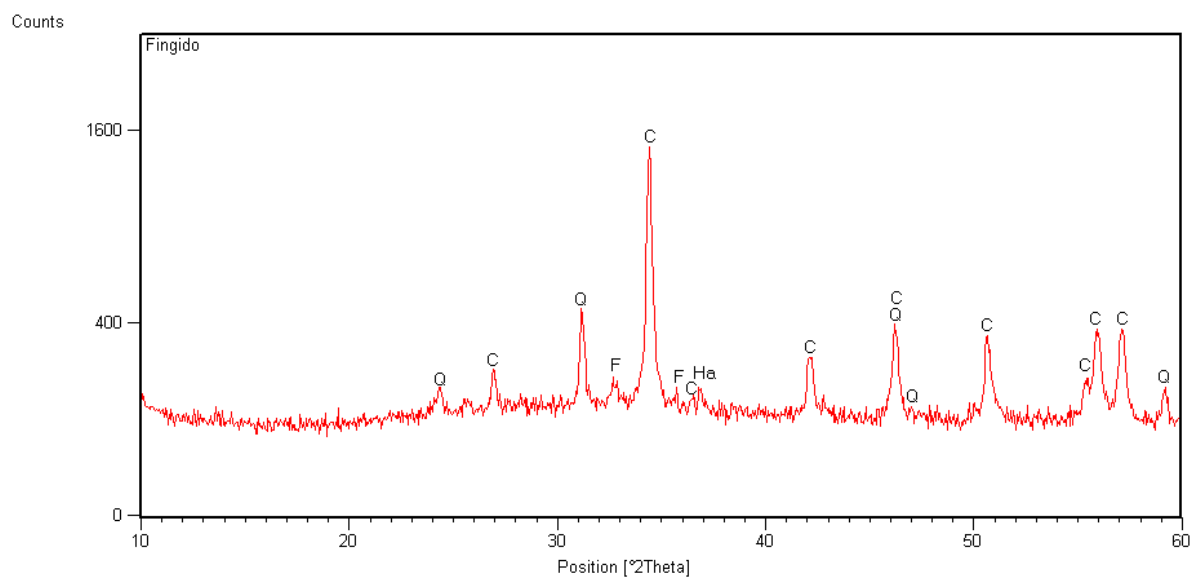


Figura 16 – Registo difractométrico da camada de pintura da amostra AM2. Notação: Q – Quartzos; C – Calcite; F – Feldspatos; Ha – Halite.

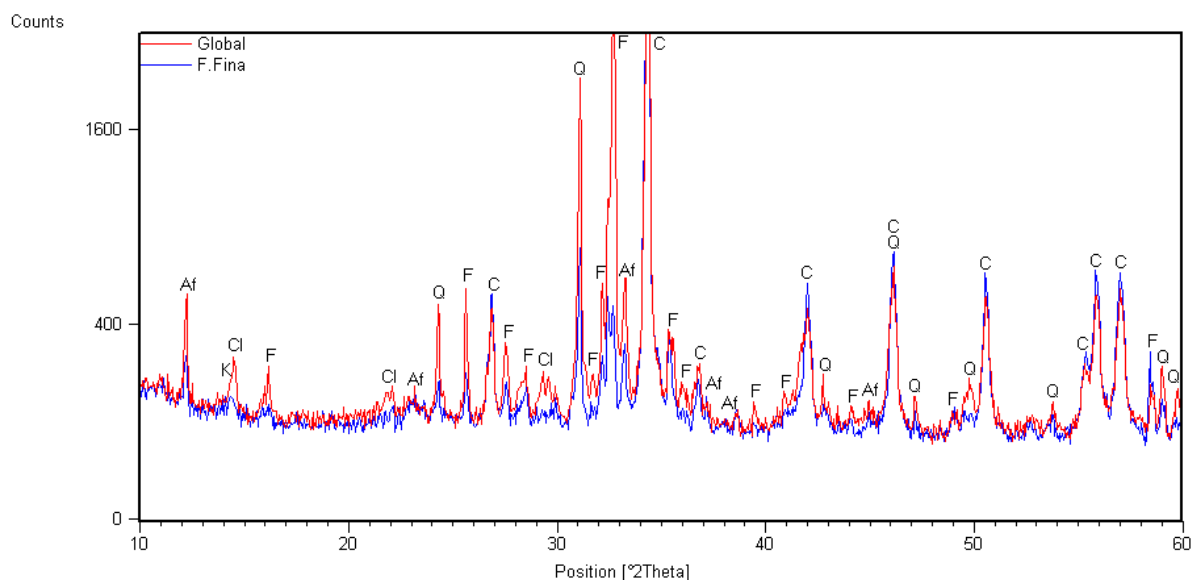


Figura 17 – Registos difractométricos da argamassa de reboco da amostra AM5, Global (vermelho) e Fracção Fina (azul). Notação: Cl – Clorite; K – Caulinite; Af – Anfíbola; F – Feldspatos; Q – Quartzo; C – Calcite.

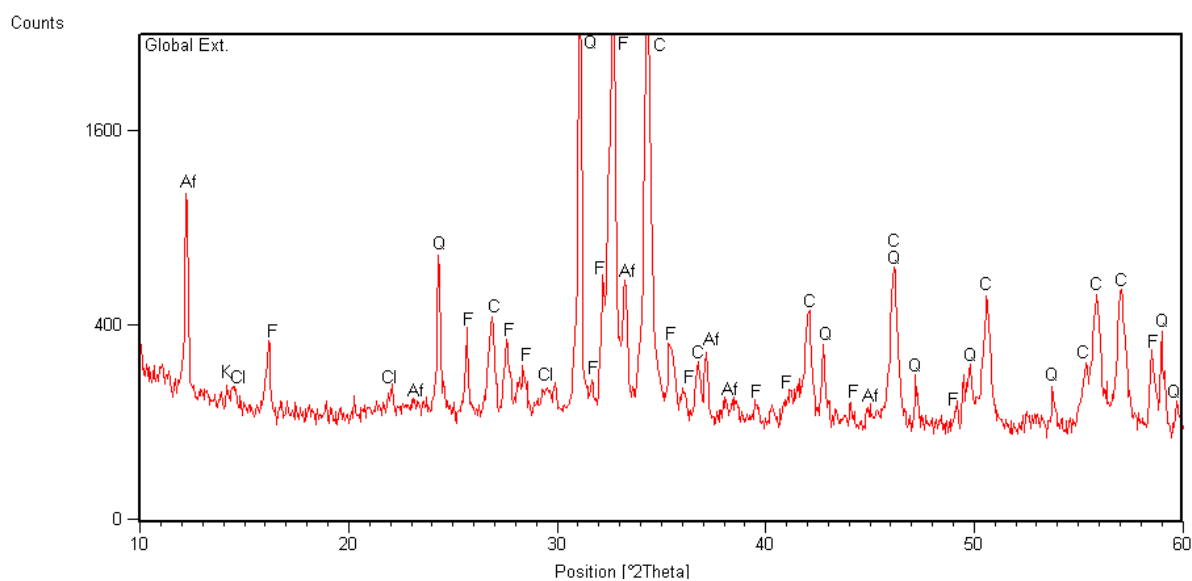


Figura 18 – Registos difractométricos da argamassa de acabamento (Global) da amostra AM5. Notação: Af – Anfíbola; K – Caulinite; Cl – Clorite; F – Feldspatos; Q – Quartzo; C – Calcite.

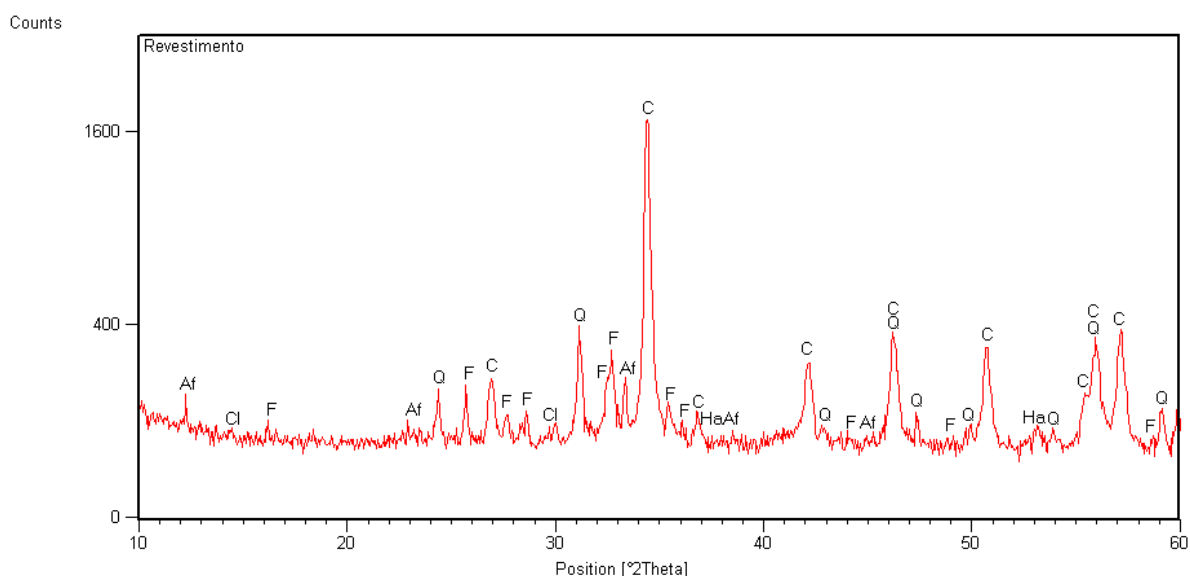


Figura 19 – Registo difractométrico da pintura da amostra AM5. Notação: Af – Anfíbola; Cl – Clorite; F – Feldspatos; Q – Quartzo; C – Calcite; Ha – Halite.

Quadro 2 – Composição mineralógica qualitativa das amostras.

Compostos cristalinos identificados	AM2			AM5			
	Argamassa		Pintura	Argamassa de reboco		Argamassa acabamento	Pintura
	Global	F. Fina		Global	F. Fina.		
Quartzo (SiO ₂)	+/++	++/+++	+	++	+	++/+++	+
Feldspatos alcalinos ((Na,K)AlSi ₃ O ₈)	++/+++	+/++	+	++	+	++/+++	+
Mica (KAl ₂ Si ₃ AlO ₁₀ (OH) ₂)	Vtg	Vtg	-	-	-	-	-
Anfíbolos (NaCa ₂ (Mg,Fe) ₄ Al ₃ Si ₆ O ₂₂ (OH,F) ₂)	+/++	+	-	+	Vtg	+/++	Vtg
Caulinite (Al ₂ Si ₂ O ₅ (OH) ₄)	Vtg	?	-	?	-	?	-
Clorite ((Mg,Fe,Al) ₆ (Si,Al) ₄ O ₁₀ (OH) ₈)	-	-	-	Vtg/+	Vtg	Vtg	Vtg
Calcite (CaCO ₃)	++	++/+++	+++/++++	++/+++	+++	+++	+++/++++
Gesso (CaSO ₄ .2H ₂ O)	Vtg	Vtg	-	-	-	-	-
Halite (NaCl)	-	-	Vtg	-	-	-	Vtg

Notação utilizada: ++++ - composto predominante

++ - proporção média

Vtg - vestígios

+++ - proporção elevada

+ - proporção fraca

? - dúvida na presença

Face aos resultados obtidos para a composição mineralógica das diferentes amostras pode concluir-se o seguinte:

- as argamassas de reboco e acabamento das duas amostras de revestimento apresentam composições muito semelhantes, sendo argamassas de cal calcítica ricas em areia de natureza granitóide; a principal diferença entre as várias argamassas é a proporção de ligante que é maior na argamassa de acabamento;
- a presença de gesso na argamassa da amostra AM2 é indicadora da presença de sais de sulfatos;
- as duas amostras correspondentes às camadas de pintura são de matriz calcítica, indicando portanto tratarem-se de caiações de cal. Embora se tenha detectado a presença de cloretos nas duas amostras não foi possível detectar a natureza dos pigmentos empregues dada a sua diminuta quantidade nas amostras.

3.2 – Análise termogravimétrica e térmica diferencial (ATG/ATD)

A análise termogravimétrica (ATG) é uma técnica de análise térmica de caracterização de materiais que permite medir de forma contínua as variações de massa, em função da temperatura ou do tempo, de uma amostra que é aquecida (ou arrefecida) a uma velocidade de aquecimento (ou arrefecimento) constante. Qualquer reacção que implique uma perda de massa (desidratação, desidroxilação, descarbonatação) ou ganho de massa (oxidação, carbonatação, hidratação) pode ser quantificada. Muitos destes ganhos ou perdas de massa ocorrem em intervalos de temperatura que são característicos da presença de um determinado composto. Uma variante do método consiste em representar nas abcissas a derivada das variações de massa – análise termogravimétrica diferencial (DTG).

A análise térmica diferencial (ATD) é uma técnica de análise térmica em que são registadas as diferenças de temperatura entre uma substância e um material de referência (que não sofre quaisquer transformações na gama de temperatura do ensaio) em função do tempo ou da temperatura, quando as duas substâncias são submetidas a um mesmo ciclo de aquecimento. As diferenças de temperatura são causadas pela emissão ou absorção de calor da substância em análise (respectivamente, processos exotérmicos e endotérmicos). Assim, esta técnica não só pode detectar variações de massa (perdas por desidratação, descarbonatação, etc.), como também transformações estruturais, recristalizações, etc., que não produzem variações de massa mas que produzem a emissão ou absorção de calor. A curva ATD, além de ser característica para uma dada substância, o que a torna bastante útil na identificação de substâncias activas ao calor, permite a obtenção de dados quantitativos a partir das áreas integradas dos picos.

Os termogramas das amostras globais foram efectuados num sistema de análise térmica, sob atmosfera inerte (árgon – 3 L/h), com velocidade de aquecimento uniforme de 10° C/min, desde a temperatura ambiente até 1000° C.

Nas figuras 20 e 21 apresentam-se as curvas ATG/ATD obtidas (TG – curva termogravimétrica, DTG – curva termogravimétrica derivada, Heat Flow – curva térmica diferencial).

Para interpretação dos registos obtidos podem considerar-se 3 gamas de temperatura onde ocorrem perdas de massa, que de acordo com a composição mineralógica da amostra são atribuídas a:

- 20 a 200 °C – zona de perda devida à desidratação de água livre, adsorvida e zeolítica.
- 200 a 500 °C – zona de perda devida à desidratação de hidróxidos ou óxidos hidratados de alumínio ou ferro e à desidroxilação dos minerais de argila
- 550 a 900 °C – zona de perda devida à descarbonatação dos carbonatos.

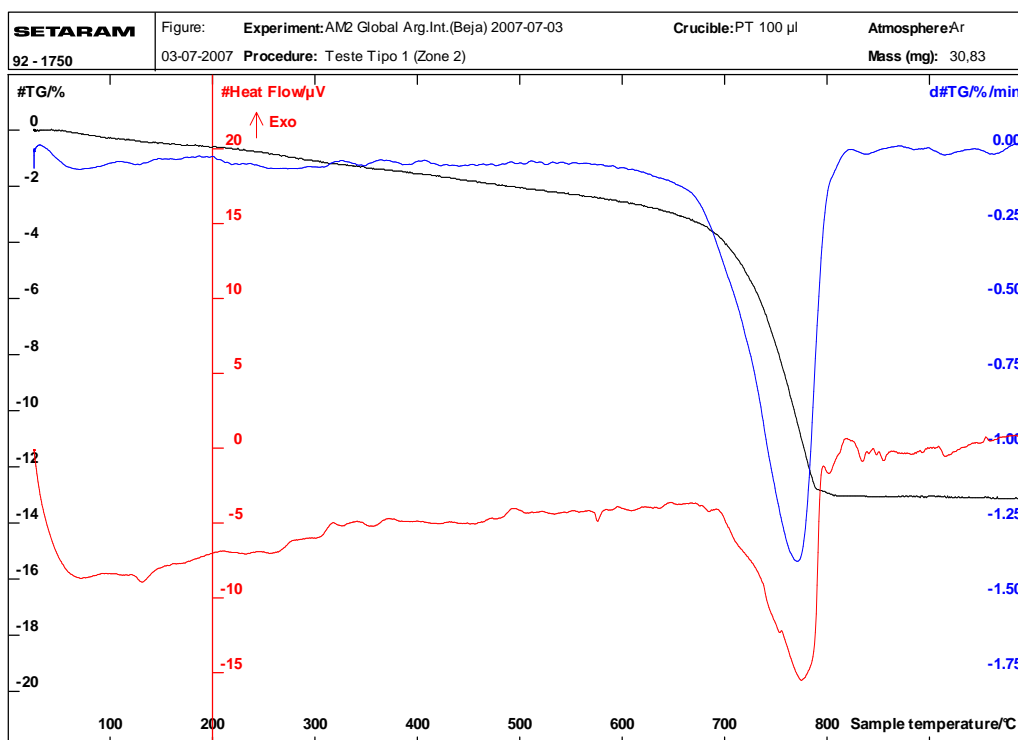


Figura 20 – Registo ATG/DTG/ATD da argamassa da amostra AM2.

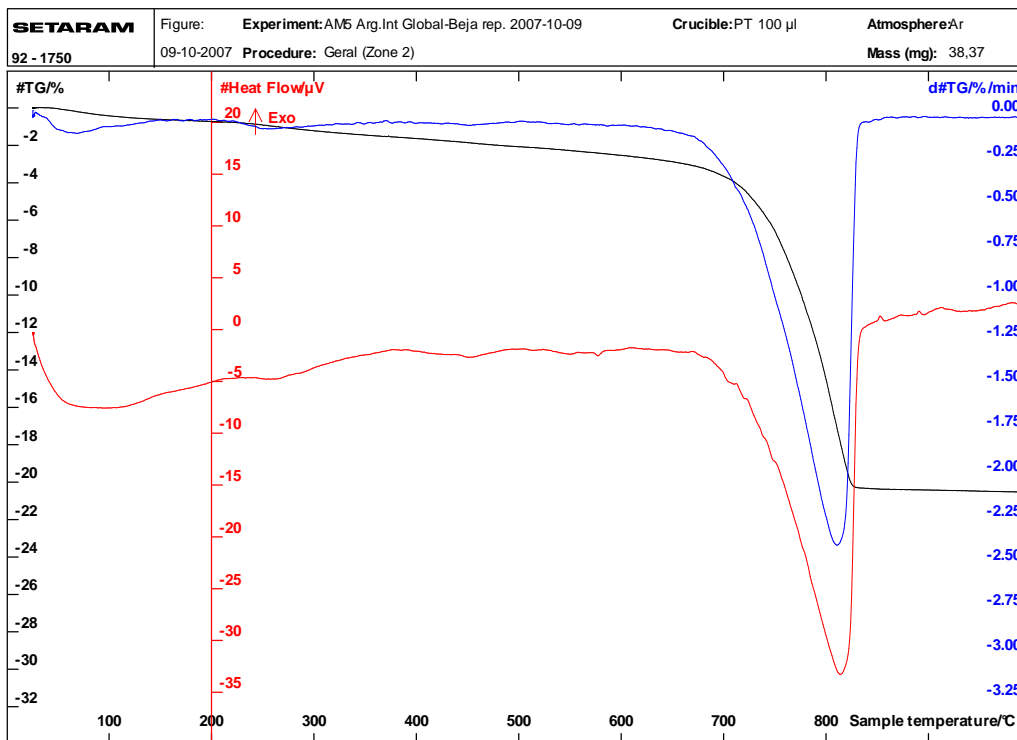


Figura 21 – Registo ATG/DTG/ATD da argamassa de reboco da amostra AM5.

Para mais fácil interpretação apresentam-se no Quadro 3 os valores das perdas de massa, expressas em percentagem em relação à massa inicial de amostra ensaiada, correspondentes às gamas de temperatura referidas e o teor calculado de calcite (CaCO_3).

Quadro 3 – Perdas de massa (em %) em diferentes gamas de temperatura para as argamassas de reboco.

Amostras	Gamas de temperatura (°C)			Teor calculado de calcite (%)
	25→200	200→500	500→900	
AM2	0.6	1.5	11.0	25
AM5	0.7	1.3	18.4	42

3.3 – Determinação do teor de areia da argamassa de reboco e análise granulométrica da areia

A determinação do teor de areia das amostras de argamassa foi efectuada a partir dum ataque a quente (próximo da temperatura de ebulição) com uma solução de ácido clorídrico (1:3), sendo o resíduo do ataque – *resíduo insolúvel* (RI) – seco a 105° C. O valor de RI assim determinado traduzirá, grosso modo, o teor actual de areia siliciosa nas amostras analisadas. Os resultados obtidos estão incluídos no quadro 7.

A análise granulométrica da "areia" das argamassas foi realizada por peneiração do material obtido na determinação do RI, tendo sido utilizados os peneiros de malhas de 5,00; 2,50; 1,25; 0,630; 0,315, 0,160 e 0,075 mm. Nos quadros 4 e 5 apresentam-se os resultados obtidos referentes ao material retido em cada peneiro para as duas amostras, enquanto que na figura 22 apresentam-se as curvas granulométricas do material que passou nos peneiros indicados.

Quadro 4 – Análise granulométrica da argamassa da amostra AM2 (valores em %)

Fracções (mm)	Material retido (%)	Material que passa (%)
< 0,075	9,50	0,00
0,075 – 0,160	13,82	9,50
0,160 – 0,315	17,89	23,32
0,315 – 0,630	21,26	41,21
0,630 – 1,25	20,21	62,48
1,25 – 2,50	11,39	82,69
2,50 – 5,00	5,92	94,08
>5,00	0,00	100,00

Quadro 5 – Análise granulométrica da argamassa de reboco da amostra AM5 (valores em %)

Fracções (mm)	Material retido (%)	Material que passa (%)
< 0,075	13,21	0,00
0,075 – 0,160	17,34	13,21
0,160 – 0,315	18,39	30,55
0,315 – 0,630	17,34	48,94
0,630 – 1,25	15,01	66,28
1,25 – 2,50	9,73	81,29
2,50 – 5,00	8,99	91,01
>5,00	0,00	100,00

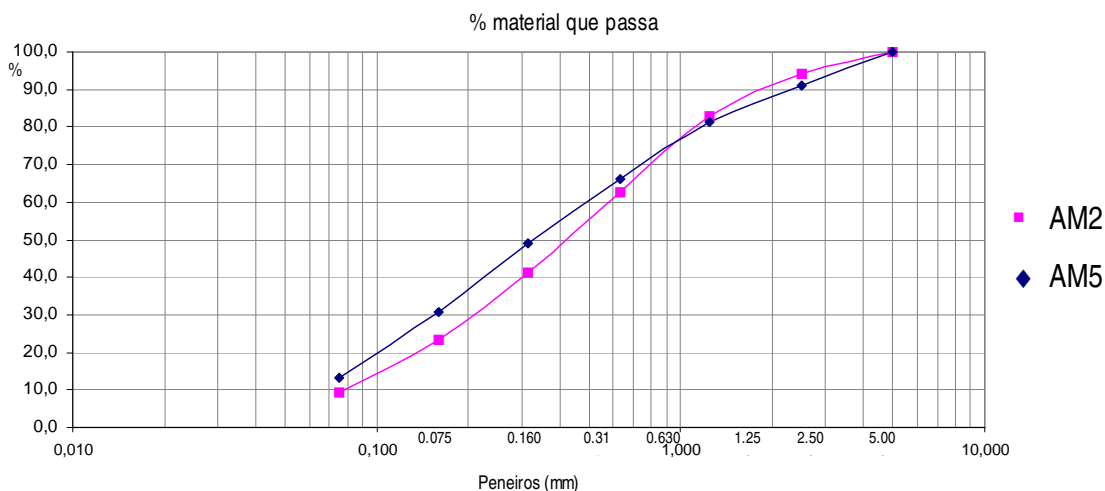


Figura 22 – Curvas granulométricas das areias das argamassas de reboco das amostras AM2 e AM5.

A análise granulométrica revelou que as duas areias têm dimensão essencialmente na gama entre 0,160 e 1,25 mm. Nas figuras 20 e 21 mostram-se aspectos gerais da observação das fracções à lupa binocular a qual evidenciou agregados siliciosos de morfologia sub-alongada. O quartzo é o mineral mais abundante nas várias fracções observando-se ainda litoclastos de rochas granitóides e xistos.

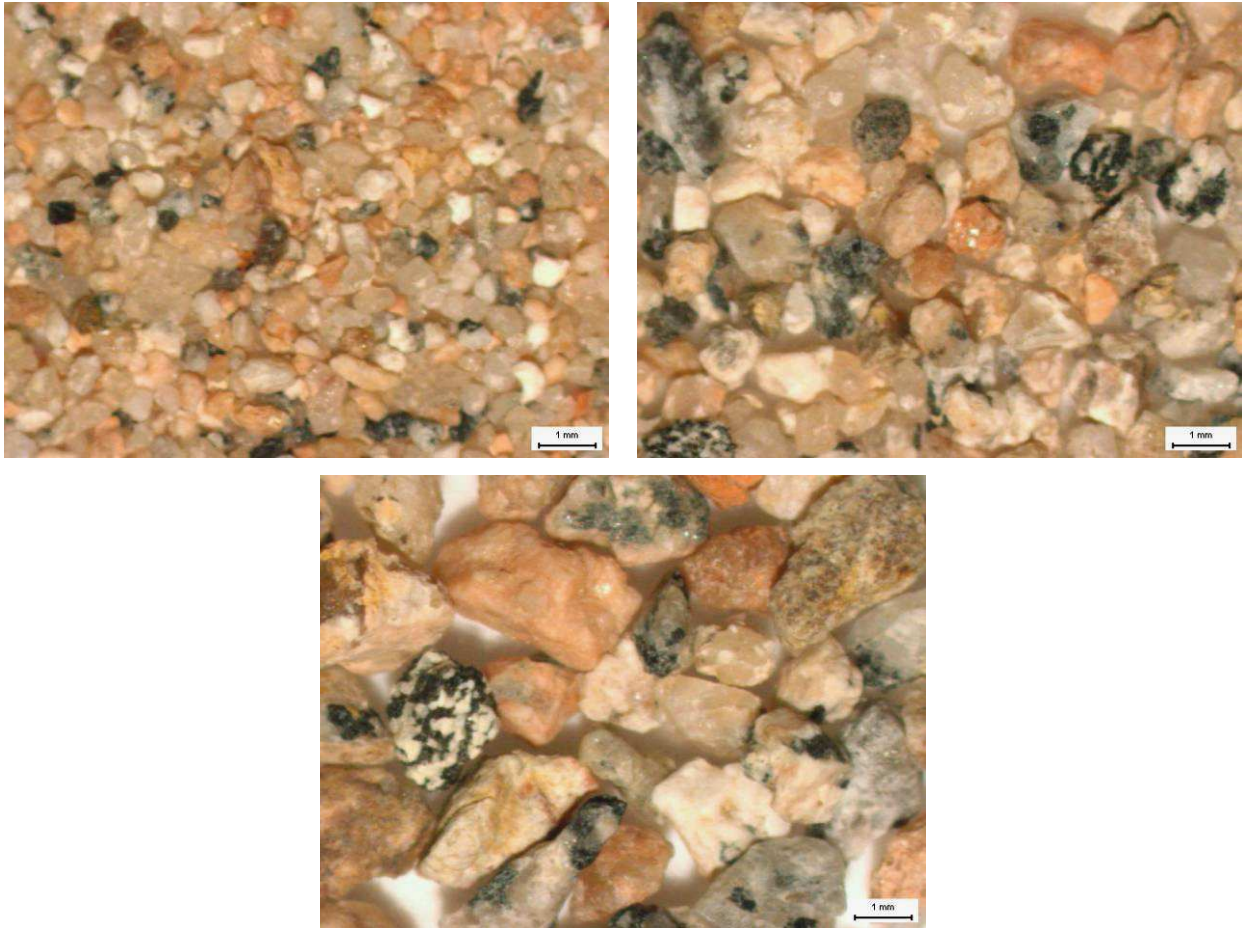


Figura 23 – Aspecto da areia da argamassa da amostra AM2 correspondente às fracções granulométricas: a) 0,315 a 0,630 mm; b) 0,630 a 1,25 mm; c) 1,25 a 2,50 mm.

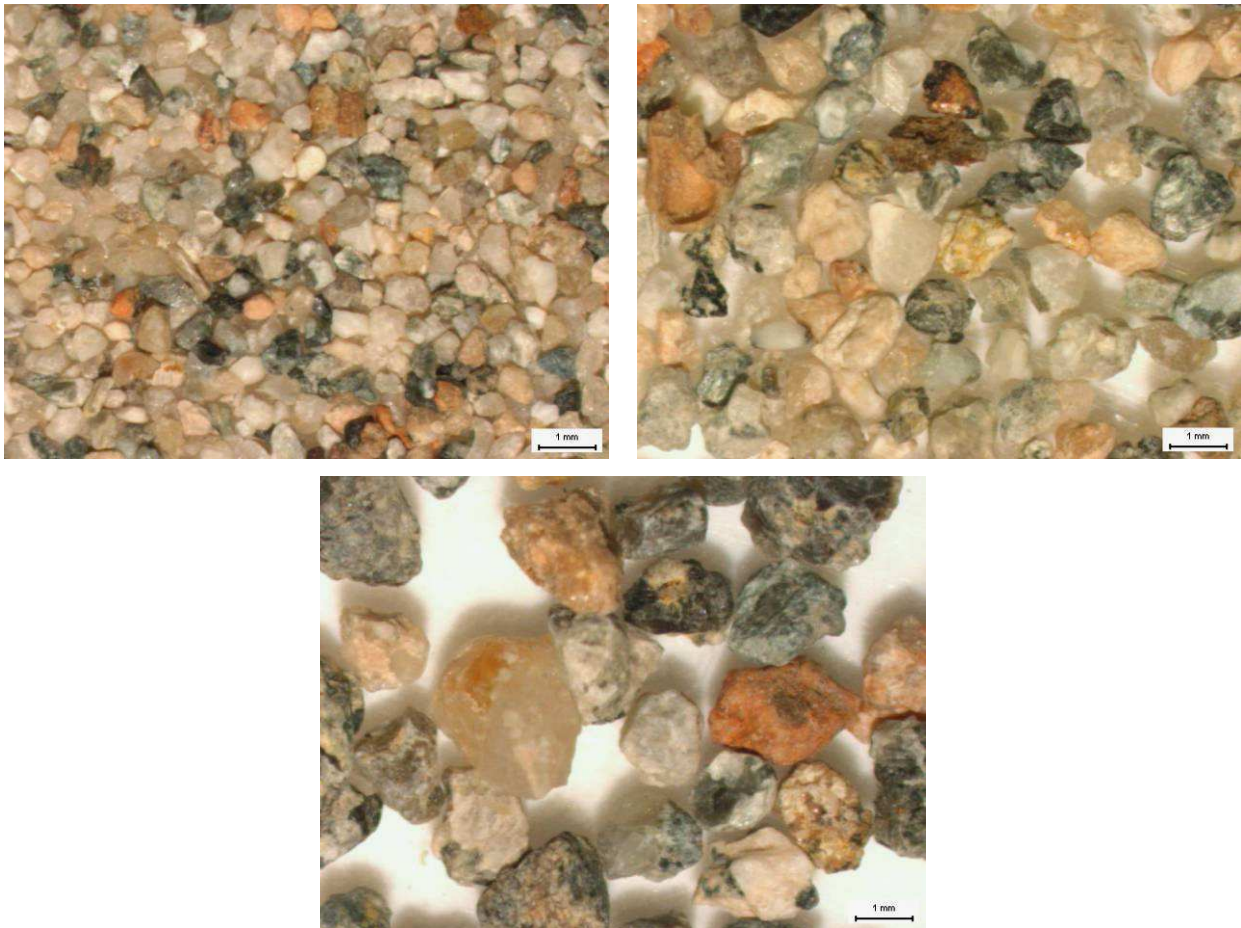


Figura 24 – Aspecto da areia da argamassa de reboco da amostra AM5 correspondente às fracções granulométricas: a) 0,315 a 0,630 mm; b) 0,630 a 1,25 mm; c) 1,25 a 2,50 mm.

3.4 – Análise química

Com o objectivo de se detectarem outros compostos provenientes de reacções de degradação ou a eventual utilização dum ligante hidráulico, realizou-se um ataque com ácido nítrico (1:50) na argamassa AM2 (moída a uma granulometria inferior a 106 μm e seca a 105 °C), tendo-se efectuado a determinação do teor de álcalis por espectrofotometria de absorção atómica, a determinação de cloretos por potenciometria, a determinação de sulfatos num analisador elementar de enxofre e de sílica solúvel pelo método do óxido de polietileno [2]. Os resultados obtidos apresentam-se no quadro 6.

Os baixos teores de álcalis e sílica solúvel obtidos confirmam que o ligante não é de carácter hidráulico. Os teores de SO_3 e cloretos indicam a existência de contaminação por sais de sulfatos (gesso) e de cloretos.

Quadro 6 – Teores (em %) de álcalis, sulfatos, cloretos, sílica solúvel e resíduo insolúvel da argamassa da amostra AM2

Sódio (Na ₂ O)	Potássio (K ₂ O)	Cloretos (Cl ⁻)	Sulfatos (SO ₃)	Sílica solúvel (SiO ₂)	Resíduo Insolúvel
0,07	0,01	0,03	0,48	0,62	71.4

No quadro 7 apresenta-se a composição simplificada das argamassas, calculada com base no método de "Jedrzejewska" [3] para argamassas de cal antigas, o qual considera três tipos de constituintes: "areia" (correspondente ao resíduo insolúvel do ataque ácido), "carbonatos" e "fracção solúvel" em ácido (compostos solúveis em ácido sem formação de dióxido de carbono).

Quadro 7 – Composição simplificada das argamassas (% em massa)

Identificação	Areia ⁽¹⁾	Carbonatos ⁽²⁾	Fracção Solúvel ⁽³⁾
Argamassa da amostra AM2	71	25	4
Argamassa de reboco da amostra AM5	58	42	0

(1) – Resíduo insolúvel em ácido nítrico, RI

(2) – Calculado a partir dos teores de CaCO₃ por ATG

(3) – Fracção Solúvel = 100 – Σ(RI + Carbonatos)

O valor de fracção solúvel obtido (quadro 7) é consentâneo com a inexistência nas argamassas de compostos de carácter pozolânico e/ou a utilização dum ligante hidráulico.

4 – CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

A observação ao microscópio electrónico de varrimento complementada com a microanálise de raios X, permite obter informação de grande interesse acerca das características da amostra, como a composição, a topografia e a detecção de compostos em quantidades vestigiais.

As observações das argamassas foram realizadas num microscópio electrónico de varrimento (MEV) JEOL JSM-6400, em provetes constituídos por pequenos fragmentos obtidos por fractura, tendo-se recoberto a superfície da amostra com uma película de ouro (Au) – paládio (Pd). Estas observações foram, em simultâneo, complementadas com a informação da sua composição química pela microanálise de raios X por dispersão em energias (EDS), utilizando um microanalisador de raios X OXFORD INCA 300 associado ao MEV com tensão de feixe electrónico de 15 keV.

As observações ao MEV/EDS da argamassa de reboco da amostra AM2 permitiram confirmar que os agregados utilizados são de natureza siliciosa apresentando uma boa adesão ao ligante, constituído por uma

pasta de cal calcítica carbonatada – figura 25. Estas observações permitiram ainda confirmar a presença dos sais solúveis halite e gesso, e detectar colonizações biológicas – figura 26.

Relativamente à argamassa de reboco da amostra AM5, que apresenta uma microestrutura típica duma argamassa de cal calcítica, há a salientar a presença de colonizações biológicas – figura 27.

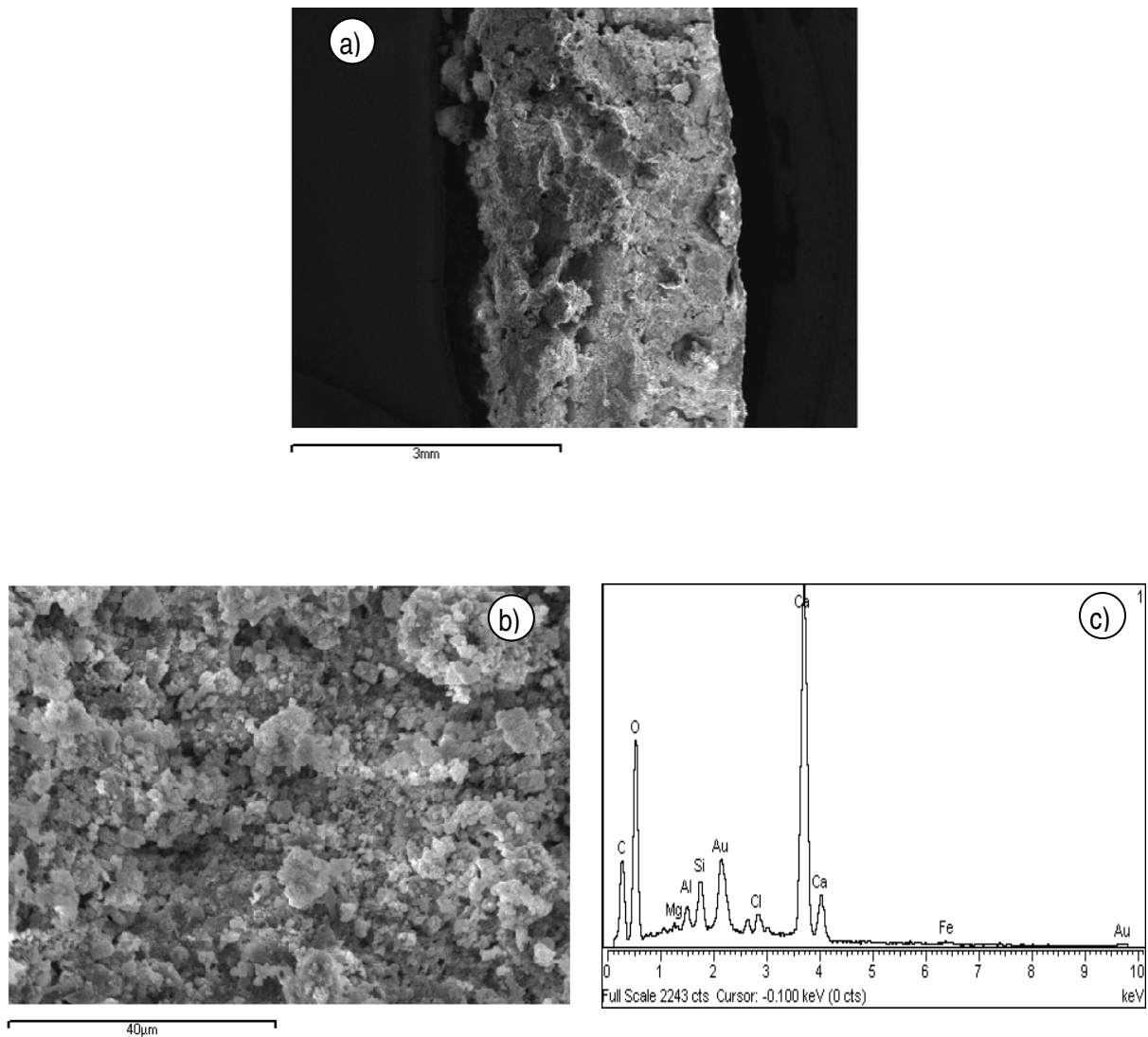


Figura 25 – Aspectos microestruturais da argamassa da amostra AM2; a) Aspecto geral da amostra; b) Pormenor da pasta do ligante em que o espectro EDS em c) confirma ser de cal aérea calcítica.

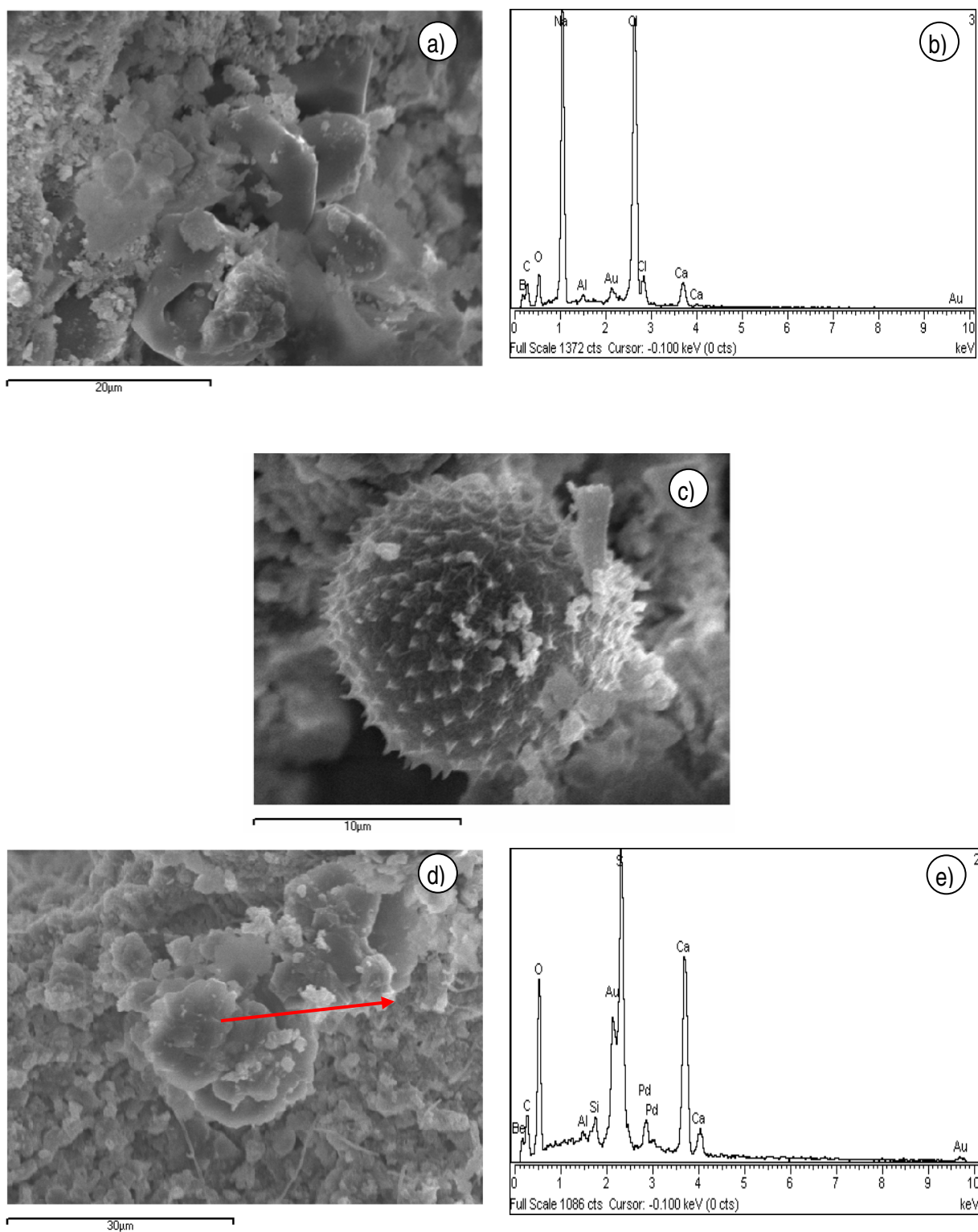
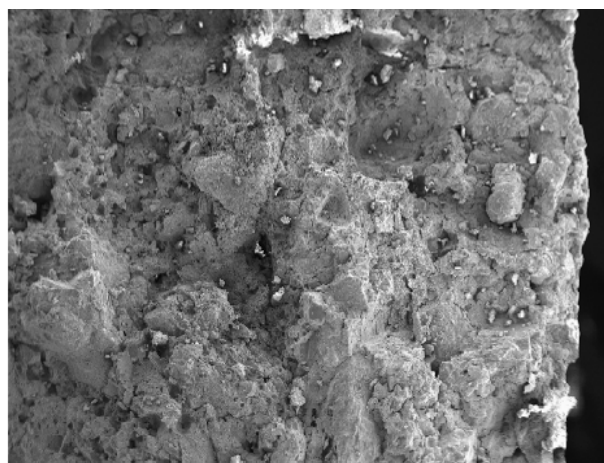
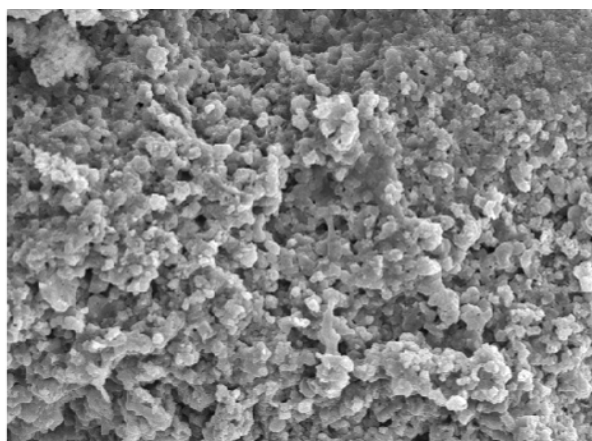


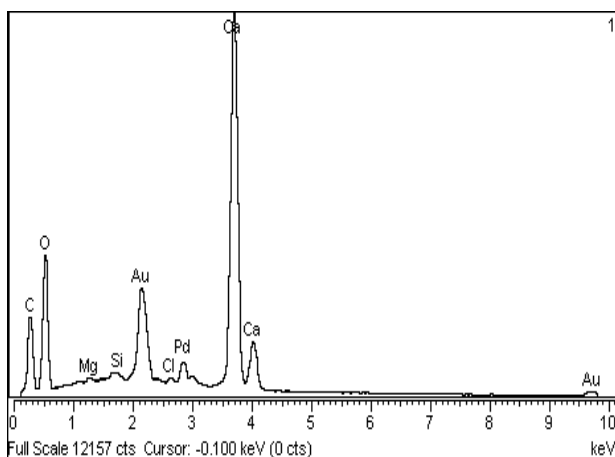
Figura 26 – Aspectos microestruturais da argamassa da amostra AM2; a) Pormenor de halite (NaCl) e respectivo espectro EDS em b); c) Esporo dum fungo de origem biológica; d) Formações de gesso e respectivo espectro EDS em e).



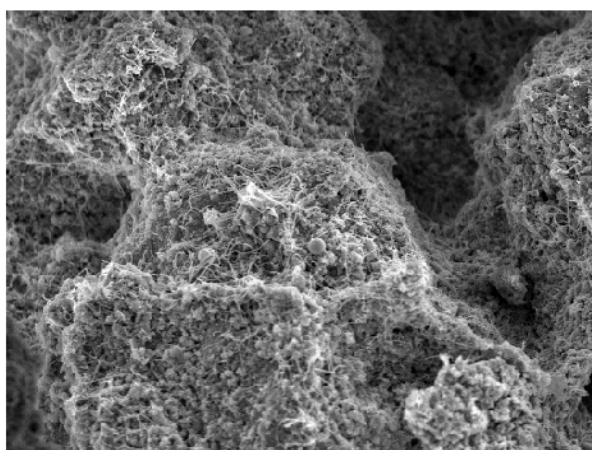
a)



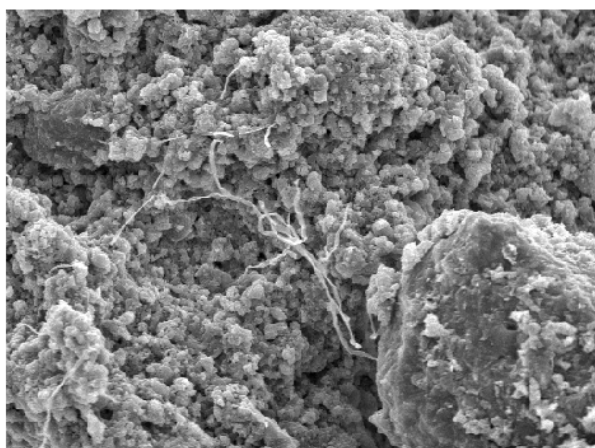
b)



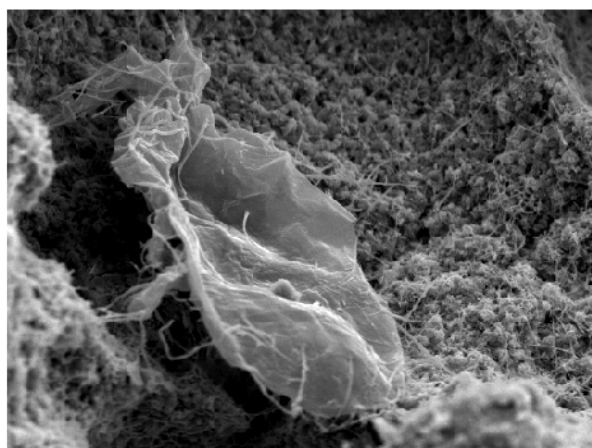
c)



d)



e)



f)

Figura 27 – Aspectos microestruturais da argamassa de reboco da amostra AM5; a) Aspecto geral da amostra; b) Pormenor da pasta do ligante carbonatada e que o espectro EDS em c) indica ser de cal aérea calcítica; d) Zona da amostra a pequena ampliação onde são visíveis colonizações biológicas; e,f) Pormenores de colonizações biológicas.

5 – APRECIÇÃO GERAL DOS RESULTADOS

Da apreciação geral dos resultados dos ensaios realizados podem tirar-se as seguintes conclusões:

- As várias camadas dos revestimentos de paredes analisados são todas de cal aérea calcítica com elementos decorativos originais dando relevo à importância da sua conservação.
- Em termos estratigráficos as amostras são constituídas por:
 - Amostra AM1: duas camadas, respectivamente argamassa de acabamento e camada pictórica de cor creme com cerca de 100 µm de espessura;
 - Amostra AM2: duas camadas, respectivamente argamassa de acabamento e camada pictórica de cor azulada com riscas acastanhadas com cerca de 100 µm de espessura;
 - Amostra AM4: três camadas, respectivamente argamassa de acabamento, barramento branco com 1 mm de espessura e pintura branca com espessura inferior a 100 µm;
 - Amostra AM5: três camadas, respectivamente argamassa de reboco com cerca de 8 mm de espessura, argamassa de acabamento com cerca de 4 mm de espessura e pintura de cor esverdeada com resíduos sobrejacentes duma caição branca;
 - Amostra AM6: três camadas, respectivamente argamassa de acabamento, barramento de cor creme com cerca de 2 mm de espessura e pintura acastanhada.
- As argamassas das diferentes amostras são argamassas de cal aérea calcítica com areia siliciosa. A principal diferença entre as argamassas de reboco e de acabamento é nesta última a granulometria do agregado que é ligeiramente inferior e a maior proporção de ligante.
- A areia das argamassas apresenta grãos de morfologia sub-rolada, maioritariamente constituída por quartzo e com clastos de rochas granitóides e xisto e granulometria heterogénea apresentando dimensão de grãos maioritariamente compreendida entre 0,160 e 1,25 mm.
- As argamassas encontram-se contaminadas por sais de sulfatos e cloretos e por colonização biológica.
- A composição actual das argamassas (quadro 7) traduz relações ponderais de:
 - Amostra AM2 – 1 cal hidratada : 4 areia a qual corresponde a uma relação volumétrica aproximada de 1 de cal : 1,5 areia, admitindo massas volúmicas aparentes de 500 kg/m³ para a cal e de 1400 kg/m³ para a areia siliciosa.
 - Amostra AM5 – 1 cal hidratada : 2 areia a qual corresponde a uma relação volumétrica aproximada de 1 de cal : 1 areia, admitindo massas volúmicas aparentes de 500 kg/m³ para a cal e de 1400 kg/m³ para a areia siliciosa.

Este trabalho teve como objectivos contribuir para a obtenção de informações sobre a história de edifícios e monumentos históricos em Portugal e dos materiais utilizados na sua construção, a qual é reconhecido como sendo de extrema importância para a salvaguarda do nosso Património Histórico e Cultural. Ficou demonstrada a necessidade do emprego de uma metodologia de caracterização físico-química o mais completa possível para a análise de argamassas/revestimentos antigos, pois dessa forma obtêm-se dados

que permitem determinar com um elevado grau de rigor o traço das argamassas, os tipos de constituintes e o seu estado de conservação.

Lisboa e Laboratório Nacional de Engenharia Civil, I.P. em Maio de 2008

VISTOS

A Chefe do Núcleo de Materiais Metálicos



Maria Manuela Salta
Investigadora Coordenadora

A Directora do Departamento de Materiais



Adélia Rocha
Investigadora Coordenadora

AUTORIAS



António Santos Silva
Investigador Auxiliar



Ana Paula Menezes
Técnica Especialista



Luzia Barracha
Técnica Principal



Susana Couto
Bolsista de Experimentação

BIBLIOGRAFIA

- [1] Veiga, M.R., Aguiar, J., Santos Silva, A., Carvalho, F., 2001. *Methodologies for Characterisation and Repair of Mortars of Ancient Buildings*, Proceedings of the 3rd International Seminar Historical Constructions, Guimarães, Universidade do Minho, Novembro 2001, pp. 353-362.
- [2] NP EN 196-2 (secção 13.3.1), 1996. *Métodos de ensaio de cimentos. Parte 2: Análise química de cimentos*, Instituto Português da Qualidade, pp. 32.
- [3] Jedrzejewska, H., 1960. *Old Mortars in Poland: A New Method of Investigation*, Studies in Conservation, Vol. 5, n^o 4, pp. 132-138.

